



HAL
open science

Contribution à l'étude des mécanismes de plasticité et de fissuration de verres métalliques massifs

Sovannara Hin

► **To cite this version:**

Sovannara Hin. Contribution à l'étude des mécanismes de plasticité et de fissuration de verres métalliques massifs. Matériaux. Université de Bretagne Sud, 2016. Français. NNT : 2016LORIS402 . tel-01541172

HAL Id: tel-01541172

<https://theses.hal.science/tel-01541172>

Submitted on 18 Jun 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE SUD
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE SUD

Mention : Sciences pour l'ingénieur
Ecole doctorale SICMA

Présentée par

HIN Sovannara

Préparée à l'Institut de recherche Dupuy de Lôme FRE
CNRS 3744

Contribution à l'étude des mécanismes de plasticité et de fissuration de verres métalliques massifs

Thèse soutenue le 17 Juin 2016

devant le jury composé de :

Mme Véronique Doquet
Directrice de recherche CNRS, LMS / Rapporteur

M. Jean-Christophe Sangleboeuf
Professeur, IPR / Rapporteur

M. Pierre Vacher
Professeur, Symme / Examineur

M. Vincent Keryvin
Professeur, IRDL / Directeur de thèse

M. Cédric Bernard
Maître de conférences, IRDL / Co-encadrant de thèse

M. Cédric Doudard
Maître de conférences, IRDL / Co-encadrant de thèse

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme sous la direction du Professeur Vincent Keryvin (équipe ECoMath), de Cédric Bernard (EG2M) et de Cédric Doudard (équipe MMA). Je tiens à les remercier de m'avoir accueilli dans leur équipe et de m'avoir guidé et éclairé tout au long de ces travaux.

Un grand merci à Y. Yokoyama (Université de Tohoku, Sendai, Japon) pour nous avoir fourni le matériau nécessaire à nos recherches.

Je tiens à remercier vivement Alexandre Tanguy, ingénieur d'études et Eva Héripré, ingénieur de recherche au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) de l'Ecole Polytechnique à Palaiseau, pour leur accueil amical et leur aide précieuse durant les séjours de recherche dans leur équipe.

Je remercie tous les membres du laboratoire pour leur accueil, leurs nombreux coups de main et pour l'ambiance sympathique qu'ils ont su créer.

Enfin, j'aurais une pensée pour ma famille au Cambodge, surtout mes parents pour leur soutien psychologique malgré une distance de plusieurs milliers de kilomètres entre nous, et aussi pour la communauté cambodgienne au pays de Lorient qui apporte à mon séjour ici un peu de mon pays natal.

SOMMAIRE

| | |
|---|-----|
| <i>REMERCIEMENTS</i> | i |
| <i>SOMMAIRE</i> | iii |
| <i>INTRODUCTION GENERALE</i> | 1 |
| Chapitre I Etude bibliographique..... | 5 |
| 1. Généralités..... | 5 |
| 1.1. Définition et historique..... | 5 |
| 1.2. Obtention des verres métalliques..... | 7 |
| 1.3. Synthèse des verres métalliques massifs..... | 10 |
| 1.4. Propriétés mécaniques..... | 20 |
| 1.5. Applications de structure..... | 23 |
| 2. Modèles de déformation..... | 28 |
| 2.1. Saut atomique – Modèle de Spaepen..... | 28 |
| 2.2. Zone de transformation par cisaillement – Modèle d’Argon..... | 29 |
| 2.3. Bilan des deux modèles..... | 31 |
| 3. Elasticité et anélasticité..... | 32 |
| 3.1. Elasticité..... | 32 |
| 3.2. Anélasticité..... | 33 |
| 3.3. Relaxation structurelle..... | 34 |
| 4. Plasticité..... | 35 |
| 4.1. Déformation homogène..... | 35 |
| 4.2. Déformation hétérogène et bandes de cisaillement..... | 37 |
| 4.3. Transition homogène / hétérogène – Carte de déformation..... | 46 |
| 5. Rupture et fissuration..... | 49 |
| 5.1. Concept de mécanique de la rupture..... | 49 |
| 5.2. Facteur d’intensité de contrainte et notion de ténacité..... | 50 |
| 5.3. Détermination expérimentale de la ténacité des verres métalliques..... | 53 |

| | |
|--|-----|
| 6. Bilan et motivation de l'étude | 58 |
| Chapitre II Etude du comportement élastoplastique..... | 59 |
| 1. Introduction | 59 |
| 2. Caractérisation expérimentale des mécanismes de déformation | 60 |
| 2.1. Etudes phénoménologiques..... | 60 |
| 2.2. Quantification de la déformation..... | 87 |
| 3. Extraction des propriétés élastoplastiques des verres métalliques massifs par des essais simples..... | 128 |
| 3.1. Introduction | 128 |
| 3.2. Détermination des paramètres d'élasticité | 129 |
| 3.3. Détermination des paramètres plastiques | 132 |
| 3.4. Discussion | 147 |
| 4. Conclusion..... | 151 |
| Chapitre III Fissuration et Rupture..... | 153 |
| 1. Introduction | 153 |
| 2. Méthodes expérimentales..... | 154 |
| 2.1. Microstructure du matériau et méthodes de fabrication..... | 154 |
| 2.2. Mise en forme des éprouvettes..... | 156 |
| 2.3. Principe et protocole des essais | 158 |
| 3. Résultats et discussion | 169 |
| 3.1. Pré-fissuration | 169 |
| 3.2. Rupture | 177 |
| 4. Détermination de la ténacité par la méthode des éléments finis..... | 197 |
| 4.1. Introduction | 197 |
| 4.2. Méthodes numériques et fissuration | 197 |
| 4.3. Modélisation de l'essai | 202 |
| 4.4. Résultats | 205 |
| 4.5. Bilan sur la ténacité de l'ensemble des éprouvettes | 222 |
| 4.6. Conclusion de la partie numérique | 224 |
| 5. Conclusion..... | 226 |

| | |
|---|-----|
| CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES | 227 |
| REFERENCES | 231 |
| ANNEXE A | 239 |
| 1. Introduction | 239 |
| 2. Eprouvettes | 239 |
| 3. Procédé de micro-électro-lithographie | 240 |
| 3.1. Dépôt de résine | 240 |
| 3.2. Irradiation de la résine | 241 |
| 3.3. Dissolution de la résine irradiée | 241 |
| 3.4. Dépôt d'or | 242 |
| 3.5. Dissolution de la résine restante | 242 |
| 4. Résultats et Bilan de micro-électro-lithographie | 243 |
| ANNEXE B | 245 |

INTRODUCTION GENERALE

Les verres et les métaux ont longtemps été considérés comme deux groupes de matériaux bien distincts. Les verres jouant un rôle plus architectural et optique que structurel et les métaux étant, quant à eux, majoritairement utilisés comme matériaux de structure.

Depuis un demi-siècle, une nouvelle classe de matériaux, connue sous le nom de « verres métalliques », est apparue. Ces matériaux sont donc bien plus jeunes que les deux familles de matériaux que leur nom évoque, les verres d'oxydes ou inorganiques et les métaux cristallins étant exploités par nos sociétés depuis des milliers d'années parfois. Le terme « verre » leur est associé du fait qu'ils s'obtiennent par des protocoles de synthèse proches de celui des verres à base de silice et que leur structure atomique présente un caractère amorphe, à l'instar des verres classiques. Par contre, ils ne partagent pas la propriété de transparence optique, souvent associée aux verres dans la vie courante. Le terme « métallique » s'explique, quant à lui, par la nature métallique des éléments qui les constituent. Leurs liaisons atomiques sont majoritairement de type métallique.

De par leur composition chimique, ces matériaux doivent être classés dans la famille des métaux. Ils sont d'ailleurs également appelés « métaux amorphes » ou « alliages amorphes ». Cette composition chimique rend leur fabrication très complexe. En effet, les métaux de base utilisés pour leur élaboration doivent satisfaire à un haut niveau de pureté. D'autre part, pour empêcher la cristallisation des éléments métalliques qui le composent, l'alliage en fusion doit être refroidi à des vitesses de trempe très élevées. Ces deux facteurs sont primordiaux puisqu'ils conditionnent la dimension maximale du brut réalisable – ouvrant ainsi la porte aux verres métalliques massifs – mais aussi la qualité de la structure amorphe finale, *i.e.* la présence ou non de défauts cristallins dans la matrice amorphe du matériau obtenu. En dépit des difficultés liées à leur élaboration, la communauté scientifique a mené, au cours des dernières décennies, des recherches intensives visant à caractériser les verres métalliques d'un point de vue physique, chimique, thermique et bien évidemment mécanique, tant sur des problématiques liées à leur élaboration ou mise en forme, qu'à leur comportement en service. Ainsi, l'abaissement de la vitesse critique de trempe grâce à de nouvelles compositions et l'amélioration des méthodes de fabrication ont permis d'augmenter la taille des bruts. Les premiers verres métalliques, produits sous forme de fils ou de fins rubans, ont fait place à des pièces massives dont la plus petite dimension peut dépasser plusieurs centimètres.

Leurs propriétés mécaniques s'avèrent à la fois avantageuses et inédites : haute résistance, bonne capacité à stocker et à restituer l'énergie élastique, grande dureté... et tout ceci avec une ténacité pouvant être proche de celle des métaux cristallins. De plus, pour des températures voisines de la transition vitreuse (*i.e.* de l'ordre de 600 et 700 K pour les bases zirconium), les verres métalliques montrent une aptitude particulièrement intéressante. Etant dans leur domaine de liquide surfondu, ils adoptent un comportement de superplasticité qui facilite grandement leur mise en forme. Toutefois, de grands progrès dans la compréhension des mécanismes à l'origine de leur déformation inélastique et de leur endommagement sont, encore aujourd'hui, nécessaires.

D'un point de vue mécanique, la fragilité apparente que peuvent montrer les alliages amorphes à température ambiante constitue le principal frein à leur application à grande échelle et donc à leur industrialisation. Par ailleurs, les études sur le comportement à la fissuration et à la rupture des verres métalliques massifs rapportées dans la littérature sont à la fois peu nombreuses et très diverses dans leurs résultats.

Les travaux menés dans le cadre de cette thèse visent à une meilleure compréhension du comportement mécanique des verres métalliques massifs à base de zirconium à température ambiante et, plus particulièrement, concernant les deux facteurs clés que sont les mécanismes liés à la plasticité et ceux impliqués dans la fissuration.

Dans cette optique, ce manuscrit de thèse se divise en 3 chapitres.

Le premier chapitre fera l'objet d'un état des lieux des connaissances sur les verres métalliques. Nous aborderons, après un rappel historique sur leur développement, les méthodes de synthèse existantes, les spécificités liées à leur l'état vitreux et leurs champs d'applications technologiques actuels. Nous procéderons ensuite à un bilan des connaissances sur leurs propriétés et comportements mécaniques et finirons en exposant la motivation de notre étude.

Le deuxième chapitre sera dédié à l'étude de l'écoulement plastique dans notre verre métallique à base de zirconium. Au moyen de l'essai de compression diamétrale, qui permet d'atteindre des niveaux de déformation plastique élevés dans des zones confinées, nous caractériserons le comportement élastoplastique du matériau, en nous appuyant sur des mesures à la fois globales et locales. Une analyse quantitative des courbes d'effort – déplacement apportera des enseignements sur les différentes phases de déformation de l'éprouvette. Elle sera renforcée et éclairée par une analyse, plus

quantitative celle-ci, des champs de déformation obtenus à partir de champs de déplacement mesurés par corrélation d'images, l'idée étant d'expliquer le comportement observé à l'échelle macroscopique par l'évolution des motifs des bandes de cisaillement observée à l'échelle microscopique. Ce chapitre se terminera par une identification des paramètres du matériau, supposé élastique parfaitement plastique avec un critère de limite d'élasticité isotrope dépendant de la pression de type Drucker-Prager, à partir de deux essais particulièrement hétérogènes : les essais de compression diamétrale et d'indentation. Des résultats expérimentaux issus de ces deux types d'essais seront confrontés à des simulations numériques des mêmes essais afin d'identifier le jeu de paramètres matériaux le plus pertinent.

Le troisième chapitre est une synthèse des travaux sur le comportement à la fissuration et la rupture sur trois verres à base de zirconium de composition identique mais de niveaux de pureté différents, l'idée étant de mettre en évidence l'influence des défauts présents dans ces verres sur les phénomènes de fissuration et de rupture. Nous nous concentrerons, dans un premier temps, sur la pré-fissuration par fatigue, étape indispensable dans la préparation d'éprouvettes destinées à la mesure de la ténacité. L'objectif est de mettre en place un protocole visant à créer une fissure qui soit conforme aux exigences géométriques des éprouvettes de ténacité, *i.e.* une fissure qui s'amorce et se propage dans le plan d'entaille. Nous procéderons ensuite à des mesures de ténacité sur nos différents verres à base Zr, puis à l'observation des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage (MEB). Pour les éprouvettes dont les fissures ont une forme qui s'éloigne trop de la géométrie normalisée, la ténacité ne peut être déterminée par les formules habituelles. Nous procéderons alors à des simulations numériques par la méthode des éléments finis afin d'exploiter les résultats de ces essais moins conventionnels. Pour finir, l'analyse et la confrontation de ces différents résultats nous permettront d'évaluer et de discuter l'influence des procédés de fabrication, mais aussi de la présence et de la nature des défauts cristallins, sur la fissuration, la ténacité et les modes de rupture de ces alliages amorphes.

Chapitre I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce chapitre va nous permettre de présenter le matériau objet de notre étude. Tout d'abord nous définirons la notion de « verre métallique » en nous appuyant sur un rapide historique. Nous procéderons ensuite à un état des lieux des méthodes d'élaboration des bruts et présenterons certaines applications technologiques actuelles de ces matériaux. Dans une deuxième partie, nous nous concentrerons sur leurs propriétés mécaniques. Nous présenterons tout d'abord les différents mécanismes de réagencement de la microstructure permettant, dans ce type de matériau amorphe, de modéliser les écoulements non élastiques. Nous résumerons ensuite l'état actuel des connaissances sur le comportement mécanique des verres métalliques dans les domaines des déformations élastique, anélastique et plastique. Pour finir, et après un rappel de quelques notions de mécanique de la rupture, nous exposerons les travaux expérimentaux sur la fissuration en soulignant tout particulièrement l'influence des conditions d'essais et du mode d'élaboration du verre sur la valeur de la ténacité mesurée.

1. Généralités

1.1. Définition et historique

Un alliage amorphe, aussi appelé « métal amorphe », est un alliage métallique dépourvu de structure cristalline (ordre à longue distance) (Figure I-1-a). Il possède néanmoins un ordre à courte distance (liaison interatomique) (Figure I-1-b), voire à moyenne distance (groupes d'atomes). En toute logique, ce matériau doit être considéré comme un métal car il est composé des mêmes éléments que les métaux conventionnels et la cohésion de ces atomes est, par conséquent, assurée majoritairement par des liaisons métalliques. Par contre, l'absence d'ordre à longue distance dans sa structure atomique l'éloigne des métaux ordinaires et le rapproche d'autres classes de matériaux tels que les polymères amorphes ou les verres minéraux. Les alliages amorphes peuvent être obtenus par refroidissement très rapide depuis l'état fondu, ou par d'autres méthodes permettant de bloquer la cristallisation au cours de la synthèse. Ils sont aussi appelés, tout particulièrement lorsqu'ils sont obtenus à partir de l'état fondu, « verres métalliques », par analogie avec le verre de silice qui partage ce même mode d'élaboration.

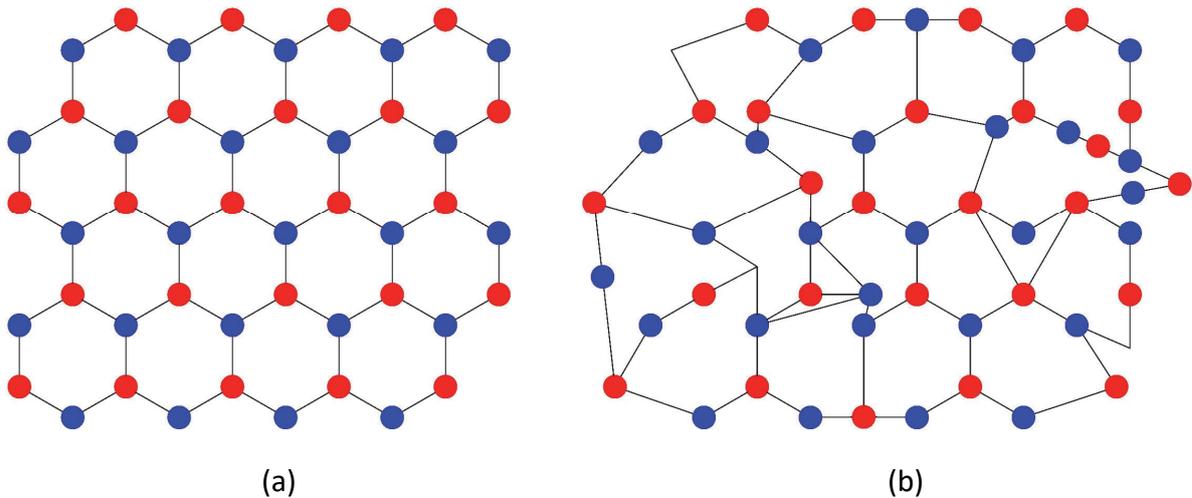


Figure I-1. Représentation d'une structure atomique : (a) cristalline et (b) amorphe

Les verres métalliques sont des matériaux découverts récemment par rapport aux métaux conventionnels. Leur production commence en 1960 quand Klement et al. [Klement et al. 1960] effectuent des trempes rapides sur l'alliage eutectique Au-Si. Le premier verre métallique, de composition $Au_{75}Si_{22}$ (at %), est ainsi obtenu sous forme de rubans ou de fils de $25 \mu m$ d'épaisseur environ (Figure I-2-a). Ces premières compositions nécessitaient une vitesse de trempe très élevée (de l'ordre de $10^6 K/s$). Les faibles dimensions des éprouvettes étaient alors un frein majeur à leur développement pour des applications industrielles.

Afin de surmonter cet obstacle, de nouvelles techniques de refroidissement, et surtout de nouvelles compositions chimiques, permettant d'abaisser la vitesse critique de trempe ont été développées. Dans les années 1970, de nouvelles compositions ternaires ($Pd-Cu-Si$) ont été découvertes. Leurs faibles vitesses critiques de trempe de l'ordre de $10^3 K/s$ ont permis d'obtenir des bruts de diamètres de $0,3 mm$ [Bagley & DiSalvo 1973] puis $3 mm$ [Chen 1974] (Figure I-2-b).

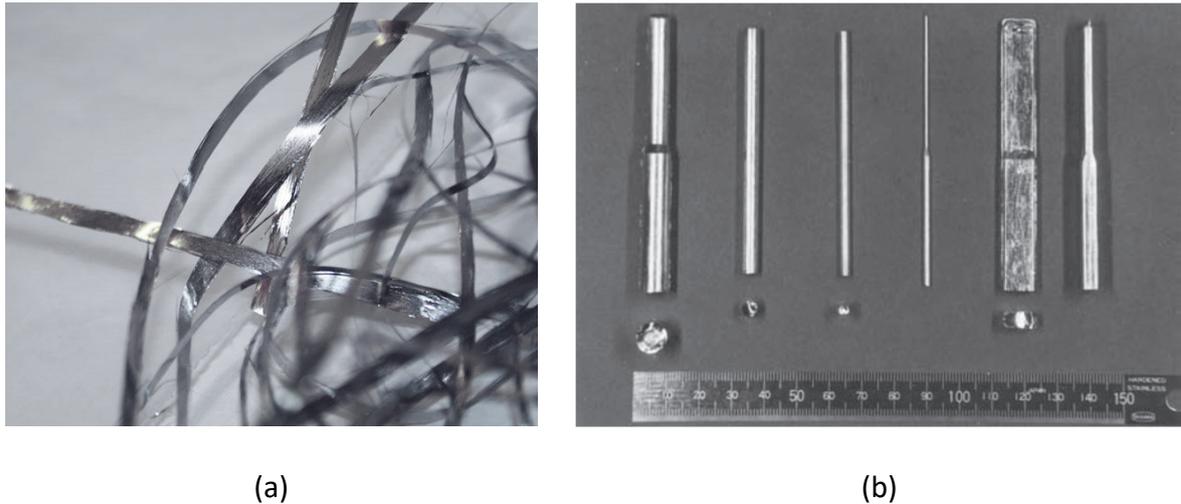


Figure I-2. Verres métalliques de différentes géométries : (a) sous forme de rubans [Ruta et al. 2012], (b) sous forme de barre et de plaque de différentes épaisseurs (de 0,5 à 9 mm) [Inoue et al. 1992]

A la fin des années 1980, la fabrication des verres métalliques à base de palladium, magnésium, zirconium... de taille critique de l'ordre du centimètre – avec des vitesses de trempe d'environ 0,1 K/s – est devenue possible. Grâce à cette découverte, la synthèse de verres métalliques sous forme massive (*i.e.* la plus petite dimension est supérieure au millimètre) a accéléré le développement de ces matériaux, ainsi que leur commercialisation. Par exemple, des verres métalliques à base de zirconium découverts au California Institute of Technology (Caltech), comme le *Zr-Ti-Cu-Al-Be*, sont commercialisés par la société Liquidmetal Technologies sous le nom du Vitreloy1. Il faut noter que la célèbre société Apple possède l'exclusivité des droits sur les découvertes de cette société depuis 2012.

1.2. Obtention des verres métalliques

1.2.1. Composition chimique

Comme nous l'avons mentionné précédemment, la possibilité de produire des verres métalliques sous forme massive dépend en premier lieu de la vitesse de refroidissement. On définit la vitesse critique de trempe, R_c , comme étant la vitesse en dessous de laquelle l'alliage obtenu contiendra une phase cristalline et au-dessus de laquelle il sera complètement amorphe.

Les premiers verres métalliques synthétisés possédaient une vitesse critique de trempe de l'ordre de 10^6 K/s, ne permettant leur production sous forme massive. En effet, au-delà de certaines dimensions, lors du refroidissement, la température au cœur de l'éprouvette diminue beaucoup plus lentement que sur les bords, ce qui aboutit à un matériau amorphe sur les bords et cristallin à cœur.

Tableau I-1. Epaisseur maximale t_{max} et vitesse critique de trempe R_c de certains verres métalliques massifs [Inoue 2000]

| Système d'alliage | t_{max} (mm) | R_c (K. s ⁻¹) |
|---|----------------|-----------------------------|
| <i>La – Al – (Cu, Ni)</i> | ~10 | ~200 |
| <i>Mg – Al – (Cu, Ni)</i> | ~10 | ~200 |
| <i>Zr – Al – (Cu, Ni)</i> | ~30 | 1 – 10 |
| <i>Zr – Ti – Al – (Cu, Ni)</i> | ~30 | 1 – 5 |
| <i>Zr – Ti – (Cu, Ni) – Be</i> | ~30 | 1 – 5 |
| <i>Fe – (Al, Ga) – (P, C, B, Si)</i> | ~3 | ~400 |
| <i>Pd – Cu – Ni – P</i> | ~75 | 0.1 |
| <i>Fe – (Co, Ni) – (Zr, Hf, Nb) – B</i> | ~6 | ~200 |
| <i>Ti – Ni – Cu – Sn</i> | ~6 | ~200 |
| t_{max} : Taille maximale de la plus petite dimension des bruts R_c : Vitesse critique de trempe | | |

L'augmentation de la taille du brut est donc la conséquence directe de la diminution de la vitesse critique de trempe. Cette dernière est fortement dépendante de la composition chimique de la phase liquide refroidie. En effet, une variation de moins de 1% d'un des différents éléments peut gêner la vitrification. Il est donc nécessaire de trouver les compositions chimiques minimisant la vitesse critique de trempe. Le [Tableau I-1](#) donne la vitesse critique de trempe et la taille maximale de la plus petite dimension des bruts correspondants, pour certaines familles des verres métalliques. On peut remarquer que les alliages à base de zirconium ou de palladium font partie des meilleurs choix, compte tenu de leur faible vitesse critique de trempe, inférieure à 10 K/s.

Depuis 1988, les travaux systématiques du groupe d'[Inoue 2000] ont permis la découverte d'un grand nombre de compositions de verres métalliques à base de *La, Zr, Pd, Mg*. En se basant sur ces résultats, Inoue a proposé un ensemble de critères empiriques permettant d'évaluer la capacité d'un alliage fondu à conserver son caractère amorphe au cours de son refroidissement :

1. Augmentation du nombre d'atomes de natures différentes (l'alliage doit être composé de 3 éléments au minimum) ;
2. Différence de rayon atomique d'au moins 12 % entre les 3 éléments principaux ;
3. Enthalpie de mélange négative entre les 3 éléments principaux ;
4. Eutectiques profonds présents dans les diagrammes de phase binaire et ternaire des éléments constitutifs (ce qui implique des mouvements atomiques plus lents dans l'alliage).

Ces règles définissent donc l'aptitude d'un alliage à former un métal amorphe (glass-forming ability - GFA).

1.2.2. Principes de base

La technique d'obtention des verres métalliques est fondamentalement analogue à celle des verres de silice ou des verres minéraux. Elle consiste à refroidir le métal liquide suffisamment vite pour empêcher sa cristallisation. L'influence de la vitesse de refroidissement sur le mode de solidification d'un l'alliage métallique initialement en phase liquide est mise en évidence par la variation de son volume spécifique (l'inverse de la densité) en fonction de la température, représentée sur la [Figure I-3](#).

Dans le cas d'un refroidissement à faible vitesse, quand la température de l'alliage fondu atteint la température de fusion T_f (limite entre l'état solide et liquide), la solidification provoque une diminution brutale de volume spécifique. En effet, le réarrangement général des atomes vers une structure ordonnée qui minimise leur énergie libre permet au système d'atteindre un état d'équilibre thermodynamique. Le matériau ainsi obtenu est un alliage cristallin.

Pour obtenir un alliage amorphe, il faut donc une vitesse de refroidissement suffisamment élevée pour empêcher la cristallisation. Dans ce cas, lors du franchissement de T_f , l'alliage fondu passe directement à l'état de liquide surfondu où il est en équilibre métastable. L'alliage est toujours liquide, mais sa viscosité augmente rapidement avec l'abaissement de sa température. Pour une valeur caractéristique T_g (la température de transition vitreuse) le liquide se fige en un solide amorphe.

La température de transition vitreuse varie d'une famille de verre métallique à l'autre. Par exemple, les verres à base de magnésium possèdent une température de transition vitreuse comprise entre 400 et 500 K [[Shi & Xu 2011](#)], alors qu'elle se situe entre 600

et 700 K pour les bases zirconium [Wang et al. 2011], ou 700 et 900 K pour les bases fer [Makino et al. 2007].

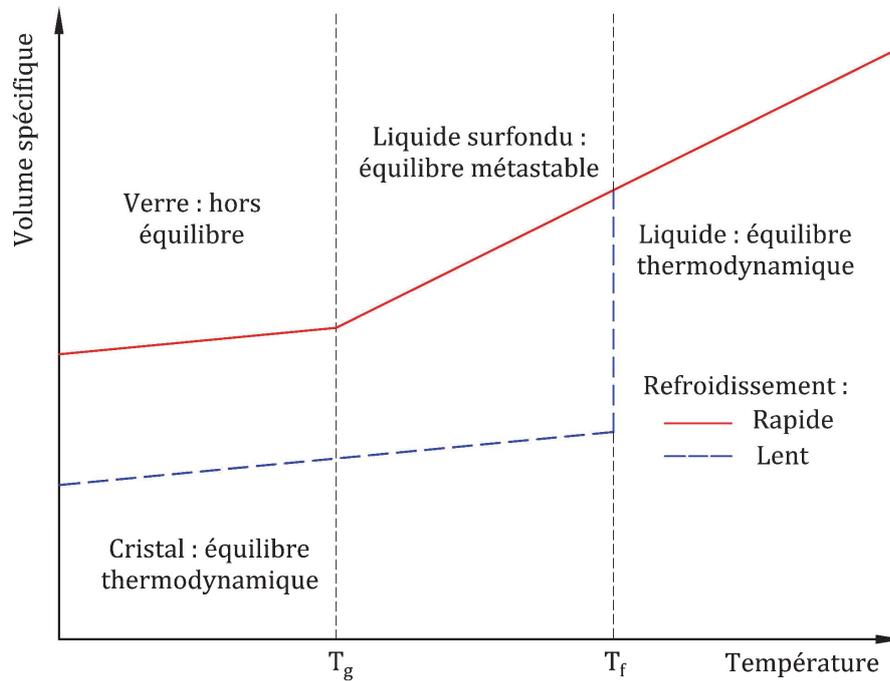


Figure I-3. Courbe d'évolution de l'enthalpie ou du volume spécifique en fonction de la température lors du refroidissement

1.3. Synthèse des verres métalliques massifs

Les principes de base de formation d'un verre métallique étant précisés, nous allons maintenant présenter les différentes solutions technologiques mises au point pour en produire concrètement.

1.3.1. Méthodes conventionnelles

Basées sur le principe de trempe à une vitesse suffisamment élevée abordé dans le paragraphe précédent, plusieurs techniques ont été développées pour synthétiser des verres métalliques sous diverses formes et dimensions. Le premier verre métallique a été obtenu par hypertrempe sur roue (melt-spinning technique) (Figure I-5-a). Cette technique consiste à verser l'alliage en fusion sur une roue métallique tournante pour obtenir de fins rubans. De nombreuses autres méthodes de synthèse de verres métalliques sous forme massive ont ensuite été développées [Suryanarayana & Inoue 2011] :

- procédé de filage à l'état fondu ;
- coulée de fusion (flux melting technique) ;
- procédé de trempe à l'eau (water-quenching method) ;
- coulage sous haute pression (high-pressure die casting) ;
- coulage dans un moule de cuivre (copper mold casting) ;
- coulage par inclinaison (tilt casting method) ;
- cap-cast technique ;
- suction-casting method ;
- squeeze-casting method ;
- unidirectional zone melting method ;
- ...

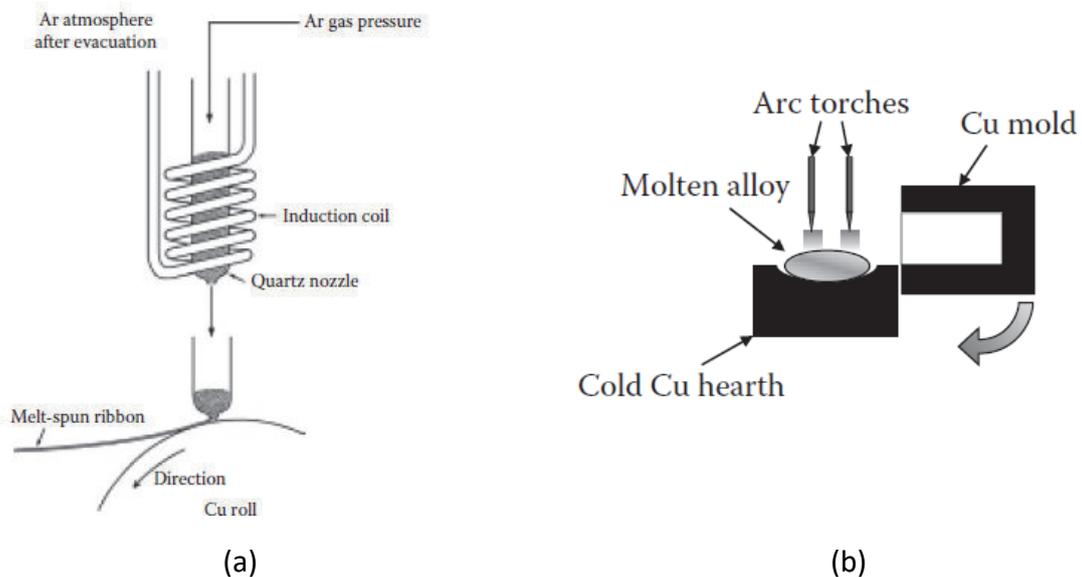


Figure I-4. Illustrations de deux méthodes de synthèse de verre métalliques : (a) Procédé d’hypertrempe sur roue, (b) Méthode de fusion par arc [Suryanarayana & Inoue 2011]

Nous détaillerons dans les paragraphes suivants uniquement les méthodes de synthèse mises en œuvre par [Yokoyama et al. 2002] [Yokoyama et al. 2004] et [Yokoyama 2015] qui nous ont fourni les verres métalliques massifs quaternaires à base de zirconium de composition $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %), objets de cette étude.

1.3.2. Méthodes conventionnelles de Yokoyama

Nos travaux portent sur des verres métalliques massifs fabriqués par [Yokoyama et al. 2002] [Yokoyama et al. 2004] et [Yokoyama 2015] par la technique de coulage par inclinaison (tilt casting method) (Figure I-5-a), par trempe en moule à « chapeau » (cap-cast technique) (Figure I-5-b) et par un système de fabrication automatisé.

Tous ces procédés d'élaboration comportent les trois mêmes étapes principales :

- pesage des métaux (sous la forme de poudres ou barreaux) ;
- pré-alliage : mélange par fusion des métaux pesés pour obtenir l'alliage maître ;
- trempe : coulage en moule des alliages fondus et mise en forme.

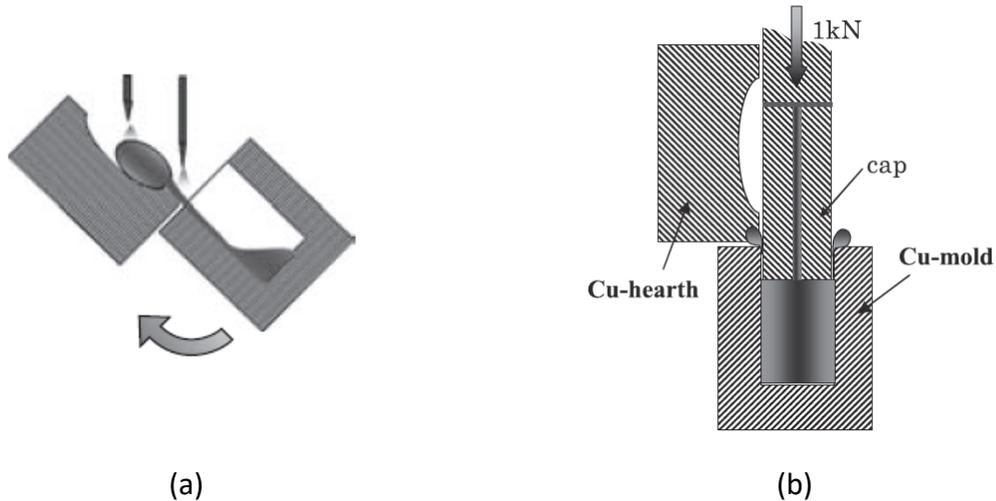


Figure I-5. Illustrations des méthodes de synthèse des verres métalliques de Yokoyama : (a) Coulage par inclinaison (tilt casting method) [Yokoyama et al. 2002], (b) Trempe en moule à « chapeau » (cap-cast Technique) [Yokoyama et al. 2007]

[Yokoyama et al. 2002] a élaboré le verre $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) par la technique du coulage par inclinaison (tilt casting method). Les lingots (barreaux) d'alliage maître sont obtenus en fondant ensemble les métaux *Zr*, *Cu*, *Al* et *Ni* par arc électrique (Figure I-4-b) dans une atmosphère d'argon. Pour empêcher toute oxydation, un zirconium ultra-pur (<0,05% d'oxygène) est utilisé. Le lingot d'alliage maître est ensuite complètement refondu pour l'homogénéiser, puis coulé par inclinaison dans un moule parallélépipédique ($5 \times 10 \times 55 \text{ mm}^3$) inséré dans le four à arc (arc-furnace) (Figure I-5-a).

En modifiant la technique de coulage par inclinaison (tilt casting method), [Yokoyama et al. 2007] [Yokoyama et al. 2009] a développé la technique de trempe en moule à « chapeau » (Cap-Cast Technique) pour élaborer des bruts de dimensions plus importantes que [Yokoyama et al. 2002]. Cette technique consiste à venir refermer la partie supérieure du moule de cuivre par un chapeau métallique (Figure I-5-b). Afin d'assurer un bon contact avec l'alliage en fusion, une légère pression ($\sim 1 \text{ kN}$) est

appliquée sur le chapeau afin qu'il pénètre légèrement dans le moule. Ce nouveau dispositif permet d'obtenir une vitesse de trempe élevée, non seulement sur les côtés et le fond de la pièce par contact avec le moule, mais également dans sa partie supérieure grâce au bouchon en cuivre. Il permet ainsi d'élaborer des cylindres de verre métallique de diamètre compris entre 16 et 30 mm [Yokoyama et al. 2007], voire même 32 mm (Figure I-6-a) [Yokoyama et al. 2009].

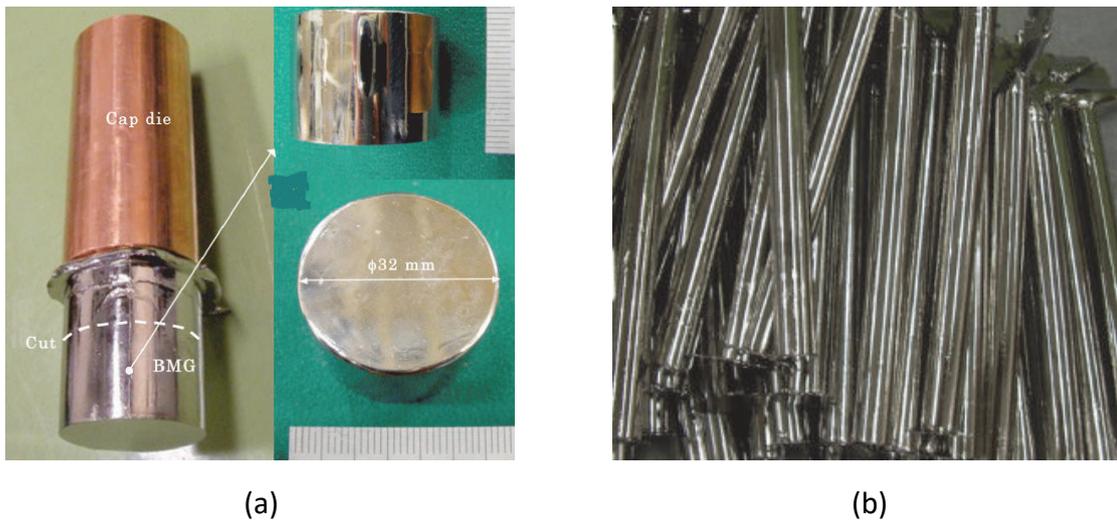


Figure I-6. Verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) : (a) Forme cylindrique de diamètre 32 mm synthétisée en moule à « chapeau » [Yokoyama et al. 2009] , (b) Barreaux fabriqués par le système automatisé [Yokoyama 2015]

1.3.3. Automatisation du système de synthèse de Yokoyama

Afin d'augmenter la reproductibilité de l'élaboration des verres, [Yokoyama 2015] a développé un système de fabrication automatisé qui permettra, à terme, la standardisation et l'industrialisation de cet alliage amorphe. Les barreaux de verre métallique de la Figure I-6-b sont issus de ce système automatisé. Ce procédé comprend les trois étapes principales des procédés décrites précédemment (pesage, pré-alliage et trempe), mais elles sont ici réalisées au moyen d'actionneurs et de capteurs permettant de maîtriser au mieux les mouvements, et donc chaque action. L'ensemble est piloté automatiquement par un ordinateur équipé de LabVIEW (National Instruments Company). Pour minimiser la contamination par l'oxygène, du zirconium hautement purifié (procédé Van-Arkel-de-Boer de purification du Zr par iodure) de concentration en oxygène de 300 ppm en masse, a été utilisé. En outre, une fusion

préliminaire, visant à favoriser le dégazage, a été pratiquée sur les éléments Cu, Ni et Al afin de réduire leur concentration en hydrogène. Pour éviter la formation d'intermétalliques nuisibles, un mélange préliminaire des éléments Cu, Ni et Al est réalisé avant la fusion finale de l'ensemble des éléments pour obtenir l'alliage maître. A l'issue de cette étape, la surface de l'alliage maître est quasiment vitrifiée, le préservant ainsi de possibles contaminations. La qualité de l'alliage maître est d'ailleurs facilement vérifiable à l'œil nu suivant l'aspect « miroir » ou non de sa surface.

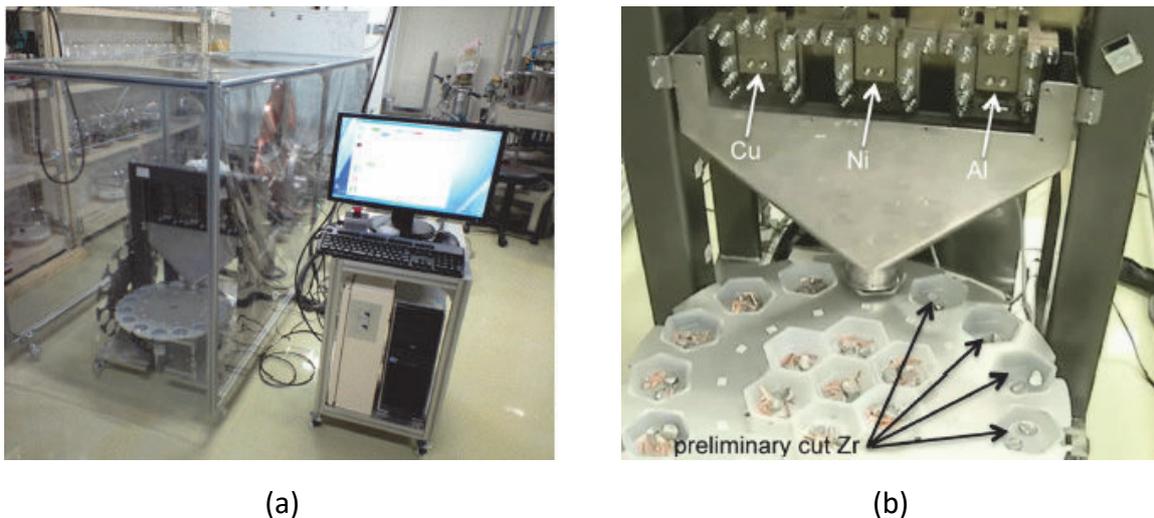


Figure I-7. Machine de pesage automatique : (a) Vue globale du système
(b) vue précise du système de pesage automatique et morceaux de métaux
Cu, Al et Ni [Yokoyama 2015]

Le pesage se fait à l'aide d'un système automatisé composé d'une machine de pesage (Figure I-7-a). Dans celle-ci, l'alimentation, la découpe et le pesage de trois des matières premières (*Cu, Ni, Al*) sont pilotés par ordinateur (Figure I-7-a). En raison de sa haute résistance mécanique, le *Zr* est difficile à découper avec précision. Il est donc découpé le premier puis placé dans un cercle de pesage comme représenté dans la Figure I-7-b. Les masses de *Cu, Ni* et *Al*, ajoutées ensuite, sont alors ajustées en fonction de celle du *Zr* pour obtenir la composition souhaitée avec une précision convenable. L'erreur de mesure de pesage est inférieure à 1% par rapport au poids total de l'alliage maître (environ 30 g).

Au cours de l'étape de pré-alliage, les alliages maîtres sont obtenus en fondant les métaux pesés dans une atmosphère d'argon par fusion par arc (Figure I-5-a). Afin d'augmenter l'homogénéité de l'alliage fondu, l'arc électrique est généré par un courant sinusoïdal. Celui-ci impose un mouvement d'oscillation harmonique à l'alliage en

fusion, ce qui entraîne un effet de mélange, inexistant dans la méthode de fusion par arc classique. Le schéma de la [Figure I-8](#) illustre ce système.

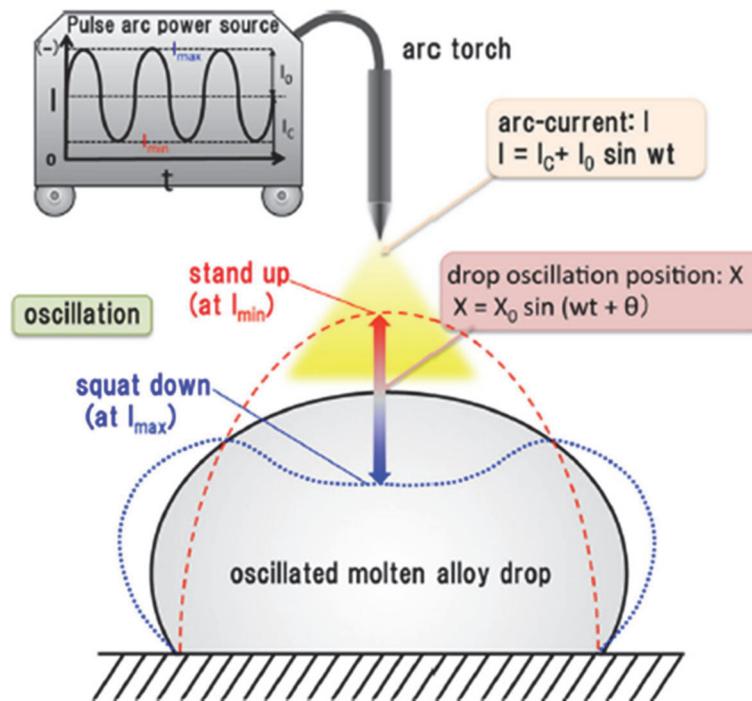


Figure I-8. Illustration du mouvement d'un alliage fondu soumis à un arc électrique généré par un courant sinusoïdal [[Yokoyama 2015](#)][[Erno 2012](#)]

1.3.4. Influence des procédés de fabrication sur la structure des verres

On dispose donc d'un grand nombre de méthodes d'élaboration pour créer un même verre. Ce constat suscite assez naturellement la question suivante :

« Deux verres de même composition, mais issus de deux modes de fabrication différents, auront-ils les mêmes caractéristiques mécaniques ? »

Pour y répondre, on peut commencer par préciser que la qualité des verres synthétisés est liée à deux facteurs principaux. Le premier est la pureté des métaux servant à élaborer l'alliage maître. Le deuxième est la méthode de fabrication.

Il faut savoir que le comportement mécanique des verres métalliques massifs à base de zirconium est très sensible à la présence d'oxygène. Elle entraîne en général une

fragilisation du verre [Yokoyama et al. 2002]. Plusieurs méthodes visant à minimiser la concentration en oxygène dans ces alliages amorphes sont proposées. Elles consistent, en premier lieu, à utiliser comme matières premières des métaux de grande pureté, surtout pour le zirconium. Rappelons que pour limiter l'oxydation, Yokoyama a utilisé un zirconium ultra-pur (barreau de zirconium cristallin avec moins de 0,005% d'oxygène [Yokoyama et al. 2002]) et un zirconium avec une teneur en oxygène de moins de 45 ppm [Yokoyama et al. 2007], [Yokoyama et al. 2009] dans la fabrication de ses verres métalliques. Mais, après 2010, le zirconium ultra-pur n'est plus utilisé. Les verres métalliques sont alors fabriqués par le système automatisé avec un zirconium purifié à l'iodure (Procédé Van-Arkel-de-Boer) qui contient environ 300 ppm d'oxygène [Yokoyama 2015].

Pour les verres métalliques à base de zirconium, les inclusions cristallines se forment facilement dans les alliages à l'état fondu par la nucléation hétérogène et/ou par la présence d'impuretés, à savoir l'oxygène, le chlorure de magnésium etc. [Yokoyama et al. 2004]. Il convient donc de contrôler avec précautions le processus de pré-alliage, c'est-à-dire la fusion des métaux avant la trempe.

Le mécanisme de formation des particules cristallines est illustré, pour l'alliage ternaire Zr-Cu-Al, par la Figure I-9. Le faible taux de croissance des phases cristallines disparaît lorsque l'alliage fondu absorbe un excès d'oxygène ou de dichlorure de magnésium. Dans ces conditions, les particules cristallines croissent, comme dans la région oxydée de la Figure I-9-b et le long des défauts de coulée (cold shuts) de la Figure I-9-c. Parmi ces inclusions cristallines, la phase τ_5 (Figure I-9-d) est la plus préjudiciable à la GFA (glass-forming ability). En effet, il est difficile de les refondre ou de les dissoudre complètement en raison de leur température de fusion élevée.

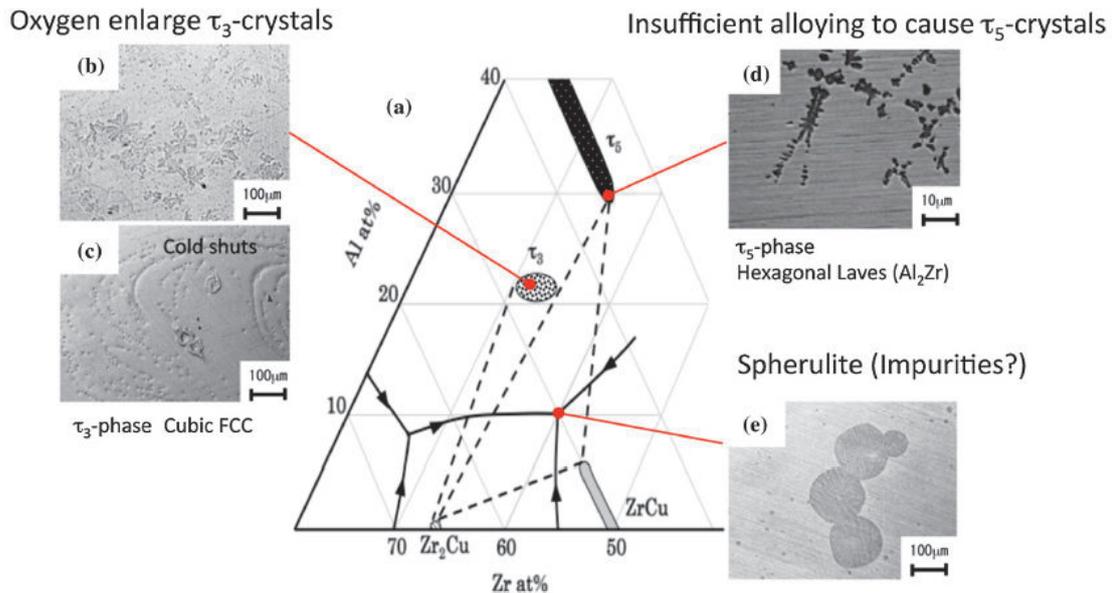


Figure I-9. Diagramme de phases de l'alliage ternaire Zr-Cu-Al et apparition des défauts cristallins dans la matrice de verre [Yokoyama 2015]

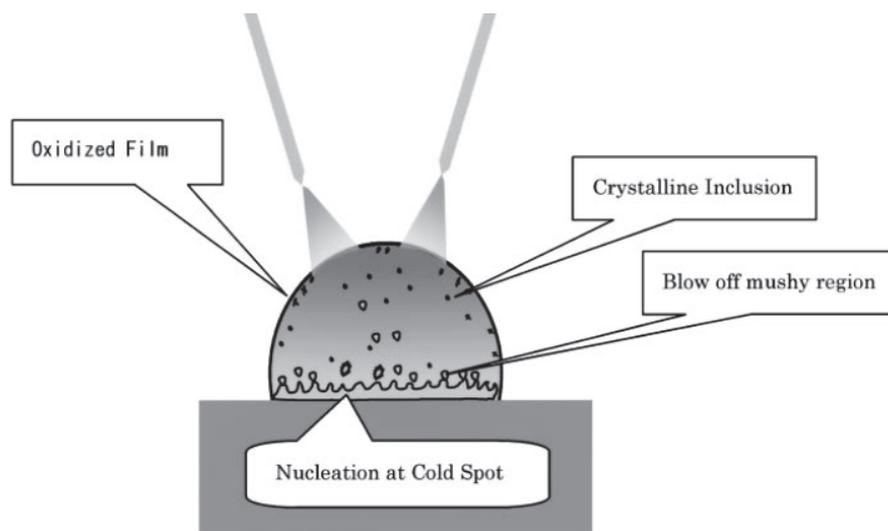


Figure I-10. Illustration du mécanisme de formation des inclusions cristallines lors de la phase de pré-alliage par fusion à l'arc [Yokoyama et al. 2004]

Pendant la fusion par arc (Figure I-10), la base du lingot, en contact avec le support en cuivre refroidi, ne fond pas parfaitement (nous parlerons de région semi-solide). De plus, le point froid formé à l'interface entre l'alliage fondu et le support favorise la formation d'inclusions cristallines dans l'alliage fondu. Ces inclusions sont ensuite dispersées dans l'alliage fondu par convection thermique. Celles-ci peuvent fondre à

nouveau en remontant vers la partie supérieure du lingot qui, chauffée directement par l'arc, a une température plus élevée.

Les inclusions cristallines dans les verres métalliques à base de zirconium sont classées en 3 types, suivant leur morphologie :

- inclusions cristallines sous la forme de dendrites micrométriques formées aux points froids en bas du lingot.
- inclusions cristallines sous la forme de sphères formées dans la zone semi-solide à la base du lingot.
- chaînes dendritiques formées dans la couche oxydée.

[Yokoyama et al. 2002] sont parvenus à fabriquer des verres métalliques massifs à base de zirconium sans défauts cristallins. Le même résultat a été obtenu en 2007 [Yokoyama et al. 2007] et 2009 [Yokoyama et al. 2009]. Le caractère parfaitement amorphe des verres synthétisés a été montré par la technique de diffraction des rayons X (aucun pic de Bragg) et par une analyse en microscopie électronique à transmission de haute résolution (HRTEM) au centre et à 10 mm de l'extrémité du brut cylindrique. L'image HRTEM (Figure I-11-b) présente le motif en « labyrinthe » typique des phases amorphes uniques, et aucune frange n'est discernable, même à une échelle nanométrique [Yokoyama et al. 2007], ce qui suggère que le verre synthétisé ne contient, en effet, aucune inclusion cristalline.

Par contre, les verres obtenus en 2004 présentent des inclusions sous la forme de dendrites micrométriques [Yokoyama et al. 2004]. Elles seront désignées dans la suite par « défauts dendritiques » ou « défauts dendrites » (Figure I-12-a).

Les résultats issus des travaux de [Vaillant et al. 2003] sur l'identification de ce type de défauts dans un verre de même nuance chimique ont montré que ces défauts sont liés à la présence d'oxygène. Ils ont capté tout l'oxygène de la matrice amorphe lors de leur formation [Keryvin et al. 2006].

Les verres synthétisés par le dispositif automatisé présentent des inclusions cristallines sous la forme de sphères (Figure I-12-b) [Yokoyama 2015]. Elles seront désignées par « défauts sphérulites ». L'origine de ces défauts n'est pas connue à l'heure actuelle.

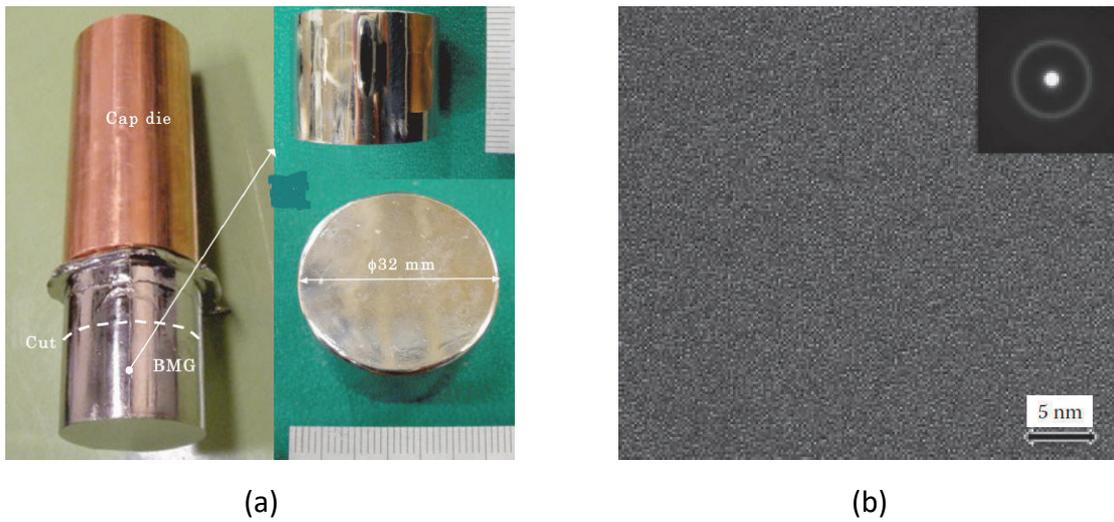


Figure I-11. Verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) : (a) sous forme cylindrique de diamètre 32 mm synthétisés en moule à « chapeau » [Yokoyama et al. 2009] , (b) Image HRTEM prise au centre et à 10 mm de l'extrémité du brut [Yokoyama et al. 2007]

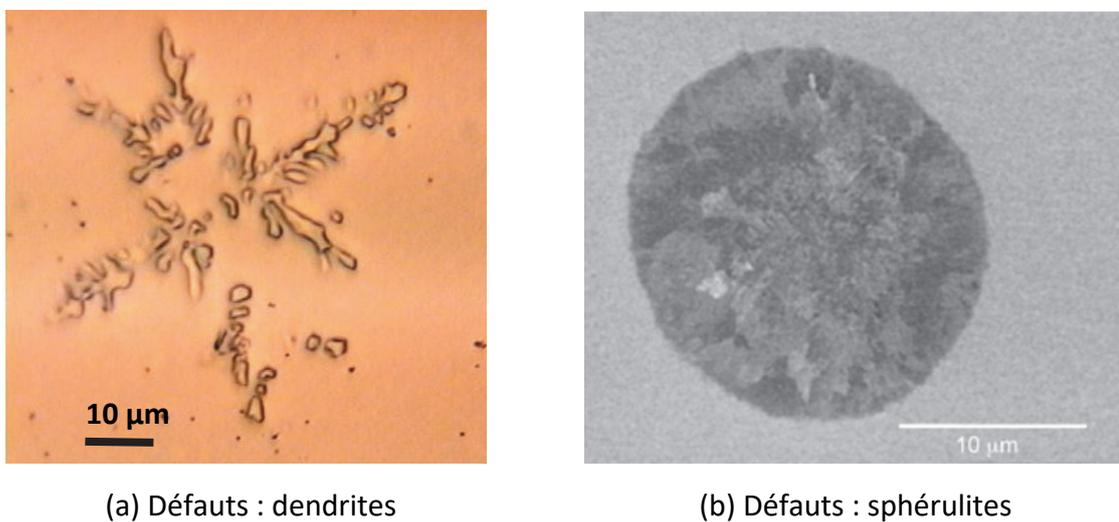


Figure I-12. Observation au MEB des défauts présents dans les verres $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) : (a) Défauts dendrites [Keryvin et al. 2006], (b) Défauts sphérulites [Yokoyama 2015]

1.4. Propriétés mécaniques

Le verre, tel qu'il est employé dans le langage courant, est connu pour être fragile à température ambiante. La fragilité, décrite dans la vie quotidienne par le fait qu'un petit choc est capable de briser un objet en morceaux, s'applique bien aux verres à base de silice. Cette définition n'est plus vraiment valable pour les verres métalliques, qui possèdent souvent des propriétés mécaniques bien supérieures à celles des matériaux conventionnels. Beaucoup de propriétés mécaniques des alliages ordinaires dépendent des défauts de leur réseau cristallin, comme les dislocations, les joints de grains, les lacunes, etc... De par leur structure amorphe, les verres métalliques sont dépourvus de structure cristalline et, a fortiori, exempts de tels défauts. Ils présentent, par conséquent, des propriétés mécaniques profondément différentes de celles des alliages cristallins.

La [Figure I-13](#) permet de comparer la limite d'élasticité et le module de Young de différents métaux et alliages. Les verres métalliques (en gris) se distinguent par leur position au-dessus de la zone la plus peuplée [\[Ashby & Greer 2006\]](#). Ils possèdent à la fois une rigidité convenable, inférieure de ~20% aux équivalents cristallins, et une limite d'élasticité en contrainte, autour de 2 GPa, deux fois supérieure à celle des alliages de titane et de fer. Il s'agit d'une valeur plus proche de la résistance théorique ($\sigma_y = E/20$), symbolisée par la zone grisée, que celles de tous les autres matériaux.

Les verres métalliques possèdent également un domaine de déformation élastique très étendu. En effet, un plus faible module de Young et une haute limite d'élasticité en terme de contrainte leur procurent une limite d'élasticité en terme de déformation (σ_y/E) plus importante que celle des métaux cristallins. La limite d'élasticité en déformation des verres métalliques est de l'ordre 2% en général [\[Ashby & Greer 2006\]](#), [\[Wu et al. 2014\]](#), et plus de 6% dans certains cas [\[Jiang et al. 2012\]](#) ([Figure I-14](#)).

La [Figure I-14](#) présente aussi la haute résistance des verres métalliques qui est supérieure à celle des aciers, et comparable à celle des fibres de céramique. La valeur la plus élevée peut être à supérieure 5 GPa pour les bases fer [\[Ashby & Greer 2006\]](#).

Sur la [Figure I-13](#), il est aussi intéressant d'observer les lignes inclinées représentant la résilience (capacité à stocker et à restituer l'énergie élastique quantifiée par σ_y^2/E). Les verres métalliques possèdent une résilience plus élevée que tous les autres matériaux, et donc, une aptitude à stocker puis restituer une quantité considérable d'énergie élastique. A titre d'exemple, pour les bases zirconium, la résilience est de l'ordre de 100 kJ/m³ [\[Ashby & Greer 2006\]](#).

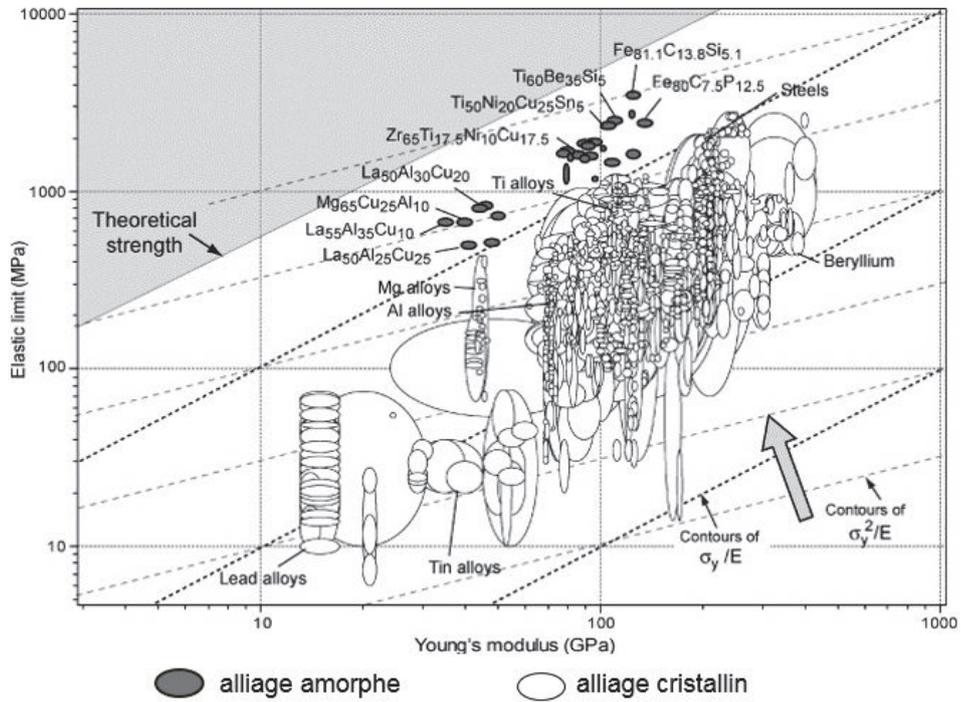


Figure I-13. Limite d'élasticité, σ_y , et module de Young, E , des métaux et alliages [Ashby & Greer 2006]

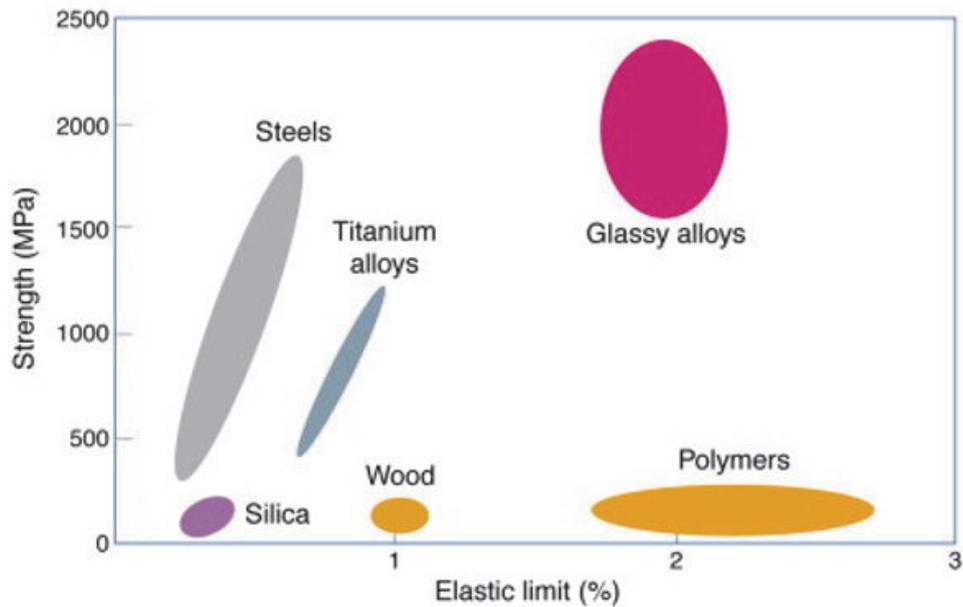


Figure I-14. Résistance et limite d'élasticité de certaines familles de matériaux [Telford 2004]

La ténacité (résistance à la propagation de fissure) est une autre propriété intéressante des verres métalliques. Certains verres métalliques possèdent une ténacité qui s'approche de celles des métaux les plus tenaces, malgré leur ductilité macroscopique proche de zéro [Kim et al. 2009]. Pourtant dans la littérature, la ténacité des verres métalliques massifs peut prendre des valeurs comprises entre $2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les bases fer [Lewandowski et al. 2005] et $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les bases zirconium [Launey et al. 2008], [Kim et al. 2009]. Autrement dit, elle varie entre celle des céramiques fragiles et celle des métaux tenaces (Figure I-5).

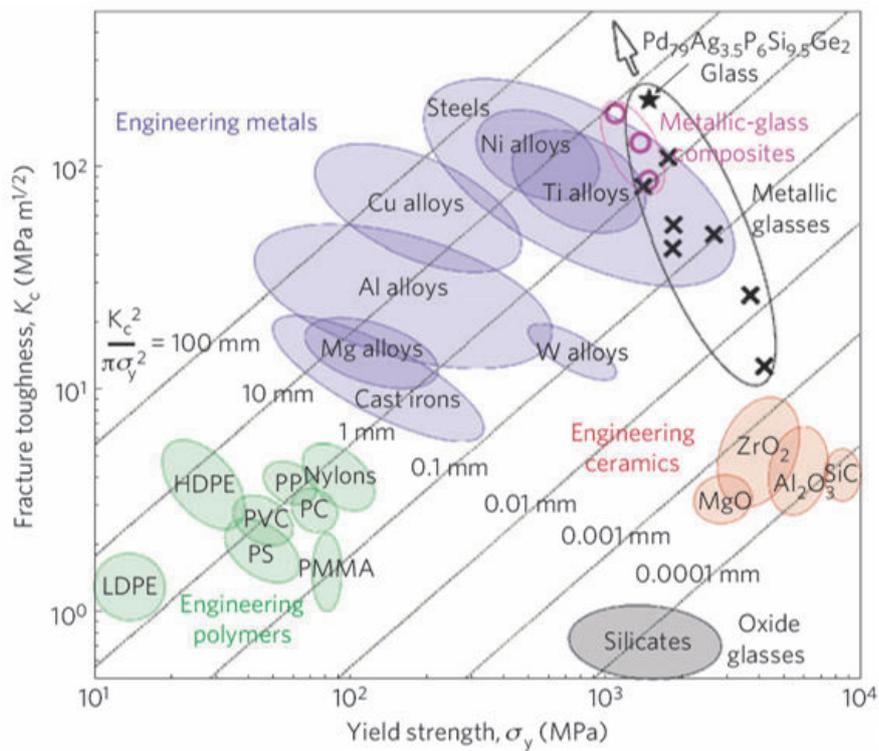


Figure I-15. Ténacité K_c et limite d'élasticité σ_y de certaines familles de matériaux [Demetriou et al. 2011]

Sur la Figure I-5, les lignes inclinées représentent la taille de la zone plastique, notée r_y . Il s'agit du rayon de la zone plastique en pointe de fissure. Il est donné par

$$r_y = \frac{K_c^2}{\pi\sigma_y^2} \quad (I-1)$$

où r_y est le rayon de la zone plastique en contraintes planes, K_c la ténacité en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ et σ_y la limite d'élasticité en MPa .

Si cette zone plastique est trop petite par rapport à l'éprouvette, la rupture sera brutale (fragile). Dans le cas contraire, la rupture sera ductile. Nous comprenons alors l'importance de ce paramètre dans le dimensionnement des structures, où l'on privilégie souvent l'écoulement plastique à la rupture fragile. Malgré leur ténacité élevée, due à leur haute limite d'élasticité, le rayon de zone plastique de certains verres métalliques est très petit. Il est, par exemple, inférieur à $10\ \mu\text{m}$ pour le verre $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{16}\text{B}_6$ [Ashby & Greer 2006].

Les comportement et propriétés mécaniques des verres métalliques présentent une forte dépendance à la température. En effet, il s'agit de matériaux parfaitement fragiles, *i.e.* sans déformation plastique à l'échelle macroscopique, à température ambiante ($T < T_g$) pour les sollicitations homogènes. La déformation des verres métalliques, dans ce cas, se fait de manière hétérogène par la formation de bandes de cisaillement extrêmement localisées qui se propagent rapidement. Cette propagation entraîne une rupture brutale ou rupture fragile. C'est un grand obstacle à leur industrialisation. Par contre, à haute température ($T > T_g$), le verre métallique devient un matériau ductile qui se comporte comme un liquide surfondu visqueux présentant une superplasticité (déformation plastique supérieure à 100%) sans formation de bande de cisaillement. Le mode de déformation est alors qualifié d'homogène. Ce comportement à chaud intéresse tout particulièrement le monde industriel, car il ouvre des perspectives de mise en forme en température très prometteuses.

1.5. Applications de structure

Malgré leurs propriétés mécaniques exceptionnelles, les verres métalliques tardent à trouver de larges applications industrielles. Depuis des décennies, les principaux freins à leur essor résident dans leur synthèse, toujours délicate, et la taille des bruts, toujours trop petite. Toutefois, la découverte de nuances de verres métalliques pouvant être coulés sous forme massive leur ouvre de nouveaux horizons. Ils peuvent désormais être envisagés comme des matériaux de structure. Voici quelques exemples d'applications.

Ressorts : La capacité des verres métalliques à stocker et restituer une grande quantité d'énergie élastique par l'unité de volume (ou de masse) fait de ces matériaux de bons candidats pour la fabrication de ressorts. Leur haute limite d'élasticité et leur faible module d'Young permet de produire des ressorts à la fois plus courts et plus fins que leurs équivalents en alliages cristallins. Leur utilisation comme des ressorts de soupape (Figure I-16) dans les automobiles, par exemple, pourrait permettre de réduire

le poids des engins en diminuant la tête de cylindre (environ 4 kg en moins en remplaçant les ressorts en acier Si-Cr par des ressorts en verre métallique à base de zirconium ou titane). Ce gain de poids entrainerait indirectement une réduction de la consommation en carburant.

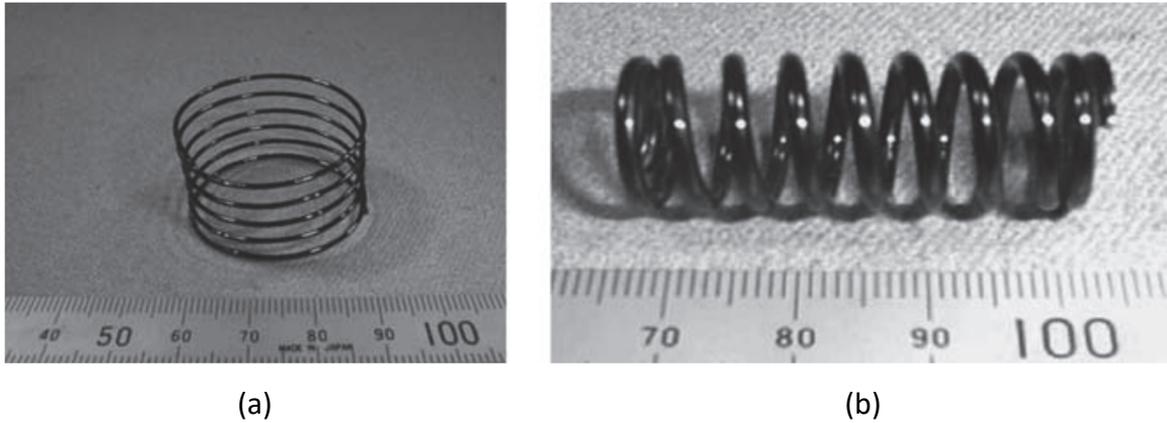


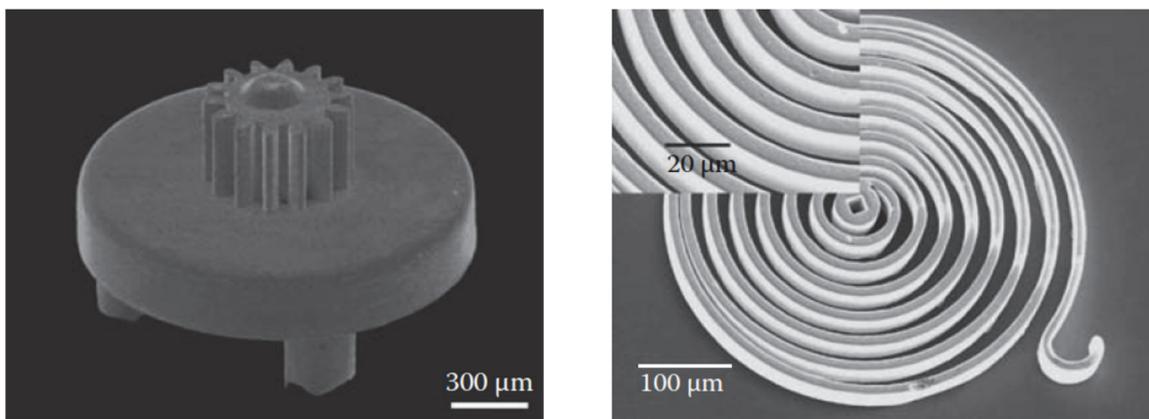
Figure I-16. Ressorts hélicoïdaux en $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) produits par l'enroulement de fils de diamètre : (a) 1 mm, (b) 2 mm [Son et al. 2007]



Figure I-17. Articles de sports : (a) Clubs de golf en verres métalliques à base de zirconium [http://web.ornl.gov], (b) Batte de baseball [Telford 2004], (c) Raquette de tennis en Vitreloy™ fabriquée par la société Liquidmetal Technologies [http://liquidmetal.com]

Articles de sports : Certains articles de sports en verre métallique exploitent également cette capacité à restituer une grande quantité d'énergie élastique : clubs de golf, battes de baseball, raquettes, skis ... (Figure I-17). Les clubs de golf en verres métalliques à base de zirconium sont deux fois plus durs et quatre fois plus élastiques que ceux en alliage de titane. Le rebond obtenu avec les battes de baseball et raquettes de tennis en Vitreloy (fabriquées par la société Liquidmetal Technologies) est plus important qu'avec les mêmes articles fabriqués en alliage de titane.

Micro et nano systèmes : Comme ils ne comportent pas de grains, contrairement à leurs équivalents cristallins, les verres métalliques sont des matériaux idéaux pour les applications à très petite échelle. En effet, l'absence d'ordre à longue distance dans leur structure atomique leur assure un comportement isotrope même à l'échelle nanométrique. Il en va de même pour leur homogénéité, puisqu'ils sont dépourvus de joint de grain. Si l'on ajoute à cela une dureté élevée, une aptitude à la ductilité inversement proportionnelle aux dimensions de la pièce et un comportement superplastique en température, on comprend que les verres métalliques soient de bons candidats pour la fabrication de micro-pièces avec une grande précision, un bon état de surface et de bonnes propriétés mécaniques. Le micro-engrenage en verre $\text{Ni}_{53}\text{Nb}_{20}\text{Zr}_8\text{Ti}_{10}\text{Co}_6\text{Cu}_3$ (Figure I-18-a), fabriqué par groupe de Ishida par la technique du moulage sous pression [Ishida et al. 2004], en est une belle illustration. Autre exemple, le micro-ressort en verre $\text{Zr}_{44}\text{Ti}_{11}\text{Cu}_{10}\text{Ni}_5\text{Be}_{25}$ (at. %) (Figure I-18-b), mis en forme par formage thermoplastique [Schroers et al. 2007].



(a)

(b)

Figure I-18. Micro et nano pièces en verre métallique : (a) Micro-engrenage en verre métallique à base de Ni [Ishida et al. 2004], (b) Micro-ressorts à base de Zr [Schroers et al. 2007]

Articles de mode : Le comportement superplastique qu'adoptent les verres métalliques pour des températures supérieures à leur T_g facilite grandement leur mise en forme. Cette thermoplasticit  permet de fabriquer en peu d'op rations (parfois une seule) des pi ces de g om tries complexes avec de tr s bons  tats de surface. Les alliages amorphes poss dent d'autres qualit s recherch es dans la confection d'articles de mode : une duret   lev e, une bonne r sistance   la corrosion et   l'usure. Ainsi, ces mat riaux sont d j  utilis s ou envisag s dans plusieurs produits   des fins esth tiques et m caniques : bo tier d'iPhone ou de cl  USB, stylos, montre et bijouterie (Figure I-19).



Figure I-19. Articles de mode partiellement en verres m talliques produits par la soci t  Liquidmetal Technologies : (a) Bo tier d'iPhone, (b) Cl  USB [<http://gizmodo.com>], (c) Montre OMEGA seamaster planet ocean 600m [<http://www.mensup.fr>]

Articles m dicaux : Les applications dans le domaine biom dical semblent accessibles dans un futur proche. Les verres m talliques   base de titane, zirconium et magn sium ont, en effet, un comportement m canique proche des os humains : haute r sistance, haute limite d' lasticit  et faible module d'Young. Leur bonne r sistance   la corrosion constitue un autre atout, et l' l ment titane est r put  pour sa biocompatibilit  [[Liu et al. 2009](#)][[Zberg et al. 2009](#)][[Axinte 2012](#)]. R cemment, les bases Zr ont  galement montr  une bonne biocompatibilit . Leur cytotoxicit  et leur viabilit  cellulaire sont meilleures que celles de l'alliage Ti6Al4V d j  tr s utilis  dans ce domaine [[Liu et al. 2009](#)]. Les bases Mg font partie des meilleurs candidats pour l'implantation biom dicale. La fabrication d'endoproth ses vasculaires (stents) (Figure I-20-a), de vis ou de broches pour fracture osseuse (Figure I-20-b) sont des exemples tr s convaincants dans ce domaine d'applications. D'autres applications s'appuyant sur leur haute r sistance, leur grande duret  et leur facilit  de mise en forme concernent des instruments m dicaux tels que les lames de scalpel et rasoirs chirurgicaux (Figure I-20-c) [[Huang et al. 2009](#)] [[Telford 2004](#)].

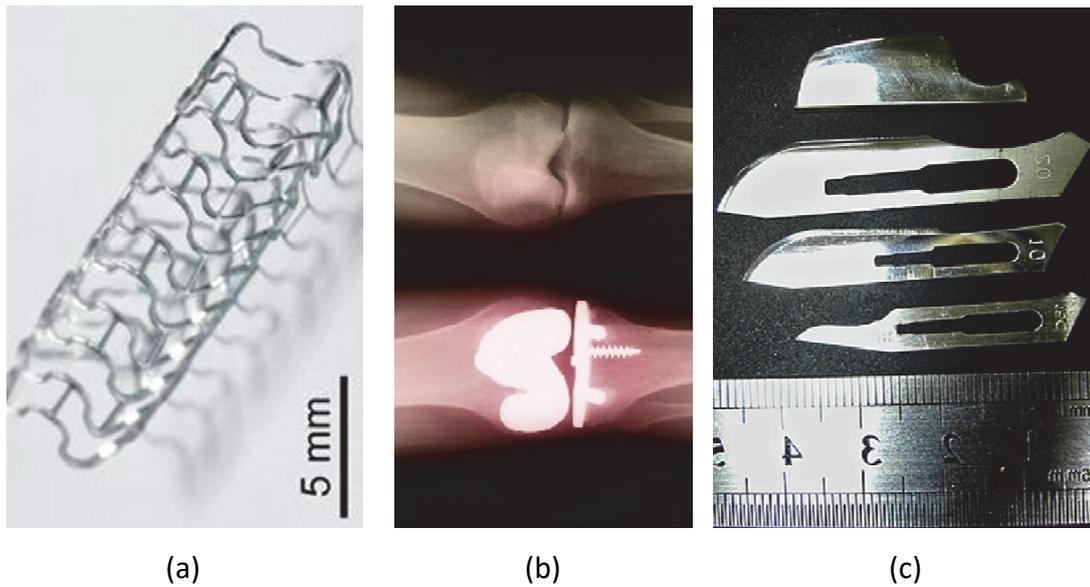


Figure I-20. Applications médicales : (a) Endoprothèse vasculaire (stent) en verre métallique à base de Mg [<http://www.metphys.mat.ethz.ch> n.d.], (b) Vis dans des os humains vue par radiologie [<http://physicsworld.com>], (c) Rasoirs chirurgicaux en verre métallique à base de Zr [Huang et al. 2009]

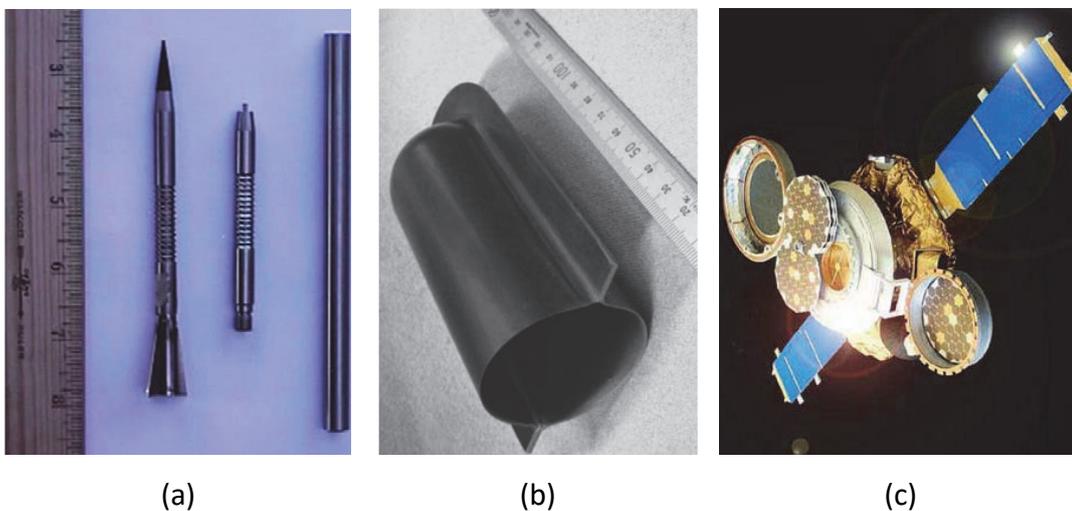


Figure I-21. Articles militaires et aérospatiaux en verres métalliques : (a) Pénétrateurs à énergie cinétique, (b) Couverture de bec de sécurité d'avion [Suryanarayana & Inoue 2011], (c) Sonde spatiale Genesis équipée de collecteurs de particules de vent solaire [<http://www.jpl.nasa.gov>]

Défense et aérospatial : Les verres métalliques satisfont également aux besoins des domaines militaire et aérospatial. De plus en plus d'armements mettent à profit les verres métalliques pour gagner en puissance, en légèreté ou en efficacité à haute température et à haute contrainte. Par exemple, des tiges composites en verres

métalliques à base de zirconium (Figure I-21-a) remplacent des alliages d'uranium et tungstène appauvris dans des pénétrateurs à énergie cinétique pour percer les blindages. Autre exemple, certaines couvertures de bec de sécurité (Slat track cover) d'avion, fabriquées par l'assemblage de deux pièces identiques, sont en verre métallique à base de titane ou de zirconium (Figure I-21-b). Pour finir, citons les collecteurs de particules de vent solaire fabriqués par le California Institute of Technology composés de plaques de verres métalliques à base de zirconium (Figure I-21-c).

2. Modèles de déformation

En raison du caractère majoritairement métallique de leurs liaisons atomiques, la déformation des verres métalliques est accommodée par des changements de voisinage atomique. La liaison atomique peut être rompue et reformée à l'échelle atomique sans trop d'obstacles. Cependant le réarrangement local des atomes des verres métalliques exige une énergie ou une contrainte relativement élevée. Il est en général admis que ce réarrangement atomique se produit sous forme, soit de glissement entre des groupes d'atomes, soit de sauts atomiques. Les modèles que nous allons décrire dans cette partie sont basés sur ces mécanismes élémentaires.

2.1. Saut atomique – Modèle de Spaepen

Le mécanisme de déformation basé sur la notion de volume libre, inspiré du modèle de la diffusion dans les liquides de [Cohen & Turnbull 1959], est appliqué par [Spaepen 1977] pour aborder la déformation dans les verres. Dans ce cas, la déformation est considérée comme une série de sauts atomiques discrets, puisqu'un atome peut se déplacer sous l'effet d'une contrainte de sa position atomique vers une zone de volume libre de taille suffisamment grande et se rééquilibrer [Schuh et al. 2007][Champion & Blétry 2009].

Ce processus de déformation est schématisé sur la Figure I-22 [Spaepen 1977]. Il est évidemment favorisé à proximité des endroits où réside une quantité élevée de volume libre. Les sauts atomiques nécessitent une certaine énergie d'activation du mouvement, ΔG^m . S'il n'y a pas d'effort extérieur, cet apport est obtenu par les fluctuations thermiques. Le nombre de sauts par-dessus la barrière d'activation est alors le même dans toutes les directions, c'est le mécanisme microscopique de base de la diffusion. Lorsqu'un effort extérieur, traduit sur le schéma par la contrainte de

cisaillement τ , est appliqué, des sauts se produisent plus fréquemment dans le sens de l'effort que dans le sens opposé. Cela aboutit à un flux d'atome effectif dans cette direction et représente le mécanisme de base de l'écoulement [Spaepen 1977].

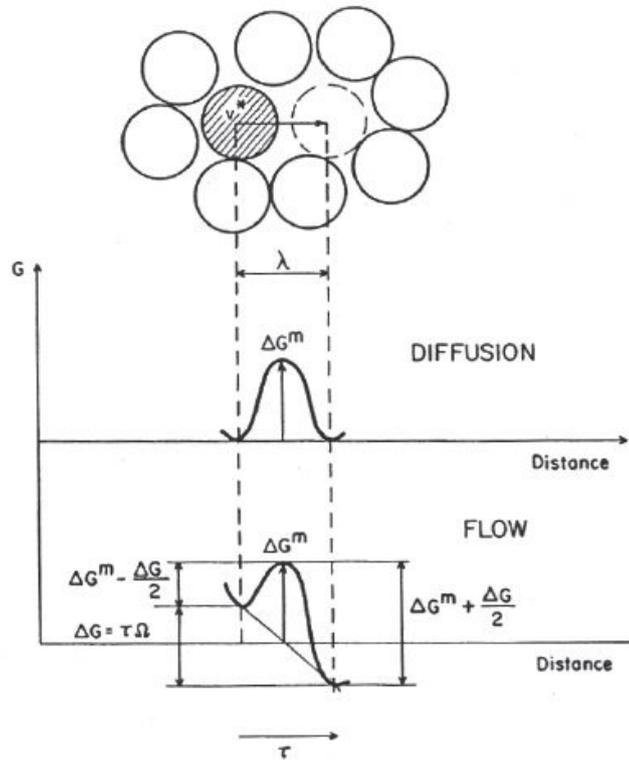


Figure I-22. Schéma représentatif de saut d'atome selon le modèle du volume libre [Spaepen 1977]

2.2. Zone de transformation par cisaillement – Modèle d'Argon

Utilisant la même description structurale, mais s'inspirant du mode de déformation des polymères, [Argon 1979] a proposé un modèle connu sous le nom de « *Zone de Transformation par Cisaillement* » (STZ : Shear Transformation Zone) dans lequel, sous l'effet d'une contrainte appliquée, un processus élémentaire de déformation se produit par le réarrangement spontané et coopératif d'un ensemble d'atomes (Figure I-23). Ce réarrangement est favorisé dans les régions contenant une quantité élevée de volume libre.

Cet auteur a simulé la déformation par STZ avec un tapis de bulles, chaque bulle jouant le rôle d'un atome. Ces observations ont permis de distinguer deux modes de glissement local thermiquement activé, schématisés dans la Figure I-23.

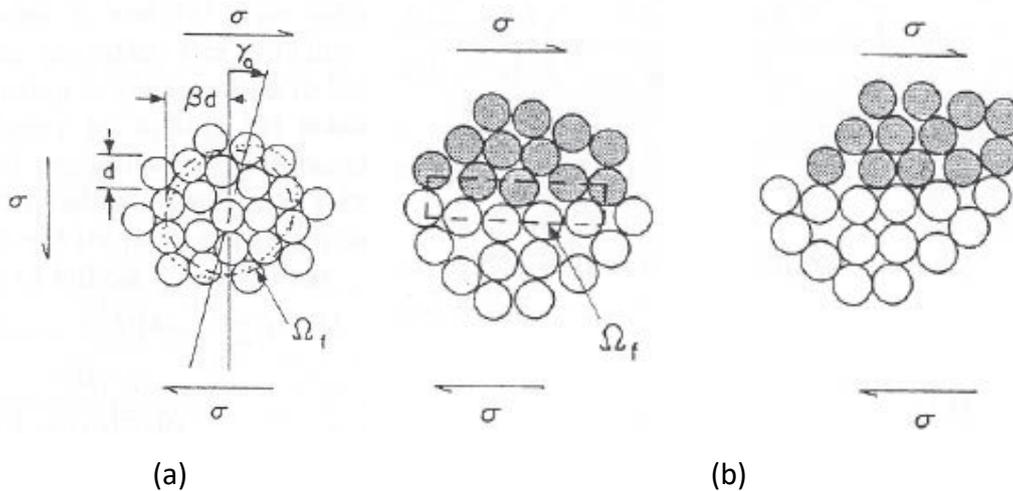


Figure I-23. Schéma représentatif du modèle Zone de Transformation par Cisaillement selon [Argon 1979]: (a) Réarrangement des atomes de type diffusif dans une zone sphérique de volume Ω_i , (b) Réarrangement des atomes à l'intérieur d'un disque mince dans le plan de glissement.

Une STZ se compose de quelques atomes (leur nombre pouvant aller jusqu'à 100 environ). Pour différents potentiels interatomiques et différents atomes, les simulations de dynamique moléculaire montrent que ces STZ sont une caractéristique commune à tous les verres métalliques, bien que leurs structures, leurs tailles ainsi que le niveau d'énergie de la STZ varient d'un verre métallique à l'autre [Schuh et al. 2007]. Les atomes d'une STZ subissent une distorsion inélastique de cisaillement d'une configuration d'énergie relativement faible vers une configuration identique passant par une configuration activée de volume et d'énergie plus élevés. Il est à noter que la STZ n'est pas un défaut structural de la matière, mais apparaîtra temporairement à l'état activé sous l'effet de la contrainte. Elle est définie par son état transitoire, sachant que l'observation de la structure à un instant unique ne permet pas d'identifier une STZ. Ce n'est que lors d'une variation de temps ou d'un état de déformation à l'autre que les STZ peuvent être mises en évidence [Champion & Blétry 2009].

Suivant la condition de température, deux modes de réarrangement des atomes dans une STZ peuvent être distingués. A une température élevée ($T > 0,9 T_g$), la transformation consiste en un réarrangement de type diffusion produisant un cisaillement local relativement faible dans une région de forme approximativement sphérique (Figure I-23-a). Par contre, à une basse température ($T < 0,9 T_g$), la transformation se produit dans une région très étroite autour d'un volume libre sous forme d'un disque ressemblant beaucoup à la nucléation d'une boucle de dislocation (Figure I-23-b). Dans ce cas, la déformation locale en cisaillement est relativement plus importante.

2.3. Bilan des deux modèles

Malgré leurs différences, ces deux mécanismes de réarrangement atomique, le processus impliquant des STZ d'[Argon 1979] d'un côté, et les sauts atomiques discrets de type diffusion de [Spaepen 1977] de l'autre, partagent de nombreuses caractéristiques communes qui sont cruciales dans la compréhension de la déformation macroscopique des verres métalliques. [Schuh et al. 2007] proposent d'ailleurs une comparaison de ces deux modèles dans le bilan suivant :

- Premièrement, les deux mécanismes reposent sur un système à deux états : l'état qui précède le saut atomique, ou le processus STZ, et l'état qui en découle. Et ceux-ci peuvent se produire successivement à la même position. Ce comportement a des répercussions sur la rhéologie de l'écoulement du verre, mais aussi sur sa déformation anélastique ou cyclique.
- Deuxièmement, les deux mécanismes sont activés thermiquement et présentent une échelle d'énergie similaire ; la résistance et la nature de l'écoulement dépendent clairement de la température, et peuvent être évaluées par la théorie de transition d'état relative aux processus activés thermiquement.
- Troisièmement, les deux mécanismes présentent un caractère dilatant. C'est non seulement une dilatation transitoire liée à la configuration en point-selle, mais on peut aussi supposer une augmentation semi-permanente du volume libre qui s'accumulerait localement à l'issue du réarrangement atomique. Cette dilatation a des conséquences importantes sur la localisation de l'écoulement et l'influence de la pression sur les propriétés mécaniques.

Dernier point commun de ces deux mécanismes de réarrangement : actuellement, l'un ou l'autre permet à lui seul d'expliquer les caractéristiques de base de la déformation sur toutes les gammes de températures, de vitesses de déformation et de structures de verre connues. Quel que soit le processus considéré (STZ ou de saut atomique), il peut se produire de façon homogène dans toute la pièce, ou dans une zone réduite (bande localisée). Bien que ces deux types de réponses macroscopiques (homogène et hétérogènes) soit très différentes, le mécanisme de déformation unitaire reste le même. L'importance de cette propriété s'apprécie mieux par une comparaison avec les matériaux cristallins. En effet, dans les solides polycristallins, de nombreux mécanismes atomistiques très différents (en énergie et temps caractéristiques, en taille, ...) sont en compétition. De plus, en fonction de la structure cristalline, de la température ou de la vitesse de déformation, tel ou tel mécanisme sera privilégié.

Evidemment, compte tenu de la distribution complexe des états locaux dans un verre métallique, les mécanismes de déformation pris indépendamment devraient être très divers (dispersion importante des tailles et des énergies caractéristiques). Toutefois, ces distributions complexes sont souvent remplacées par leurs valeurs moyennes pour faciliter la discussion. Il a d'ailleurs été proposé qu'une STZ de taille unique et critique puisse être universelle pour de nombreux systèmes.

3. Elasticité et anélasticité

3.1. Elasticité

Un verre métallique se comporte comme un matériau élastique linéaire isotrope à température ambiante ($T < T_g$), sous pression atmosphérique et pour une vitesse de déformation faible (régime quasi-statique). Les deux principaux paramètres élastiques liés à ce type de comportement sont le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν .

Le module d'Young (E) des verres métalliques, déjà cité au paragraphe 1.4, est typiquement inférieur de $\sim 20\%$ à leurs équivalents cristallins. A titre d'exemple, $E \sim 30$ GPa pour les bases Ce, $E \sim 85$ GPa pour les bases Zr et $E \sim 195$ GPa pour les bases Fe [Champion & Blétry 2009].

En l'absence de défaut de type dislocation, une plasticité localisée se produit dans les verres métalliques à des niveaux élevés de contrainte qui sont assez proches de la contrainte théorique de rupture. Cette contrainte à la rupture ou limite d'élasticité en terme de contrainte, σ_y , peut prendre les valeurs suivantes :

$$\left(\frac{E}{70} < \sigma_y < \frac{E}{40} \right). \quad (1-2)$$

On donne, à titre d'exemple, la valeur de la contrainte de rupture de quelques verres métalliques : $\sigma_y = 0,65$ GPa pour les bases Ce, $\sigma_y = 2$ GPa pour les bases Zr et $\sigma_y = 4,2$ GPa pour les bases Fe [Champion & Blétry 2009]. Par conséquent, les verres métalliques peuvent supporter une déformation élastique très étendue sans apparition de plasticité apparente (plasticité macroscopique). En considérant les valeurs de contrainte et de module d'Young ci-dessus, on obtient une limite d'élasticité en terme de déformation de l'ordre de 2% [Johnson & Samwer 2005].

Comme la structure des verres métalliques est proche de celle d'un liquide surfondu dense, le faible espace entre atomes leur confère une très faible compressibilité. La déformation axiale est, par conséquent, fortement transmise latéralement. Le verre métallique est ainsi peu compressible ou quasi incompressible et son coefficient de Poisson est plus élevé que celui des alliages cristallins. Le module de compressibilité des verres métalliques est typiquement 6 % inférieur à celui des alliages cristallins de compositions similaires [Schuh et al. 2007]. Le coefficient de Poisson pour la plupart des verres métalliques est de l'ordre de 0,3 à 0,4 [Rouxel et al. 2008].

Un faible module d'Young associé à un coefficient de Poisson important induit un module de cisaillement faible. Le module de cisaillement des verres métalliques est 30% plus faible que leurs équivalents cristallins [Knuyt et al. 1986]. Leur réponse différente à une contrainte de cisaillement s'explique par l'influence de l'environnement atomique local sur le réarrangement des atomes [Weaire et al. 1971]. En effet, les verres métalliques sont moins denses que leurs équivalents cristallins et l'espace entre les atomes y est donc plus important. Si, dans les alliages cristallins, chaque atome subit un déplacement induit par la déformation macroscopique, pour les verres métalliques, ce n'est pas le cas. Nous allons détailler cette réponse au cisaillement, si particulière aux verres métalliques, dans la partie « anélasticité » qui suit.

3.2. Anélasticité

Dans les verres métalliques, une contribution anélastique non négligeable de la déformation peut se produire. Il s'agit d'une fraction de déformation recouvrable lors du déchargement, mais avec un retard (Figure I-24).

Ce phénomène peut s'expliquer à l'échelle de STZ composées de quelques dizaines d'atomes (Figure I-24). En effet, certains atomes se trouvent dans les régions où la topologie locale est instable. Dans ces régions, la contrainte de cisaillement peut permettre non seulement les déplacements atomiques, mais aussi un réarrangement anélastique des atomes voisins [Schuh et al. 2007]. Bien que les d'atomes associés à ces événements soient moins nombreux, le cumul de ces déformations anélastiques locales est suffisamment important pour affecter significativement la déformation macroscopique.

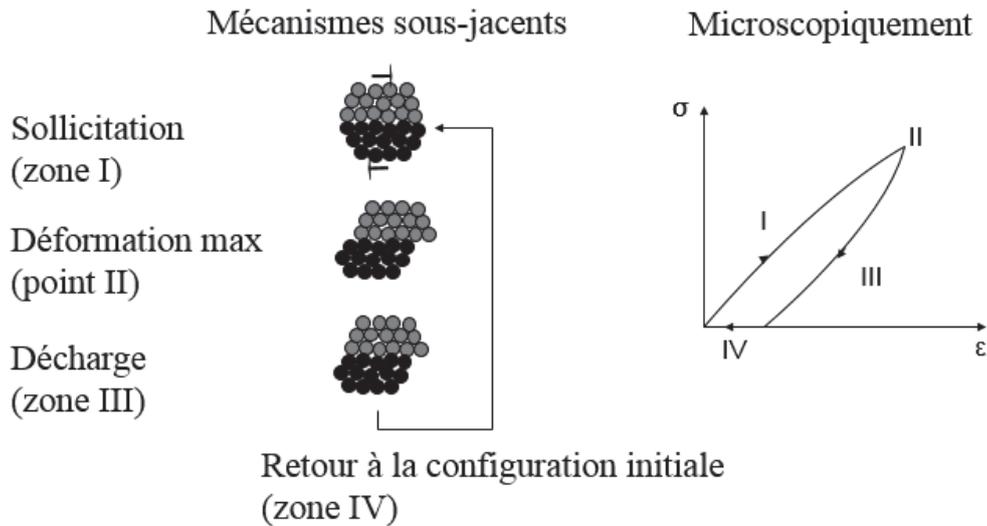


Figure I-24. Schéma représentatif du comportement anélastique dans les verres métalliques [Brest 2014]

D'autres sources d'anélasticité, également présentes dans les alliages cristallins, peuvent être liées aux effets de thermoélasticité ou de magnétoélasticité [Suzuki & Egami 1985]. De plus, comme tous les verres, les verres métalliques adoptent un comportement viscoélastique à une température proche de température de transition vitreuse T_g .

3.3. Relaxation structurelle

Le maintien de la température à une valeur proche de T_g provoque un changement de structure dans les verres métalliques en raison du phénomène de relaxation structurelle. Cette relaxation peut se produire de manière réversible et irréversible, et a des conséquences sur le comportement élastique et anélastique des verres métalliques [Schuh et al. 2007].

La caractérisation précise des changements structurels n'est pas facile. Pourtant, il est admis que la relaxation irréversible est souvent associée à l'ordre à courte distance. A une température élevée proche de T_g , la structure désordonnée hors équilibre des verres a tendance à se stabiliser permettant le réarrangement des atomes vers une configuration de plus faible énergie. Il en résulte à la fois une densification des verres liée à la diminution des espaces interatomiques et du volume libre, mais aussi une fragilisation des verres après leur retour à température ambiante. Cette augmentation de la densité peut atteindre 0,18% [Russev & Sommer 2003]. Ce changement de la topographie atomique rend les réarrangements anélastiques internes décrits ci-dessus

plus difficiles. Conformément à cette observation, la relaxation irréversible augmente également le frottement interne en dessous de T_g [Morito & Egami 1984].

Les verres entièrement relaxés possèdent une structure qui est caractéristique de la température de recuit. Le recuit cyclique peut provoquer un changement réversible de la structure et des propriétés des verres. Dans ce cas, le recuit d'un verre dans des conditions cinétiques et de température identiques conduit à un même frottement interne [Morito & Egami 1984] et à un même module d'Young au retour à la température ambiante [Kursumović et al. 1980]. De plus, un recuit à une température plus élevée entrainera un module d'Young moins important au retour à la température ambiante.

4. Plasticité

Bien que les verres métalliques soient reconnus comme parfaitement fragiles, il est possible de les déformer irréversiblement par différents moyens. Dans les conditions courantes (à température ambiante, sous pression atmosphérique, sous contrainte uniaxiale), il n'y a pas de plasticité macroscopique, mais son existence sous la forme microscopique est appréciable. Dans d'autres conditions moins courantes (à haute température ou sous pression hydrostatique ou sous sollicitations hétérogènes), par contre, la plasticité macroscopique est aisément observée.

La déformation plastique des verres métalliques à l'échelle macroscopique est essentiellement une accumulation de déformations locales créées par les *STZ* et la redistribution du volume libre. Ces mécanismes peuvent être distribués de manière homogène ou hétérogène en fonction de la température, de la vitesse de déformation appliquée, et de la structure des verres métalliques [Schuh et al. 2007].

4.1. Déformation homogène

Pour des températures supérieures à $0,9 \times T_g$, les verres métalliques se comportent comme un matériau ductile, voire un liquide surfondu visqueux, ce qui leur permet de se déformer de manière homogène, *i.e.* sans localisation des déformations plastiques. On utilise alors le terme de « *Déformation homogène* » sachant que chaque volume élémentaire est impliqué dans le processus de déformation. C'est dans ce contexte que la superplasticité (déformation de plus de 100 %) se manifeste. A titre d'exemple, le

verre $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ (at. %) présente une superplasticité de 20 000% dans la région de liquide surfondu (Figure I-25) [Nieh & Wadsworth 2006].

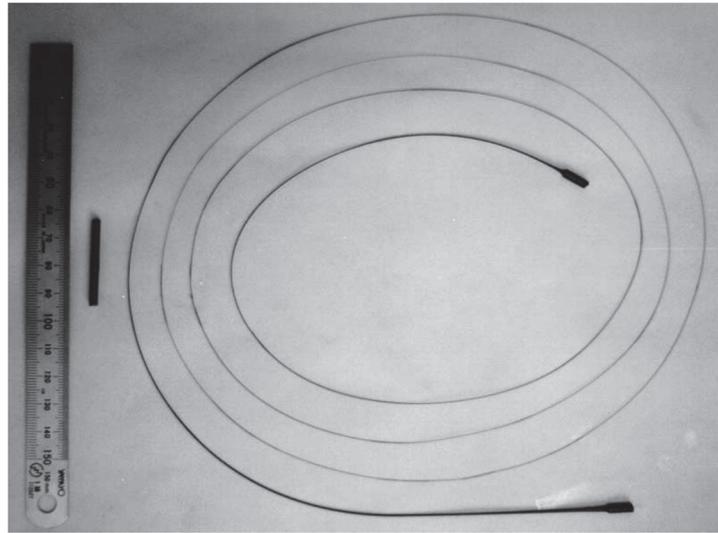


Figure I-25. Superplasticité de 20 000% du verre $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ (at. %) [Nieh & Wadsworth 2006]

La déformation homogène, à l'échelle macroscopique, des verres métalliques peut être traitée, à l'échelle microscopique, dans le contexte d'une inclusion de type Eshelby [Eshelby 1957]. En effet, à l'échelle atomique, le processus de STZ proposé par [Argon 1979] se déroule dans le confinement élastique de la matrice vitreuse plus dense, et la déformation de cisaillement conduit à une redistribution des contraintes autour de la STZ par rapport à la configuration initiale. La déformation homogène macroscopique des verres métalliques peut être considérée comme une superposition statistique de nombreux événements à l'échelle atomique indépendants avec une taille et un niveau d'énergie caractéristiques. Par exemple, pour le verre $\text{Zr}_{41.2}\text{Ti}_{13.8}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$ (at. %), le volume d'activation est $\sim 7,5 \times 10^{-28} \text{m}^3$ (20 à 30 atomes) et l'énergie d'activation est autour de 4,6 eV [Suryanarayana & Inoue 2011].

Dans leur étude sur la formabilité des verres métalliques, [Kawamura et al. 1999] ont rapporté que, dans le régime de déformation homogène, les verres métalliques présentent un écoulement newtonien, *i.e.* une viscosité indépendante de la contrainte, *i.e.* $n=1$ dans l'Equation(I-3), pour des vitesses de déformation faibles et non newtonien à des vitesses de déformation élevées.

$$\dot{\gamma} = A\tau^n, \quad (I-3)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation, A une constante dépendant de la température, τ la contrainte d'écoulement et n une constante exprimant la sensibilité à la contrainte ($n = 1$ pour un écoulement newtonien et $n \neq 1$ pour un non newtonien).

L'étendue du domaine de l'écoulement newtonien augmente avec la température, mais elle diminue avec la vitesse de déformation. La transition entre les écoulements newtonien et non newtonien se joue alors sur deux paramètres : la température et la vitesse de déformation [Kawamura et al. 1999]. A une température donnée, cette transition est observée en diminuant la vitesse de déformation (Figure I-26-a) [Johnson et al. 2002]. Celle-ci devient plus faible pour une température plus basse. Réciproquement, pour une vitesse de déformation donnée, cette transition apparaît en augmentant la température (Figure I-26-b) [Lu et al. 2003].

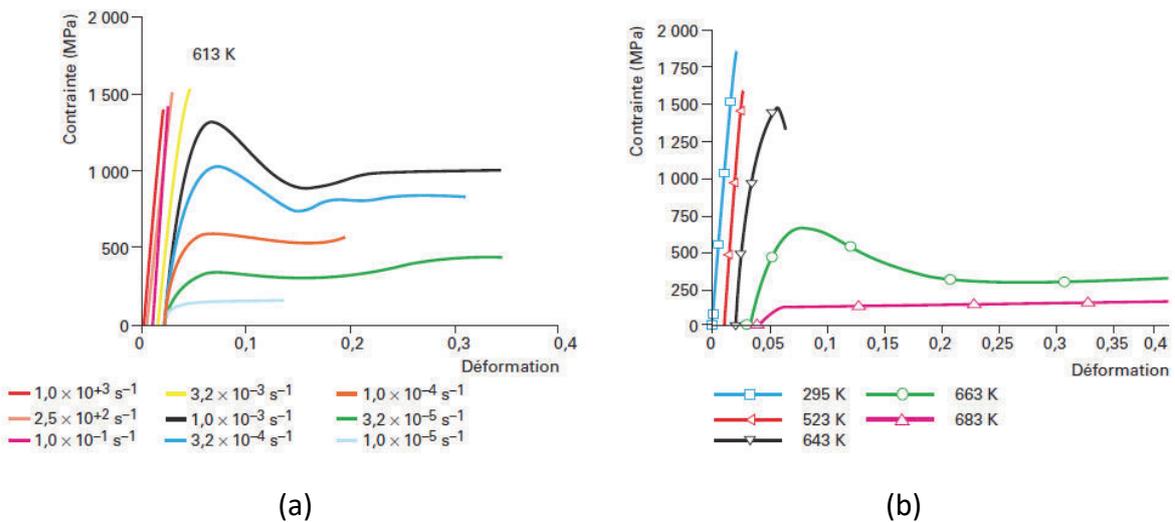


Figure I-26. Courbe de contrainte-déformation en compression du Vitreloy : (a) Influence de la vitesse de déformation pour la température $T = 613 \text{ K}$ [Johnson et al. 2002], (b) Effet de la température pour une vitesse de déformation imposée $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ [Lu et al. 2003]

4.2. Déformation hétérogène et bandes de cisaillement

Contrairement à la déformation à haute température, les verres métalliques connaissent une déformation hétérogène aux températures inférieures à $0,9T_g$, *i.e.* une localisation de la déformation plastique peut se produire. Quel que soit le mode de sollicitation, la localisation de la déformation plastique se traduit par la formation de

bandes très fines, nommées « *bandes de cisaillement* ». Elles peuvent se propager rapidement et entraîner la rupture fragile du matériau. La matrice vitreuse ne présente, en effet, pas d'obstacle susceptible de freiner la progression de ces bandes. C'est donc la formation et l'évolution des bandes de cisaillement qui contrôlent la plasticité et la rupture dans la majorité des verres métalliques à température ambiante [Greer et al. 2013].

4.2.1. Bandes de cisaillement

A basse température ($T < T_g$), la déformation plastique des verres métalliques se traduit par un glissement entre deux couches relativement resserrées dans les régions où la quantité de volume libre est tout d'abord faible. Mais, sous l'effet de la contrainte, le réarrangement atomique au niveau de la STZ peut créer localement plus de volume libre entraînant un abaissement de la viscosité et un radoucissement local (la vitesse de déformation est perturbée par la création de volume libre) [Argon 1979]. La déformation plastique est alors localisée et la localisation est à l'origine de l'absence de ductilité macroscopique [Cohen & Turnbull 1959]. C'est ainsi que les bandes de cisaillement sont créées. Plusieurs causes de cette diminution locale de viscosité sont rapportées : la création locale de volume libre par la dilatation, l'évolution locale de l'ordre structurel par le mécanisme de STZ, la redistribution des contraintes internes associées au mécanisme de STZ, et une production locale de chaleur [Schuh et al. 2007].

Les caractéristiques (dimension, nature, niveau de déformation ...) précises des bandes de cisaillement dans les verres métalliques restent, à l'heure actuelle, encore à éclaircir. Pourtant, elles sont souvent visibles à grandes échelles, notamment lorsqu'elles débouchent sur des surfaces libres comme celles présentées sur la [Figure I-28](#). Pour des sollicitations uniaxiales (traction ou compression simple) elles se forment suivant des plans proches de ceux du cisaillement maximal, *i.e.* environ 45° par rapport à l'axe de chargement. Leur épaisseur est de l'ordre d'une vingtaine de nanomètres [Greer et al. 2013]. Sous une sollicitation de compression, la présence de bandes de cisaillement peut être mise en évidence par l'apparition, sur la courbe force-déplacement ou contrainte-déformation, de dentelures (serrations) [Wright et al. 2001][Song & Nieh 2009] ([Figure I-27](#)).

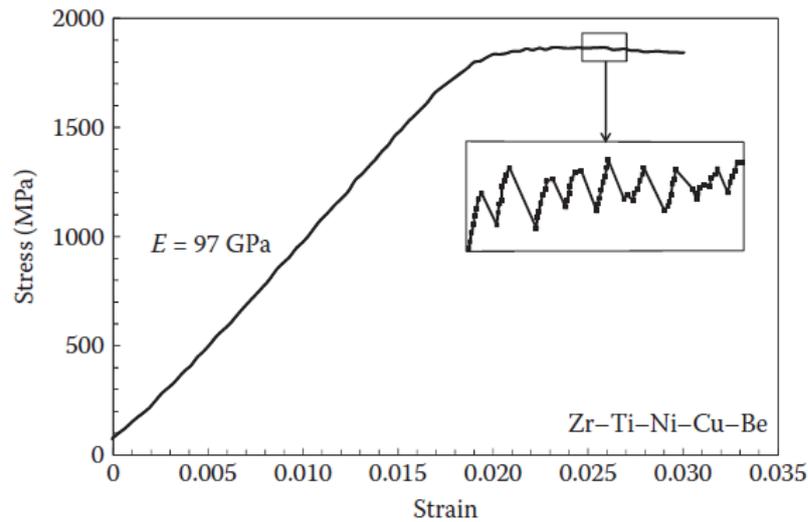


Figure I-27. Courbe contrainte-déformation du verre métallique $Zr_{40}Ti_{14}Ni_{10}Cu_{12}Be_{24}$ sous sollicitation de compression à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 1,0 \times 10^{-4} s^{-1}$ [Wright et al. 2001]

Comme mentionné ci-dessus, la production locale de chaleur, particulièrement au niveau des bandes de cisaillement, paraît suffisante pour diminuer de plusieurs ordres de grandeur la viscosité des verres métalliques en raison de l'échauffement adiabatique local [Leamy et al. 1972]. L'élévation de la température à des niveaux proches de la température de transition vitreuse T_g (Figure I-29), voire même au-delà pour le $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Ni_{10}Cu_{12.5}Be_{22.5}$, dans les bandes de cisaillement au moment de la rupture de différents verres métalliques a été rapportée par [Yang et al. 2011]. [Lewandowski & Greer 2006] ont aussi montré ce phénomène en recouvrant d'une fine couche d'étain une éprouvette de flexion en verre métallique. L'observation de l'éprouvette après essai montre que le revêtement d'étain a fondu là où sont apparues des bandes de cisaillement, mettant en évidence la grande quantité de chaleur dégagée par ces bandes. Après sa fusion locale, l'étain se resolidifie rapidement sous la forme de billes sphériques que l'on peut apercevoir le long des bandes de cisaillement (Figure I-30).

Bien que cette méthode ne permette pas de quantifier précisément l'élévation de température dans les bandes en raison de la vitesse de propagation des bandes et de la conductivité thermique du matériau, les mesures suggèrent que dans les bandes de cisaillement, la température peut augmenter jusqu'à quelques milliers de degrés Kelvin en quelques nanosecondes. Par conséquent, il n'est pas surprenant que ce phénomène puisse provoquer des changements dans la structure du verre, à savoir la formation de nano-vides ou des nano-cristallisations. Ces auteurs ont ainsi déduit que les bandes de cisaillement observées ne paraissent pas entièrement adiabatiques. Bien que cette

génération locale de chaleur ne soit pas à l'origine de la localisation de la déformation, l'élévation de température devrait être prise en compte dans l'analyse de la propagation des bandes de cisaillement [Lewandowski & Greer 2006][Greer et al. 2013].

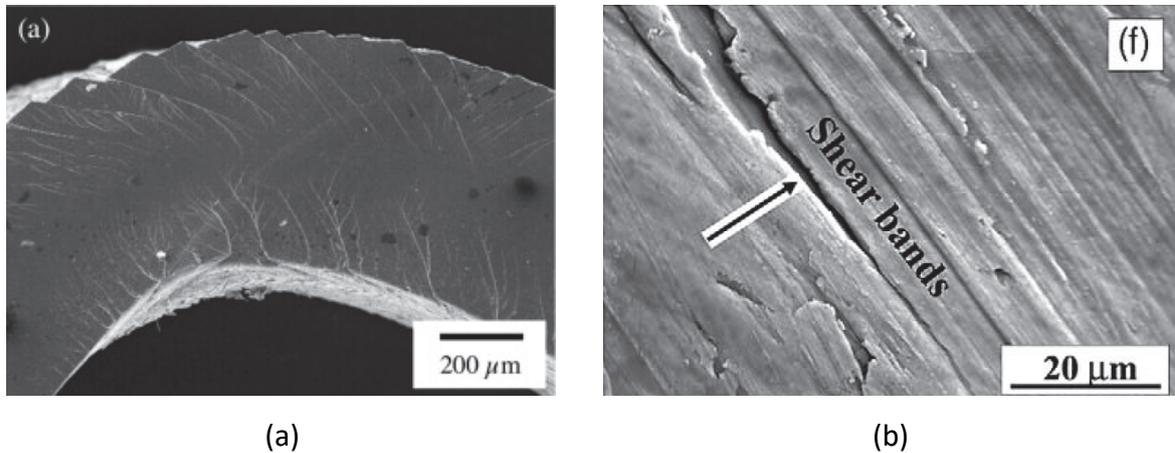


Figure I-28. Bandes de cisaillement dans des verres métalliques pour différentes sollicitations : (a) Ruban à base de Zr déformé en flexion (tension en haut et compression en bas) [Conner et al. 2003], (b) Compression simple d'un verre à base Zr [Zhang et al. 2003]

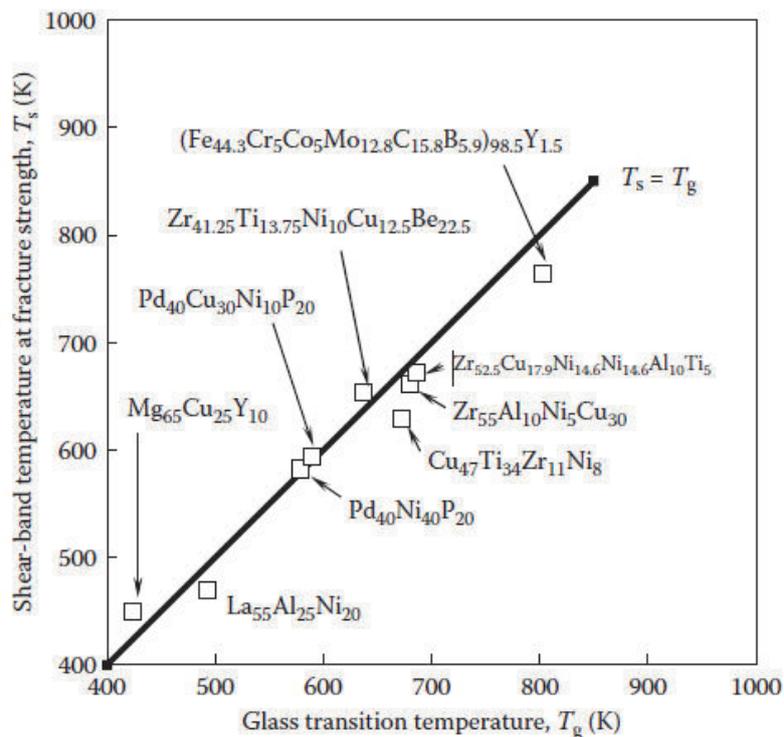


Figure I-29. Température des bandes de cisaillement en fonction de la température de transition vitreuse T_g [Yang et al. 2011]

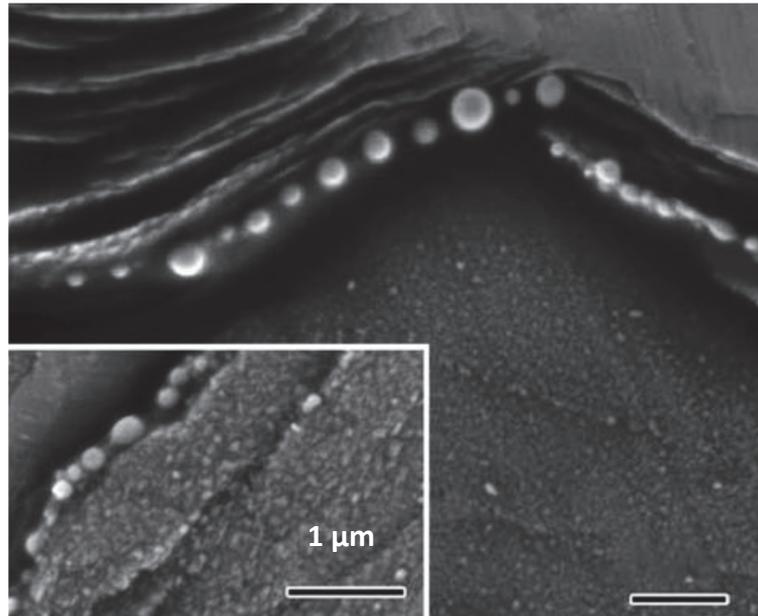


Figure I-30. Micrographie après essai de la surface d'un verre métallique $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Ni_{10}Cu_{12.5}Be_{22.5}$ revêtu d'une couche d'étain [Lewandowski & Greer 2006]

4.2.2. Dépendance de la plasticité à la pression

La formation de bandes de cisaillement, ainsi que l'angle de rupture des verres métalliques en compression et traction uni-axiales mettent en évidence une dépendance de la plasticité à la pression ou à la contrainte normale [Lund & Schuh 2004]. En traction simple, la rupture se produit avec un angle d'environ 55° (Figure I-31-a), alors qu'en compression simple, la rupture se produit avec un angle d'environ 42° (Figure I-31-b) [Zhang et al. 2003] [Mukai et al. 2002].

Des essais sur plusieurs familles de verres métalliques montrent que la limite d'élasticité en compression, σ_c , est supérieure à celle en traction, σ_t . Dans certains cas la différence dépasse 20%. C'est pourquoi les critères de limite d'élasticité utilisés pour les métaux cristallins, à savoir ceux de type Von Mises ou Tresca, s'avèrent non satisfaisants dans le cas des verres métalliques [Champion & Blétry 2009]. La plasticité des verres métalliques peut être décrite par des critères de plasticité de type Mohr-Coulomb ou de Drucker-Prager, qui prennent en compte l'influence de la pression ou de la contrainte normale. Il est à noter que le critère de Drucker-Prager est la version régularisée du critère de Mohr-Coulomb. Des simulations à l'échelle atomique (dynamique moléculaire) pour un verre binaire ZrCu [Lund & Schuh 2004] ont montré que la limite d'élasticité en compression, d'après le critère de Mohr-Coulomb, est clairement supérieure à celle en traction (Figure I-32).

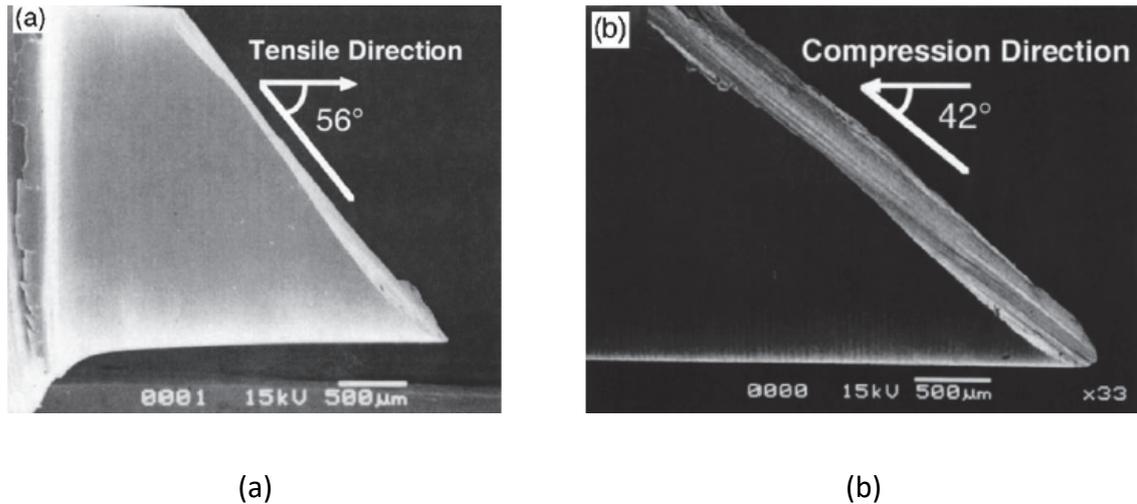


Figure I-31. Angle de rupture de verres métalliques sous sollicitation uniaxiale : (a) Compression simple, (b) Traction simple [Mukai et al. 2002]

[Schuh et al. 2007] ont regroupé les limites d'élasticité ou contraintes à la rupture de verres métalliques issues de divers résultats expérimentaux ([Donovan 1989], [Lowhaphandu et al. 1999], [Lund & Schuh 2004], [Flores & Dauskardt 2001]) en fonction de la triaxialité des contraintes associée (*i.e.* le rapport contrainte moyenne sur contrainte de cisaillement équivalente en traction au sens de Von Mises, *i.e.* le premier invariant des contraintes sur le deuxième invariant) (Figure I-33). La limite d'élasticité ou la contrainte à la rupture apparaît plus élevée dans un état de compression que dans celui de traction. Cela confirme la sensibilité à la pression de la limite d'élasticité ou de la contrainte à la rupture des verres métalliques. Il est important de noter que les données recueillies sur la Figure I-33 n'ont pas pour but d'être comparées quantitativement entre elles car elles sont issues de plusieurs études réalisées sur différents verres.

Des essais mécaniques réalisés sous pression sont également rapportés dans la littérature. Par exemple, les essais de compression et de traction simples de [Caris & Lewandowski 2010] ont été réalisés sur des verres à base de Zr et Hf à deux pressions différentes. En dessous de 450 MPa le comportement est élastique linéaire, alors que pour une pression supérieure à 450 MPa, les deux verres possèdent un comportement élasto-plastique parfait. La pression provoque ici un confinement de la plasticité qui confère au verre métallique un comportement ductile.

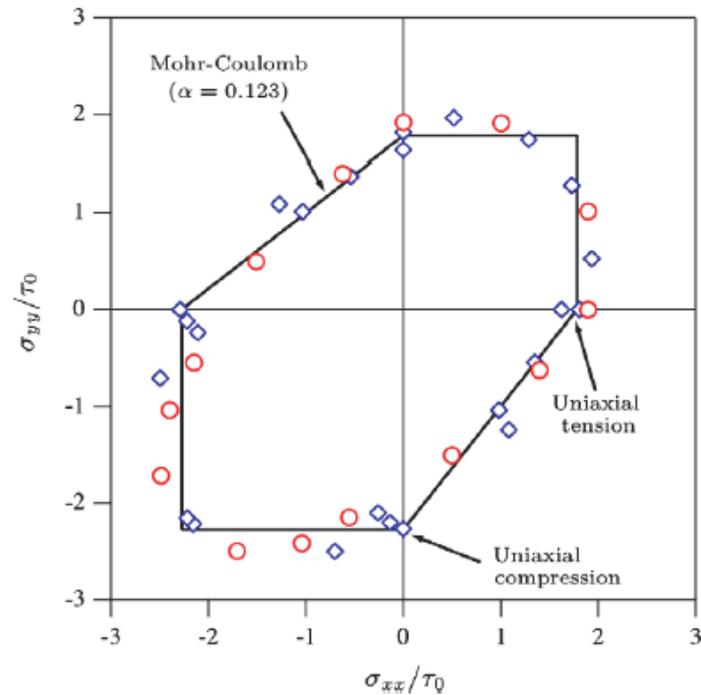


Figure I-32. Simulation par dynamique moléculaire pour un verre binaire ZrCu et identification des seuils initiaux de plasticité avec un critère de Mohr-Coulomb [Lund & Schuh 2004]

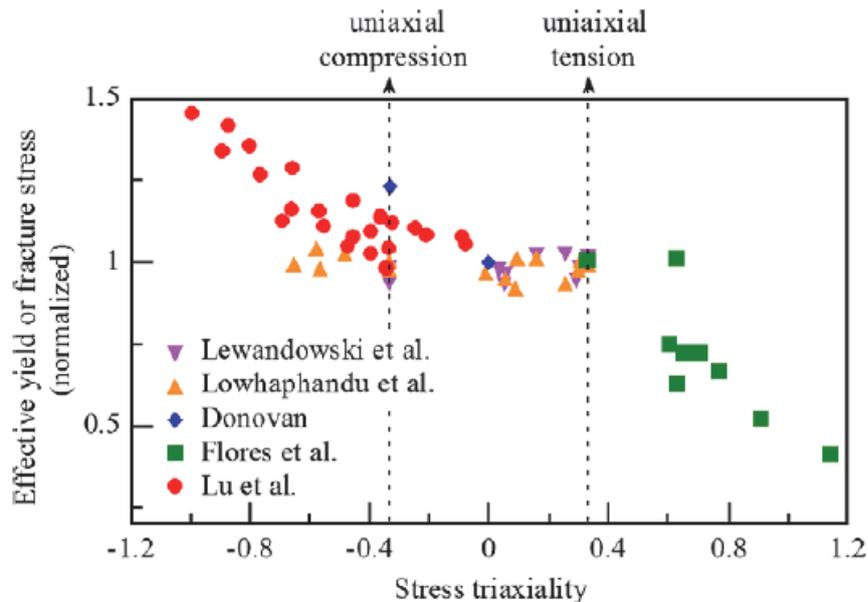


Figure I-33. Compilation de résultats expérimentaux illustrant l'effet de la pression (représentée ici par la triaxialité des contraintes) sur la limite d'élasticité ou la contrainte à la rupture de verres métalliques [Schuh et al. 2007]

4.2.3. Dépendance de la plasticité à la géométrie des éprouvettes

La diminution de la taille d'une éprouvette en verre métallique entraîne généralement une augmentation de sa ductilité à l'échelle macroscopique [Bei et al. 2009] [Wu et al. 2015]. La Figure I-34 met en évidence l'influence de la taille sur la ductilité des verres. Cette ductilité est liée à la formation des bandes de cisaillement. Un nombre important de bandes de cisaillement très peu espacées, *i.e.* des zones de forte densité de bandes de cisaillement, entrainera une déformation plastique macroscopique importante.

L'effet de forme de l'éprouvette sur la plasticité des verres métalliques est peut-être le plus spectaculaire. En effet, il est possible d'observer un niveau de déformation plastique élevé en compression (Figure I-35) pour des éprouvettes cylindriques avec un facteur de forme inférieur à 1. Cela s'explique par le fait que les bandes de cisaillement, formées à environ 45° par rapport à la direction de sollicitation, sont confinées entre les plateaux de compression et ne traversent pas l'éprouvette dans toute sa largeur [Bei et al. 2006] [Champion & Blétry 2009]. Dans ce cas, les serrations (caractère dentelé de l'écoulement) présentes sur la courbes force-déplacement ou contrainte-déformation, comme celles observables dans la Figure I-27, sont très prononcées [Pampillo & Chen 1974].

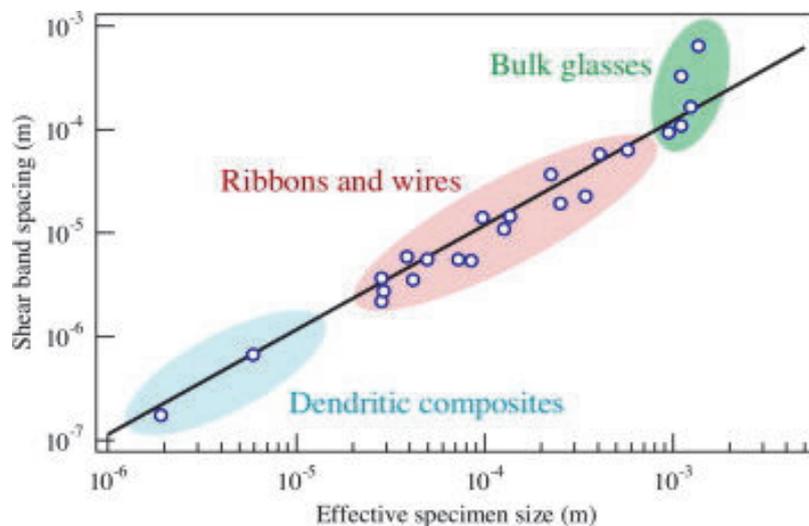


Figure I-34. Espacement des bandes de cisaillement en fonction de la taille des éprouvettes [Schuh et al. 2007]

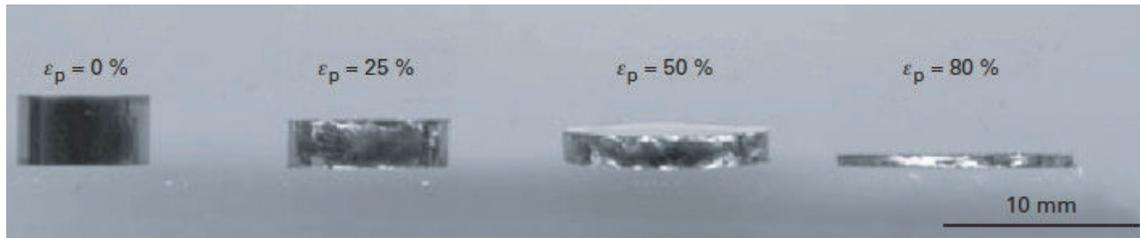


Figure I-35. Déformation plastique en compression à température ambiante de plusieurs dizaines de pourcent d'un verre métallique (facteur de forme initial de 0,5) à base de Zr [Bei et al. 2006]

Les géométries induisant des champs de contrainte très hétérogènes sont donc à privilégier si l'on veut déformer plastiquement un verre métallique à température ambiante. Il n'est donc pas étonnant que les essais de nano-indentation sur verres métalliques permettent d'atteindre localement le régime d'écoulement plastique [Keryvin 2007]. Des bandes de cisaillement sont bien visibles à la périphérie de l'empreinte (Figure I-36). Autre exemple plus récent, l'essai de compression diamétrale (ou essai brésilien) sur le cylindre de verre métallique à base Zr (Figure I-37) de [Brest et al. 2014] permet d'atteindre une ductilité macroscopique importante du fait de la forte hétérogénéité du champ de contrainte généré.

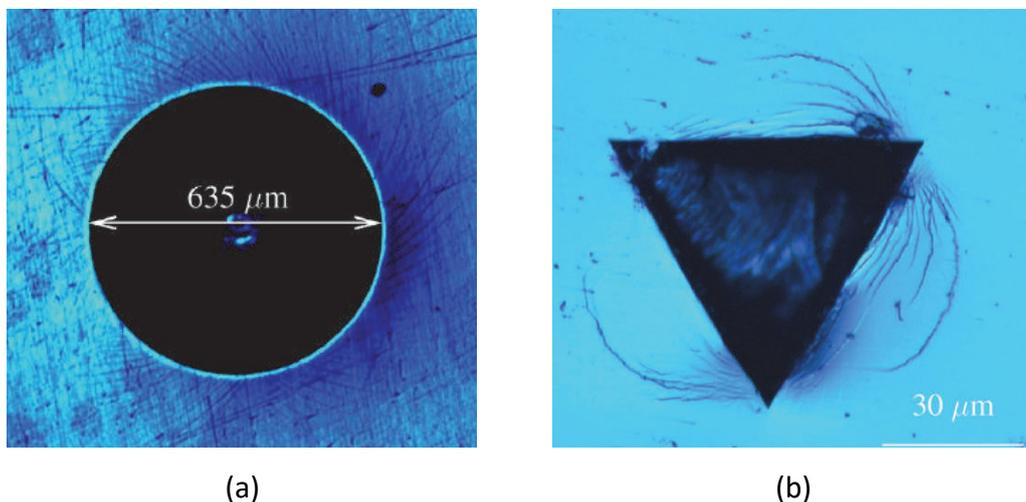


Figure I-36. Bandes de cisaillement dans un verre métallique à base Zr à la périphérie de l'empreinte réalisée par un indenteur : (a) sphérique, (b) Berkovich [Keryvin 2007]

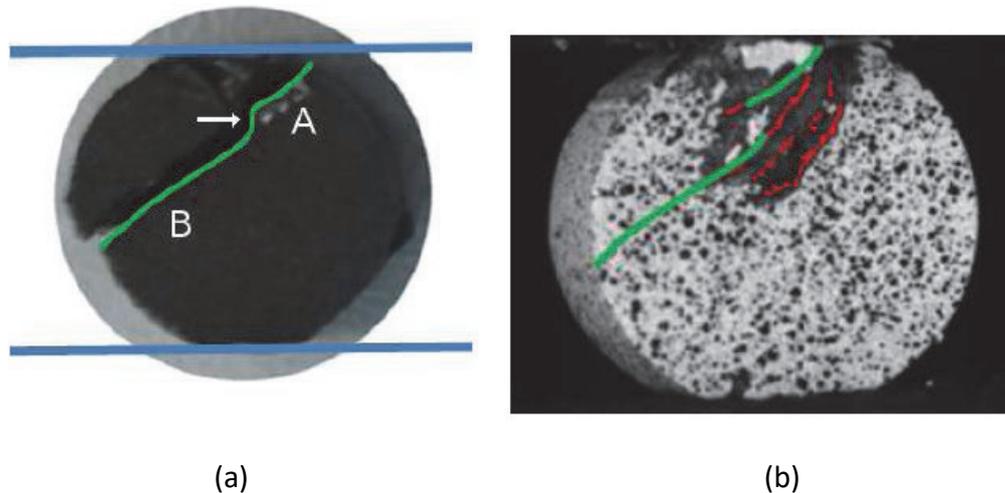


Figure I-37. Cylindre de verre métallique à base de Zr sous compression diamétrale en sollicitation dynamique (barres de Hopkinson) : (a) Schématisation des bandes de cisaillement et des fissures, (b) Superposition des chemins de fissuration en dynamique avec les fissures apparues prématurément dans le régime quasi-statique [Brest 2014]

4.3. Transition homogène / hétérogène - Carte de déformation

Comme nous l'avons vu précédemment, la transition entre les régimes d'écoulement newtonien et non newtonien, dans le domaine des déformations homogènes, (Figure I-26) est sensible à la vitesse de déformation et à la température. Il faut savoir que ces deux paramètres conditionnent également la transition entre les modes de déformation homogène et hétérogène. De plus, comme pour les matériaux cristallins, la contrainte et la structure du matériau interviennent également dans le mécanisme de déformation plastique. La loi d'écoulement constitutive de l'état d'équilibre décrit chaque mode de déformation à l'aide d'une équation du type

$$\dot{\gamma} = f(\tau, T, structure), \quad (I-4)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation, τ la contrainte d'écoulement, T la température et "structure" correspond à tous les paramètres pertinents associés à la structure du matériau.

Se basant sur ce principe, [Spaepen 1977] a construit une carte de déformation (Figure I-38) permettant de distinguer les deux modes de déformation plastique dans les verres métalliques. La zone comprise entre la température de cristallisation T_c et la

température de fusion T_f est inaccessible pour les mesures mécaniques car les verres cristallisent au-delà de T_c . Cette carte indique que la déformation homogène se produit à une faible vitesse de déformation et à une température élevée. D'autre part, la contrainte augmente fortement avec la vitesse de déformation, comme l'indiquent les contours de vitesse de déformation. Dans le cas contraire (*i.e.* vitesse de déformation élevée et basse température), la déformation des verres métalliques est hétérogène. Dans ce régime, la contrainte est pratiquement insensible à la vitesse de déformation.

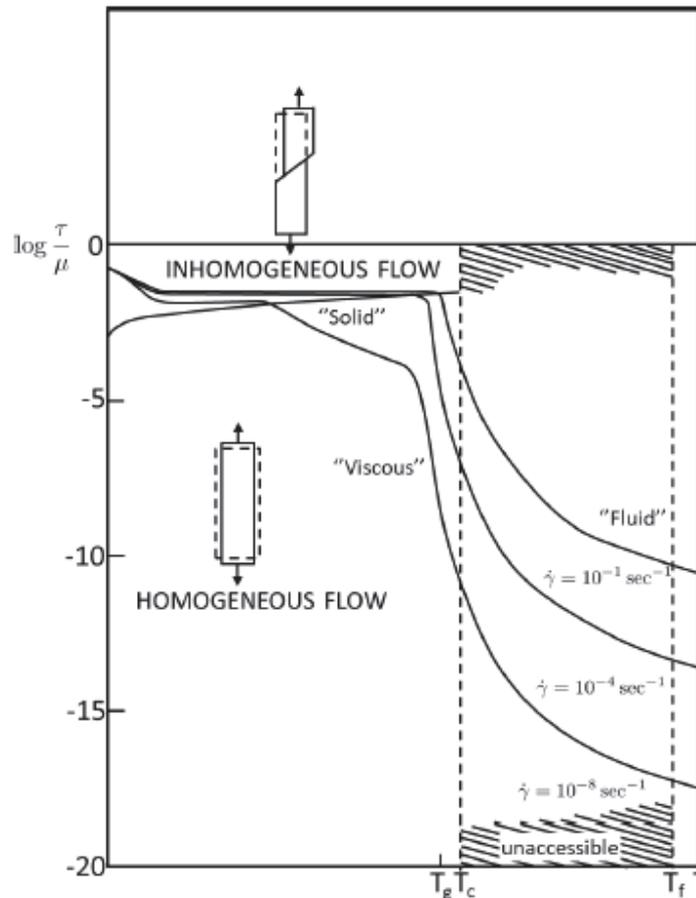


Figure I-38. Carte de déformation d'un verre métallique construite par [Spaepen 1977]

Plus récemment, [Schuh et al. 2007] ont établi deux nouvelles cartes de déformation pour les verres métalliques (Figure I-39). La première carte (Figure I-39-a), similaire à celle de [Spaepen 1977], présente la contrainte en fonction de la température. La deuxième (Figure I-39-b) montre la vitesse de déformation en fonction de la température. Ces deux nouvelles cartes permettent également de distinguer, suivant les gammes de température et le niveau de vitesse de déformation, les deux modes de déformation des verres métalliques. Contrairement à [Spaepen 1977] qui a interprété cette transition par le prisme de son modèle basé sur le volume libre, [Schuh et al. 2007] l'ont considérée sous l'angle des processus STZ.

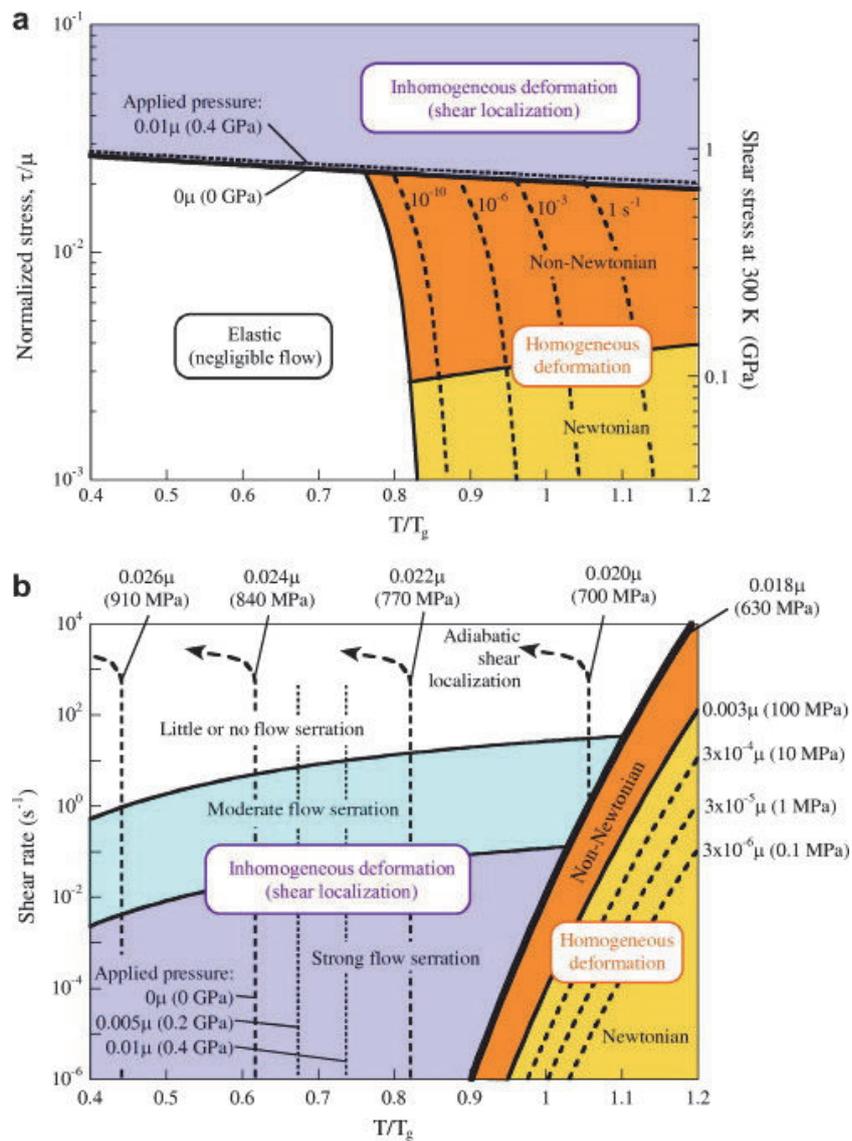


Figure I-39. Carte de déformation des verres métalliques construite par [Schuh et al. 2007] : (a) contrainte en fonction de la température, (b) vitesse de déformation en fonction de la température

Les deux nouvelles cartes apportent des renseignements supplémentaires. En effet, dans le cadre de la déformation homogène, la séparation de l'écoulement newtonien et non-newtonien est clairement indiquée. En outre, dans le cadre des déformations hétérogènes, l'effet de confinement par la pression isostatique y est clairement représenté. Les divers degrés d'écoulement avec serration (caractère dentelé) sont également indiqués (Figure I-39-b). Il faut noter que les valeurs de contrainte indiquées ne sont valables que pour le verre $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Ni_{10}Cu_{12.5}Be_{22.5}$ [Schuh et al. 2007].

5. Rupture et fissuration

A température ambiante, la plupart des verres métalliques sont des matériaux quasi-fragiles, puisqu'ils ne possèdent pas suffisamment de micro-mécanismes intrinsèques pour réduire la concentration de contraintes en pointe de fissure, tels que l'écrouissage ou la présence d'obstacles à la propagation des fissures, comme les joints de grains, au niveau microstructural. Toutefois, certains verres métalliques montrent une bonne résistance à la propagation de fissure. Or, la connaissance de cette propriété du matériau est une condition indispensable à son industrialisation future. Elle permet, en effet, de dimensionner une structure ou de prévoir sa tenue en service afin qu'elle assure au mieux sa fonction.

Pourtant, ce thème ne suscite que peu d'attention, probablement en raison de la faible quantité de matériau disponible. Comme pour les autres familles de matériaux, l'étude de la résistance à la propagation de fissure des verres métalliques s'appuie sur les concepts de la mécanique de rupture. Dans la partie suivante, nous allons rappeler les grandes lignes de cette théorie et, plus particulièrement, les notions de facteur d'intensité de contrainte et de ténacité.

5.1. Concept de mécanique de la rupture

La mécanique de la rupture s'applique lorsqu'il existe dans le matériau des discontinuités de déplacement sous forme de fissures. Celle-ci établit une relation entre la contrainte appliquée, les caractéristiques du matériau, et la géométrie de la fissure. La mécanique de la rupture porte donc essentiellement sur l'étude de l'évolution au cours du chargement des fissures macroscopiques présentes dans une structure jusqu'à sa rupture complète.

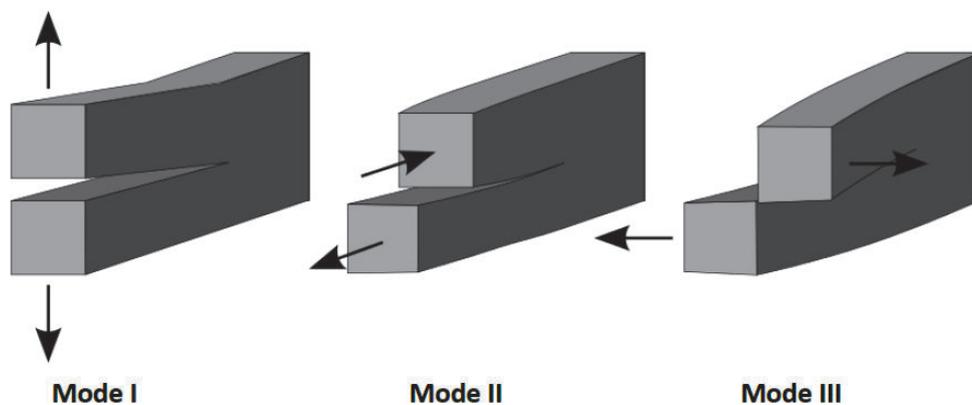


Figure I-40. Les trois modes de sollicitation d'une fissure

[\[http://en.wikipedia.org/wiki/Fracture_mechanics\]](http://en.wikipedia.org/wiki/Fracture_mechanics)

Dans ses travaux sur la propagation de fissure, Irwin [Irwin 1958] suppose que tout déplacement des lèvres de la fissure se réduit à la combinaison de trois modes principaux, notés modes I, II, et III (en considérant que les fissures se propagent dans leur propre plan). Ces trois modes de propagation sont illustrés par la Figure I-40.

- Mode I : Mode d'ouverture ; les lèvres de la fissure se déplacent dans des directions opposées, perpendiculairement au plan de fissuration. Ce mode est physiquement le plus critique car l'ouverture de la fissure conduit facilement à la rupture, en considérant que la fissure se propage dans son propre plan, *i.e.* sans bifurcation.
- Mode II : Mode de glissement plan (translation) ; les lèvres de la fissure translatent dans le même plan, le champ lointain de sollicitation extérieure est un cisaillement perpendiculaire au front de fissure.
- Mode III : Mode de glissement anti-plan (rotation) ; les lèvres de la fissure se déplacent dans le même plan, dans une direction parallèle au front de fissure.

5.2. Facteur d'intensité de contrainte et notion de ténacité

Le facteur d'intensité de contrainte est utilisé en mécanique linéaire de la rupture pour établir précisément l'état de contrainte près de la pointe de fissure pour un chargement imposé. La partie singulière du champ de contrainte s'exprime de la façon suivante en mode I [R. Labbens et al. 1974]

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad (I-5)$$

où σ_{ij} sont les composantes du tenseur des contraintes dans la base cartésienne (e_x, e_y) (Figure I-41), K_I le facteur d'intensité de contrainte en mode I, f_{ij} une fonction adimensionnelle et (r, θ) les coordonnées cylindriques du repère en pointe de fissure.

Ce facteur K_I dépend de la géométrie de l'éprouvette, de la taille et de la position de la fissure, mais aussi du type de sollicitation imposé au solide étudié.

De manière générale, pour une fissure sollicitée en mode I, on obtient une relation entre la sollicitation normale au plan de fissure σ , et le facteur d'intensité de contrainte K_I :

$$K_I = F\sigma\sqrt{\pi a} \quad (I-6)$$

où a est la longueur de la fissure, F est un facteur de forme dépendant de la géométrie de l'éprouvette et de la fissure, mais aussi des conditions aux limites et du type de sollicitation, σ étant la contrainte appliquée loin du défaut.

Pour une valeur, dite critique, du facteur d'intensité de contrainte, une fissure va se propager brutalement. Cette valeur critique est connue sous le nom de « ténacité » et notée K_{IC} en mode I. Il s'agit d'un paramètre intrinsèque du matériau, *i.e.* indépendant de la géométrie de l'éprouvette, qui caractérise sa capacité à résister à la propagation d'une fissure.

Selon le critère d'Irwin, la rupture a lieu lorsque le facteur d'intensité de contrainte K atteint une valeur critique K_c , ici en mode I,

$$K_I \leq K_{IC}. \quad (I-7)$$

Le facteur d'intensité de contrainte K peut également être déterminé par une approche énergétique. En 1924, Griffith a introduit la notion de taux de restitution d'énergie élastique G , en considérant la variation de l'énergie potentielle totale pendant l'avancée d'une fissure.

$$G = -\frac{\partial P}{\partial A}, \quad (I-8)$$

où G est le taux de restitution d'énergie élastique, dP la variation de l'énergie potentielle due à l'avancée de la fissure et dA la variation de surface de l'aire fissurée.

Cette énergie se dissipe dans la création de nouvelles surfaces libres, ce qui implique des apports d'énergie [Cailletaud et al. 2007]. Pour les matériaux fragiles, la condition pour que la fissure se propage est, selon le critère Griffith

$$G = 2\gamma_s. \quad (I-9)$$

Où γ_s est l'énergie spécifique de rupture par unité de surface.

Dans le cas d'une propagation de fissure auto-similaire, le taux de restitution d'énergie élastique est directement lié au facteur d'intensité de contraintes par les relations suivantes

$$G = \frac{1}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1 + \nu}{E} K_{III}^2 \quad \text{Hypothèse de contraintes planes,} \quad (I-10)$$

$$G = \frac{1 - \nu^2}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1 + \nu}{E} K_{III}^2 \quad \text{Hypothèse de déformations planes,}$$

où E est le module d'Young du matériau, supposé élastique linéaire isotrope (ELI), et ν son coefficient de Poisson.

Ces relations générales peuvent, en cas de mélange des modes, se révéler particulièrement utiles pour déterminer les facteurs d'intensité de contrainte dans des problèmes plus complexes [Cailletaud et al. 2007].

Une méthode alternative pour déterminer K consiste à évaluer le taux de restitution d'énergie élastique G pour en déduire ensuite le facteur d'intensité de contrainte. Dans le cadre d'une analyse linéaire, G peut être assimilé à l'intégrale J proposée par Rice [Rice 1967]. Il s'agit d'une intégrale de contour faisant intervenir l'énergie élastique de déformation et le travail des forces au sein du milieu fissuré :

$$J = \int_{\Gamma} \left(w dy - \vec{t} \cdot \frac{\partial \vec{u}}{\partial x} \right) ds \quad (I-11)$$

où Γ est un contour fermé entourant la fissure (Figure I-41), w l'énergie de déformation élastique, ds un élément de contour, \vec{t} le vecteur contrainte sur le contour et \vec{u} le vecteur déplacement sur le contour.

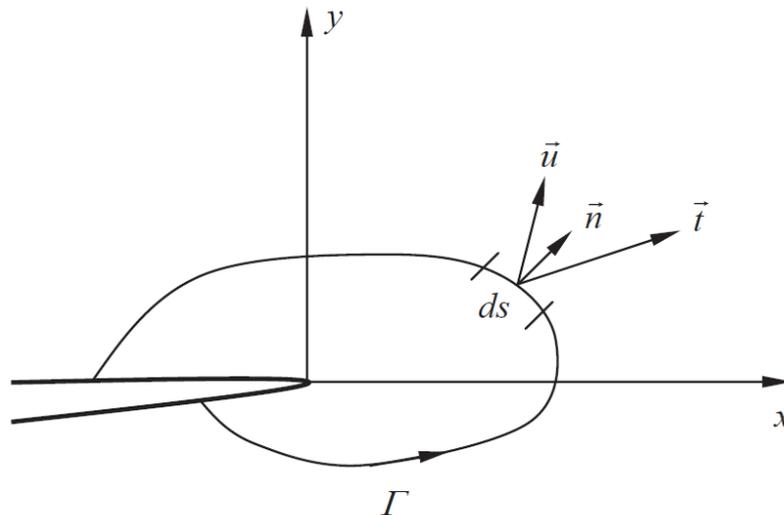


Figure I-41. Contour défini par une intégrale J aux abords d'une entaille en deux dimensions

Sous réserve que les extrémités du contour se trouvent sur les deux lèvres de la fissure, [Rice 1967] a démontré que cette intégrale est mathématiquement indépendante du contour choisi. Ce calcul peut donc être réalisé loin de la pointe de fissure et de sa singularité. Rappelons que, dans le cadre d'un milieu élastique comportant une fissure plane, on a

$$J = G \quad (I-12)$$

5.3. Détermination expérimentale de la ténacité des verres métalliques

Plusieurs méthodes expérimentales permettent de déterminer la valeur de la ténacité des matériaux en général. La norme [ASTM E 399-12 2013] rédigée par l'American Society for Testing and Materials, habituellement utilisée pour mesurer la ténacité des métaux conventionnels, s'avère tout à fait adaptée aux verres métalliques massifs également. Plusieurs géométries d'éprouvettes et protocoles expérimentaux y sont définis ainsi que les formules mathématiques permettant de calculer la ténacité. Plusieurs chercheurs ayant déterminé la ténacité de verres métalliques en se basant sur cette norme, par exemple [He et al. 2011][Keryvin et al. 2006], ont privilégié l'usage des éprouvettes de flexion entaillées de type SENB (Single Edge Notched Beanding) car elles nécessitent peu de matière.

Les formules fournies par cette norme correspondent à certaines géométries d'éprouvette bien définies. Toutefois, la littérature propose d'autres géométries, un peu moins contraignantes, et les formules associées : [Wakai et al. 1985] et [Fett 2008] pour le mode I et [He & Hutchinson 2000] pour le mode II.

Comme nous l'avons vu précédemment, la valeur de la ténacité peut beaucoup varier d'une famille de verre métallique à l'autre. Mais on observe également de grands écarts de ténacité au sein d'une même famille. Ces différences sont liées à des paramètres intrinsèques et extrinsèques au matériau, que nous allons détailler maintenant.

5.3.1. Influence des paramètres extrinsèques

Les paramètres extrinsèques sont ceux qui ne sont pas propres au matériau. Ils comprennent, par exemple, les protocoles expérimentaux ou la géométrie de l'éprouvette. Les éprouvettes utilisées dans les essais de mesure de ténacité sont typiquement munies d'une entaille plane (Figure I-42). L'épaisseur de l'éprouvette, tout comme son rayon de fond d'entaille, ont une grande influence sur les résultats.

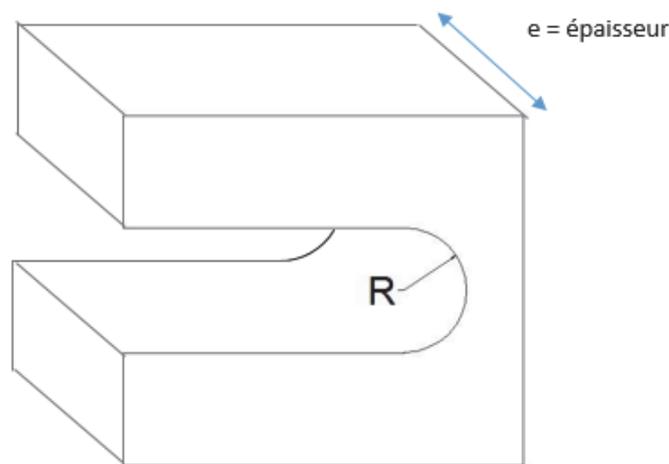


Figure I-42. Exemple d'une entaille avec rayon de fond d'entaille R dans une éprouvette d'épaisseur e

En ce qui concerne l'entaille, la ténacité apparente augmente en fonction de rayon de fond d'entaille (Figure I-43-b). En effet, plus grand est le rayon de fond d'entaille, plus faible est la concentration de contrainte. Cela favorise la formation d'une zone plastique sous la forme d'une multitude de bandes de cisaillements au voisinage du fond d'entaille. Ce phénomène permet au verre de dissiper plus d'énergie en fond d'entaille et d'augmenter ainsi le facteur d'intensité de contrainte apparent. Cette

influence du rayon de fond d'entaille sur la ténacité apparente est particulièrement prononcée pour verres métalliques à base de zirconium.

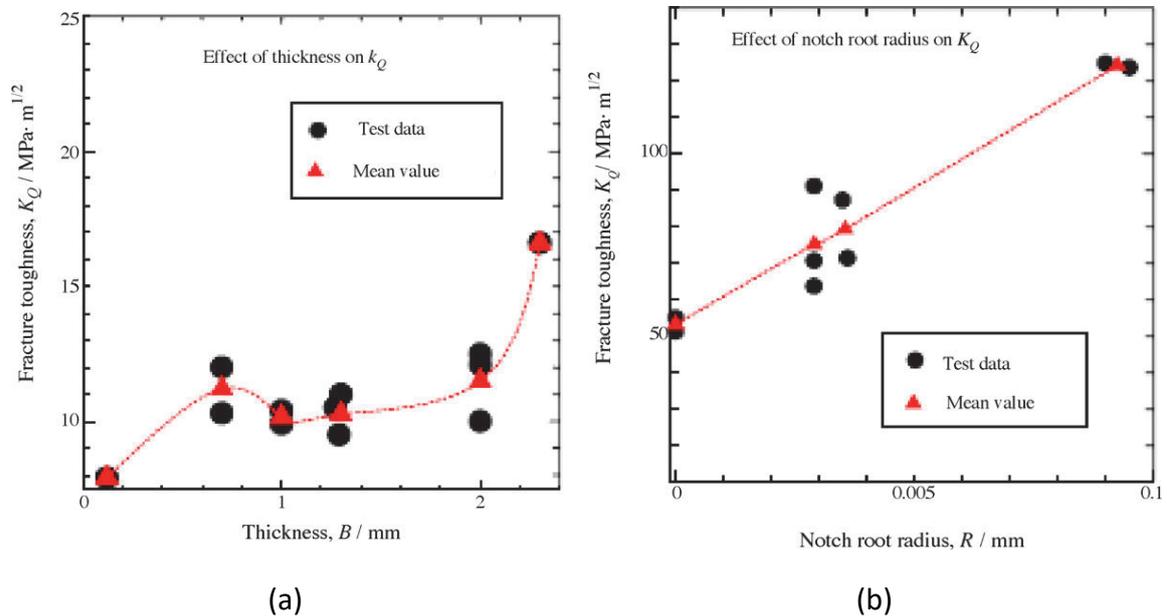


Figure I-43. Influence de la géométrie sur la ténacité apparente des verres métalliques : (a) Influence de l'épaisseur, (b) Influence du rayon de fond d'entaille [Fujita et al. 2007]

Notons que plusieurs auteurs, dont [Fujita et al. 2007] [He et al. 2011], ont préféré utiliser le terme de « ténacité d'entaille » (notch toughness), notée K_Q , à celui de « ténacité » classique, notée K_c . La mesure de cette grandeur ne nécessite pas d'éprouvette fissurée, ce qui facilite grandement leur préparation. Cependant, il ne s'agit pas d'un paramètre intrinsèque du matériau puisqu'il dépend de la géométrie du fond d'entaille et, plus généralement, de la géométrie de l'éprouvette. Toutefois, la valeur de K_Q permet de comparer deux matériaux, à condition que les géométries des éprouvettes testées soient strictement identiques.

Pour déterminer la véritable ténacité, paramètre strictement matériau (s'il existe !), il faut donc une éprouvette :

- d'une épaisseur suffisamment importante pour satisfaire à la condition de déformation plane ;
- fissurée et non simplement entaillée, pour éviter la surestimation qu'entraînerait un rayon de fond d'entaille non-nul.

Toutefois, même si de simples entailles ne suffisent pas à créer les conditions nécessaires à un essai de ténacité standard, elles sont un bon moyen d'amorcer des fissures par fatigue (Figure I-42). Cela explique leur présence sur de nombreuses éprouvettes normalisées.

5.3.2. Influence des paramètres intrinsèques

Bien évidemment, la variabilité de la ténacité d'un matériau ne dépend pas seulement des conditions expérimentales des essais. Elle s'explique également par des caractéristiques propres à sa nature. En effet, suivant les éléments chimiques qui les composent, les verres peuvent avoir des propriétés mécaniques très différentes. La ténacité des verres métalliques à base de fer, par exemple, est beaucoup plus faible que celle des bases zirconium.

Parfois, au sein d'une même famille de verre (*i.e.* même base), une légère nuance dans la composition chimique peut entraîner une forte variation de la ténacité. C'est le cas, par exemple, des verres à base de zirconium [Kim et al. 2009]. Le Var2, de composition $Zr_{44}Ti_{11}Cu_{20}Be_{25}$ (at%), est trois fois plus tenace que le Var3, de composition pourtant très proche : $Zr_{44}Ti_{11}Ni_{10.2}Cu_{9.3}Be_{25}Fe_{0.5}$ (at%) (Figure I-44).

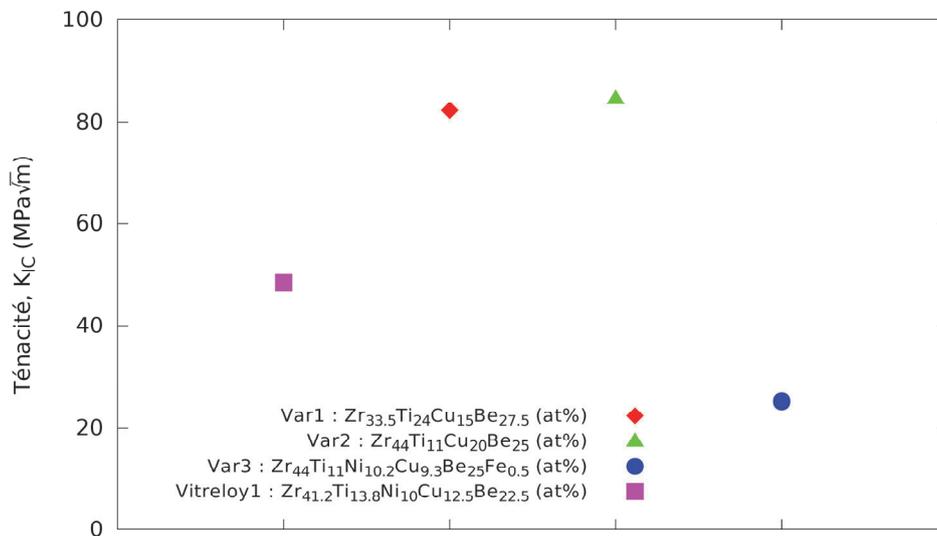


Figure I-44. Influence de la composition sur la ténacité des verres métalliques, retracée d'après [Kim et al. 2009]

Un autre paramètre intrinsèque est la présence ou non de défauts dans les verres. Des études sur ce sujet ont été menées depuis 2007 [Keryvin & Bernard 2007], [Keryvin et al. 2006], [Keryvin et al. 2007]. Deux lots d'éprouvettes de composition chimique

identique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at. %) mais avec différentes teneurs en oxygène (l'un contenant 2000 ppm et l'autre 300 ppm d'oxygène) ont été étudiés.

Ces faibles résidus d'oxygène, assimilables à une pollution dans ce contexte, sont le résultat de deux modes d'élaboration distincts. L'un éliminant plus efficacement l'oxygène au cours de la synthèse (cf. Paragraphe 1.3 à la page 10).

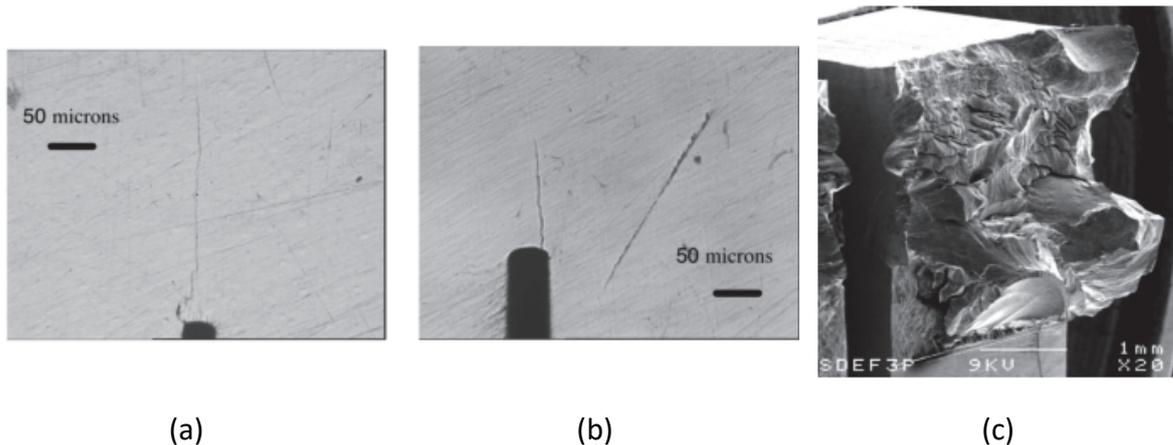


Figure I-45. Propagation de fissure pendant la pré-fissuration par fatigue
[Keryvin et al. 2007]

Lors de la pré-fissuration par fatigue en flexion 3 points (mode I), les échantillons à 2000 ppm d'oxygène ont montré une bonne aptitude à la fissuration. La fissure s'amorce bien depuis le fond d'entaille dans toute l'épaisseur de l'éprouvette et se propage en s'écartant très peu du plan de l'entaille (Figure I-45-a). Par contre, les éprouvettes à faible teneur en oxygène montrent un comportement très différent en mode I : les fissures tendent à s'éloigner du plan de l'entaille (Figure I-45-b). De plus, l'observation des faciès de rupture montrent que les fissures suivent des trajets hélicoïdaux à cœur (Figure I-45-c).

Ces travaux montrent également que la ténacité, contrairement aux autres propriétés mécaniques, diminue fortement avec la concentration en oxygène, même à de très faibles niveaux. Des observations à l'échelle microscopique de la surface de rupture révèlent d'ailleurs, pour les éprouvettes à plus forte teneur en oxygène, des défauts cristallins sous la forme de dendrites. Ces dendrites qui, au cours de leur création, captent pratiquement tout l'oxygène de la matrice amorphe, semblent être responsables de la fragilisation du matériau et de son aptitude à créer des microfissures dans le plan de l'entaille en mode I.

6. Bilan et motivation de l'étude

Les verres métalliques massifs sont à la fois des matériaux très intéressants d'un point de vue scientifique, et extrêmement prometteurs pour le monde industriel en raison de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles. Toutefois, du fait de leur relative jeunesse, certains aspects primordiaux de leurs comportements mécaniques restent encore à éclaircir. Leur développement, dans l'optique d'applications industrielles plus larges et plus diverses, passe par une plus grande connaissance de ce comportement mécanique. Notre travail se veut être une contribution à l'approfondissement des connaissances dans les domaines de la déformation plastique et de la fissuration des verres métalliques, thèmes qui feront successivement l'objet des chapitres suivants.

En ce qui concerne la plasticité des verres métalliques, plusieurs recherches ont montré que, dans le domaine des déformations plastiques hétérogènes, ce sont les bandes de cisaillement qui contrôlent la plasticité. Pourtant leur apparition, leur propagation et leur interaction restent toujours peu comprises. L'essai mécanique de compression diamétrale (ou essai brésilien) couplé à une modélisation numérique sur des verres métalliques à base de zirconium de [Brest 2014] semble être une piste à suivre pour y remédier. Dans ce contexte, il est nécessaire d'exploiter de façon plus approfondie les potentialités de ce type d'essai mécanique, pour obtenir des enseignements exhaustifs sur la déformation d'origine plastique, voire les bandes de cisaillement. C'est l'objet du chapitre 2.

En ce qui concerne le comportement à la fissuration et à la rupture, il faut savoir que les verres métalliques présentent plus ou moins de défauts selon les procédés de fabrication. L'influence de ces défauts sur le comportement mécanique des verres métalliques, en particulier la ténacité, est primordiale. Les travaux sur la ténacité des verres métalliques ne sont pas concluants pour les verres purs [Keryvin & Bernard 2007], [Keryvin et al. 2006], [Keryvin et al. 2007] du fait de la déviation de la fissure au cœur de l'éprouvette pendant la phase de pré-fissuration. La mise en place d'un nouveau protocole permettant d'amorcer et propager les fissures dans le plan de l'entaille pour les verres purs serait donc une grande avancée. C'est l'objet du chapitre 3.

Chapitre II

ETUDE DU COMPORTEMENT ELASTOPLASTIQUE

1. Introduction

Les études sur la plasticité dans les verres métalliques à température ambiante ne peuvent pas s'effectuer au moyen d'essais conventionnels (*e.g.* traction ou compression uniaxiales) en raison de leur comportement parfaitement fragile pour des sollicitations homogènes. Certains essais mécaniques hétérogènes, générant dans l'éprouvette des zones de plasticité confinée, semblent quant à eux être de bons candidats pour de telles investigations.

Parmi les essais hétérogènes qu'aborde la littérature, l'essai de compression diamétrale a retenu notre attention. Cet essai est un moyen classique pour la caractérisation de la résistance en traction de certains matériaux fragiles (bétons, roches...) pour lesquels l'essai de traction uniaxiale conventionnel est délicat à mettre en œuvre. L'essai d'indentation instrumentée, plus courant, est également un bon moyen d'atteindre dans des matériaux réputés fragiles de hauts niveaux de déformation plastique.

Dans ce chapitre, nous nous concentrerons tout d'abord sur la plasticité des verres métalliques à base zirconium à partir de la réponse macroscopique du matériau pour l'essai de compression diamétrale. Nous passerons ensuite à une étude phénoménologique du mécanisme de déformation plastique localisée par l'observation des bandes de cisaillement sur des clichés d'imagerie MEB. Celle-ci sera renforcée et éclairée par une analyse, plus quantitative, des champs de déformation déduits des champs de déplacement mesurés par corrélation d'images, l'idée étant de mieux comprendre le comportement observé à l'échelle macroscopique par l'évolution des motifs des bandes de cisaillement observés à l'échelle microscopique et, tant que faire se peut, d'évaluer la déformation locale au niveau des bandes de cisaillement. Ce chapitre se terminera par la mise en place d'une méthode d'identification des paramètres du matériau, supposé élastique parfaitement plastique avec un critère de limite d'élasticité isotrope dépendant de la pression de type Drucker-Prager, à partir de deux essais hétérogènes : les essais de compression diamétrale et d'indentation. Des résultats expérimentaux issus de ces deux types d'essai seront ainsi confrontés aux

résultats numériques des mêmes essais simulés afin d'identifier le jeu de paramètres matériau le plus pertinent.

2. Caractérisation expérimentale des mécanismes de déformation

Les essais mécaniques hétérogènes sont donc la clé de l'étude du comportement plastique des verres métalliques. Nous allons donc procéder à deux types d'essai hétérogène – l'essai de compression diamétrale et, dans une moindre mesure, l'essai d'indentation – et exploiter leurs résultats.

2.1. Etudes phénoménologiques

Cette partie a deux objets. Le premier est l'étude quantitative de la réponse macroscopique de notre matériau à l'aide de l'essai de compression diamétrale. Le deuxième est l'étude qualitative de la réponse microscopique par l'observation des bandes de cisaillement au cours de ce même essai. Ces deux analyses s'éclairant mutuellement.

2.1.1. Méthode expérimentale

2.1.1.1. Eprouvettes

Le verre métallique massif de base Zr étudié possède la composition suivante $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %). Il a été fabriqué par la technique de coulage par inclinaison (tilt casting method) à partir d'un zirconium ultra-pur affiné l'iodure à 50 ppm d'oxygène [Yokoyama et al. 2002]. Les propriétés élastiques du verre étudié ont été déterminées par la technique d'échographie ultrasonore par [Keryvin, Rouxel, et al. 2008]. Ces propriétés, mesurées à température ambiante, sont réunies dans le [Tableau II-1](#).

Tableau II-1. Propriétés élastiques du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) à température ambiante (293 K) [Keryvin, Rouxel, et al. 2008]

| ρ ($g \cdot cm^{-3}$) | E (GPa) | μ (GPa) | B (GPa) | ν (–) |
|---|----------------|----------------|------------------|-------------------|
| $6,83 \pm 0,01$ | $84,4 \pm 0,8$ | $30,9 \pm 0,3$ | $103,5 \pm 1,16$ | $0,364 \pm 0,007$ |
| ρ : Masse volumique, E : Module d'Young, μ : Module de cisaillement, B : Module de compressibilité, ν : Coefficient de Poisson | | | | |

Les bruts, fournis sous forme de barreaux grossièrement cylindriques, ont une géométrie imparfaite qui a nécessité une rectification cylindrique¹. Suite à cette opération d'usinage, nous obtenons deux barreaux cylindriques de diamètres 2,80 mm et 2,47 mm dans lesquelles seront réalisées les éprouvettes des lots, respectivement, A et B (Tableau II-2). La Figure II-1-a présente un barreau du verre étudié, en partie usiné, comportant : un tronçon brut (à droite) et un tronçon rectifié (à gauche).

Les barreaux rectifiés sont ensuite découpés avec une tronçonneuse *STRUERS-SECOTOM-50*, puis polis avec une polisseuse manuelle *STRUERS DAP-7* équipée de papiers de polissage en carbure de silicium (SiC) (successivement P#220, P#1200, P#2500 et P#5000). La préparation des éprouvettes s'achève par un polissage à la pâte diamantée² sur une polisseuse automatique *STRUERS TEGRAFORCE-5* munie d'un feutre de polissage imbibé de suspension diamantée de 1 μm . Le contrôle de l'état de la surface après chaque polissage se fait à l'œil nu puis au microscope. La qualité de polissage recherchée est l'état « miroir », qui nous permettra d'observer l'apparition des bandes de cisaillement et leur évolution au cours des essais. La Figure II-1-a b présente la géométrie cylindrique finale de l'éprouvette après rectification cylindrique, tronçonnage et polissage. Les dimensions finales des éprouvettes réalisées sont réunies dans le Tableau II-2.

Tableau II-2. Dimensions des éprouvettes pour les essais brésiliens

| Eprouvettes | Diamètre, D (mm) | Epaisseur, e (mm) |
|-------------|--------------------|---------------------|
| BMGB-Zr-A1 | $2,80 \pm 0,02$ | $3,13 \pm 0,02$ |
| BMGB-Zr-A2 | $2,80 \pm 0,02$ | $2,96 \pm 0,02$ |
| BMGB-Zr-B1 | $2,47 \pm 0,02$ | $2,51 \pm 0,02$ |
| BMGB-Zr-B2 | $2,47 \pm 0,02$ | $2,51 \pm 0,02$ |
| BMGB-Zr-B3 | $2,47 \pm 0,02$ | $2,51 \pm 0,02$ |

¹ Nous tenons à remercier vivement M. Stéphane Ruellan, enseignant au département GIM de l'IUT de Lorient, pour son aide précieuse sur la rectification cylindrique.

² Nous tenons également à remercier Cédric Pouveau, maître de conférences à l'IRDL, pour son aide sur cette partie.

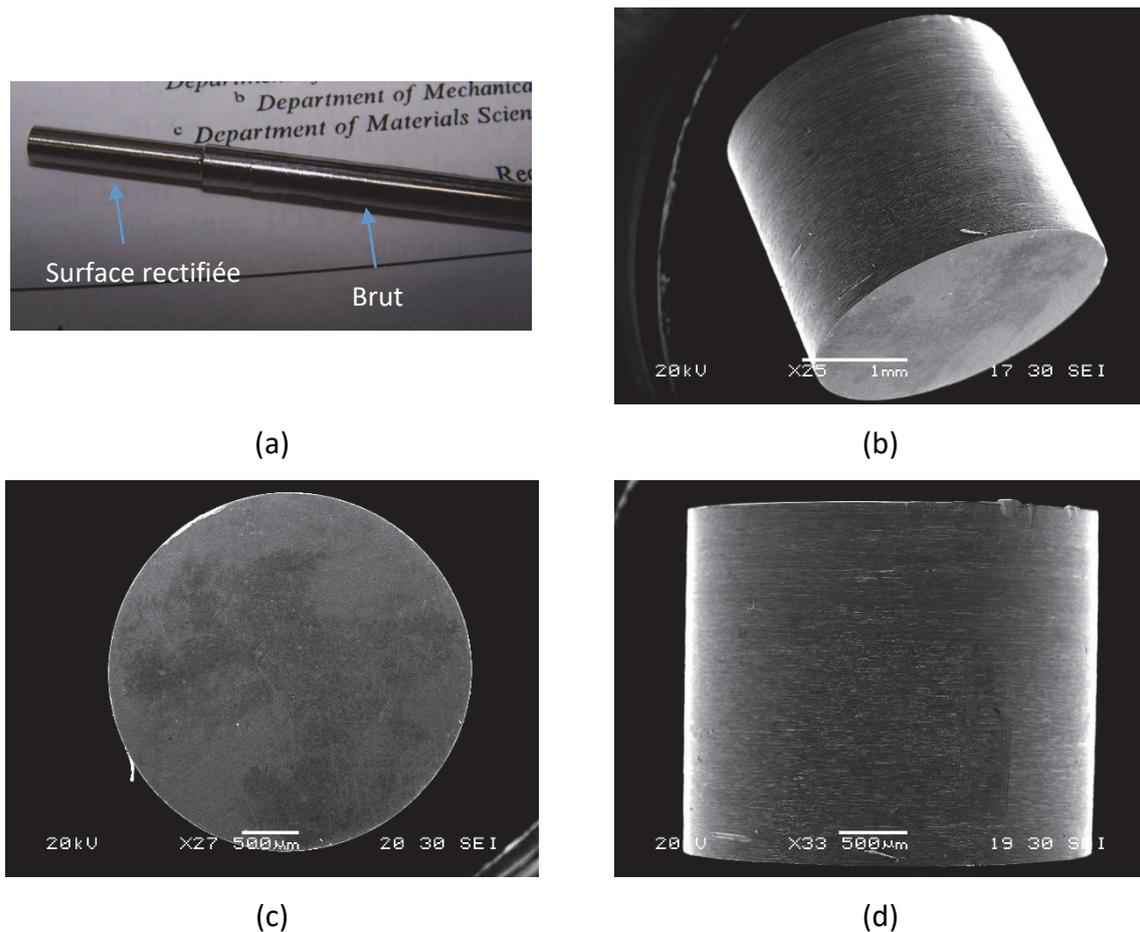


Figure II-1. Verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %): (a) Barreau brut en partie rectifié, (b) Cylindre après rectification cylindrique, tronçonnage et polissage, (c) Vue de la surface polie miroir, (d) Vue de la surface rectifiée.

2.1.1.2. Essai de compression diamétrale

L'essai de compression diamétrale (également appelé « essai brésilien » ou « essai de traction par fendage ») consiste à écraser une éprouvette cylindrique suivant deux génératrices opposées entre les plateaux d'une machine d'essai mécanique (Figure II-2).

Cet essai est un moyen classique pour la caractérisation de la résistance en traction de certains matériaux fragiles (bétons, roches...) pour lesquels l'essai de traction uniaxiale conventionnel est délicat à mettre en œuvre. La rupture est induite par un état de traction indirecte et la distribution des contraintes dans l'éprouvette est fortement hétérogène [Khanlari et al. 2014]. Il génère de la localisation des déformations et de l'endommagement dans la zone située au cœur de l'éprouvette.

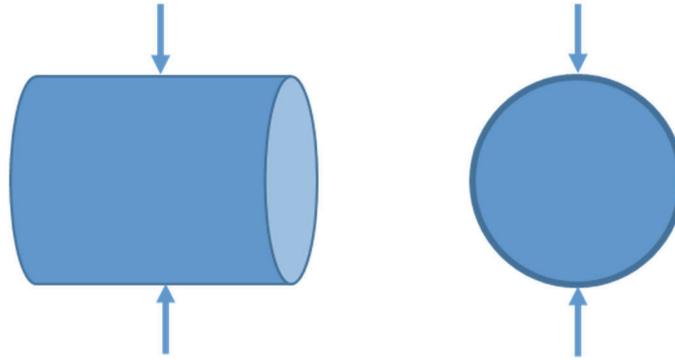


Figure II-2. Schéma représentatif de l'essai de compression diamétrale

Seuls le déplacement du plateau mobile et la force de compression sont mesurés et une étape de traitement des données est nécessaire pour en déduire la contrainte au centre de l'échantillon. Moyennant des hypothèses sur le comportement du matériau et sur les conditions de l'essai (contact rectiligne entre l'échantillon et les plateaux), la contrainte de traction est calculée à partir de la force de compression mesurée et des dimensions de l'échantillon. La contrainte de traction à la rupture est calculée à partir de la charge pour laquelle le phénomène de fissuration apparaît. La formule est :

$$\sigma_t = \frac{2P_{max}}{\pi De}, \quad (II-1)$$

où σ_t est la contrainte de rupture en traction au centre de l'éprouvette, P_{max} la force de compression de début de fissuration, D le diamètre de l'éprouvette et e son épaisseur.

L'essai proprement dit est réalisé sur une machine de traction Instron 5567 d'une capacité maximale de 10 kN et pilotée par le logiciel Bluehill 2. La compression se fait par l'intermédiaire de deux plateaux de compression³. Le plateau supérieur, associé à la traverse, est mobile et le plateau inférieur est équipé de deux capteurs de déplacement LVDT diamétralement opposés mesurant le déplacement du premier plateau par rapport au second. Le système d'acquisition Spider, associé au logiciel Catman Easy, permet d'enregistrer les signaux de ces deux capteurs de déplacement (Figure II-3), mais aussi les signaux des mesures d'effort et de déplacement de la traverse issus de la machine de traction. Les données ainsi obtenues partagent la même base de temps. Le déplacement relatif des plateaux est considéré comme la moyenne des déplacements mesurés par les deux capteurs LVDT. L'essai brésilien mis en place suit une succession de cycles (voir Figure II-4 et Figure II-5) de charge/décharge pilotés

³ Nous tenons à remercier Hervé Bellegou, ingénieur d'étude à l'IRDL, pour son aide précieuse sur cette partie expérimentale.

en déplacement. A chaque cycle, le plateau supérieur descend puis remonte à vitesse constante entre un effort minimum constant, qui est aussi la précharge initiale, et un effort maximum qui, lui, croît d'un cycle à l'autre. Les mesures d'effort et de déplacement sont enregistrées et, à la fin de l'essai, les motifs de bandes de cisaillement présents sur les faces de l'éprouvette sont observés et analysés par imagerie MEB⁴ (Microscope Electronique à Balayage JEOL-JSM-6460LV).

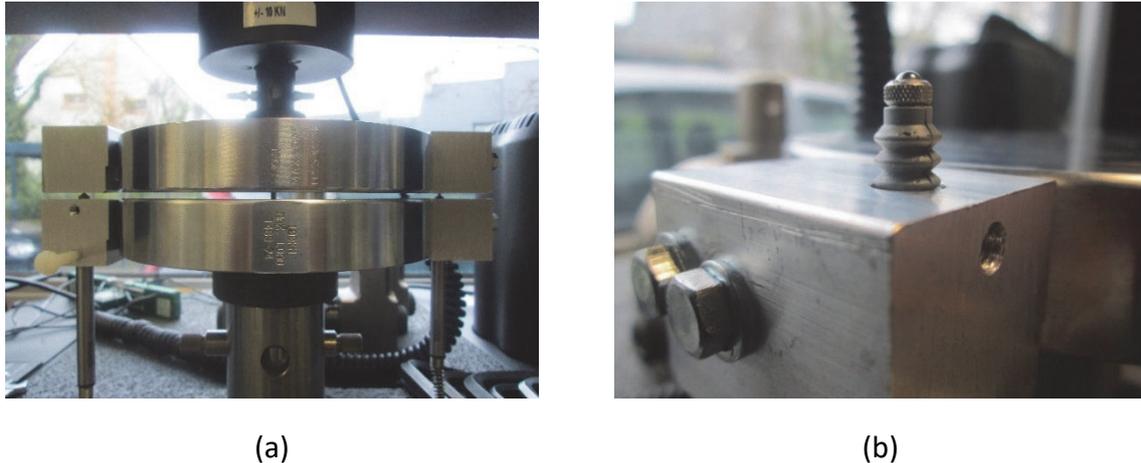


Figure II-3. Dispositif expérimental : (a) éprouvette sous chargement, (b) fixation d'un capteur LVDT

Afin d'étudier l'apparition et l'évolution des bandes de cisaillement au cours de l'essai, le premier échantillon de chacun des deux lots a été soumis à un essai légèrement différent, dit essai interrompu, qui libère l'éprouvette à la fin de chaque cycle. Le cylindre est alors extrait du dispositif, observé par imagerie MEB, puis reposé entre les plateaux pour permettre le cycle suivant. Pour ces essais interrompus, les cycles ne s'arrêtent pas lorsque la charge mini est atteinte (ce qui bloquerait l'échantillon), mais lorsque la position initiale du plateau supérieur est atteinte (voir Figure II-6). Il n'y a alors plus de contact entre le plateau supérieur et l'éprouvette et le programme se met sur pause jusqu'à ce que l'utilisateur lance le cycle suivant.

Les paramètres de chargement sont les suivants :

- Précharge, $P_i = 50 \text{ N}$
- Force maximale imposée, $P_{max} = 2000 \text{ à } 10000 \text{ N}$
- Vitesse de traverse de charge et décharge, $\dot{\lambda} = 0,004 \text{ mm/s}$
- Vitesse de traverse de charge - essai interrompu, $\dot{\lambda} = 0,002 \text{ mm/s}$
- Vitesse de traverse de décharge - essai interrompu, $\dot{\lambda} = -0,01 \text{ mm/s}$

⁴ Nous tenons à remercier Anthony Magueresse, ingénieur d'étude à l'IRDL, pour la partie imagerie MEB.

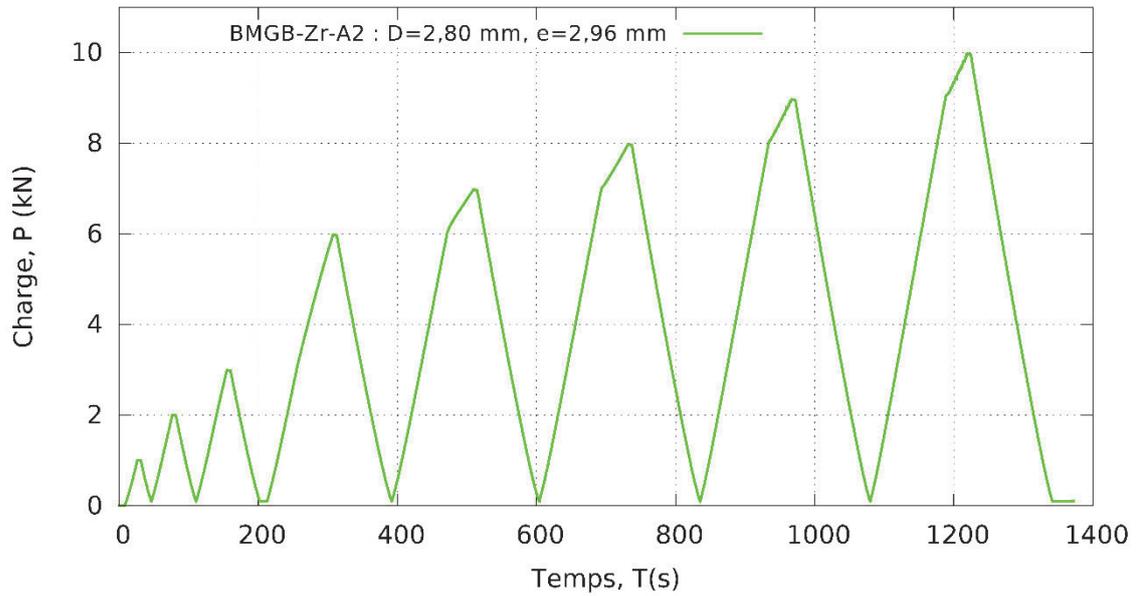


Figure II-4. Essai brésilien sur BMGB-Zr-A2 : Charge en fonction du temps

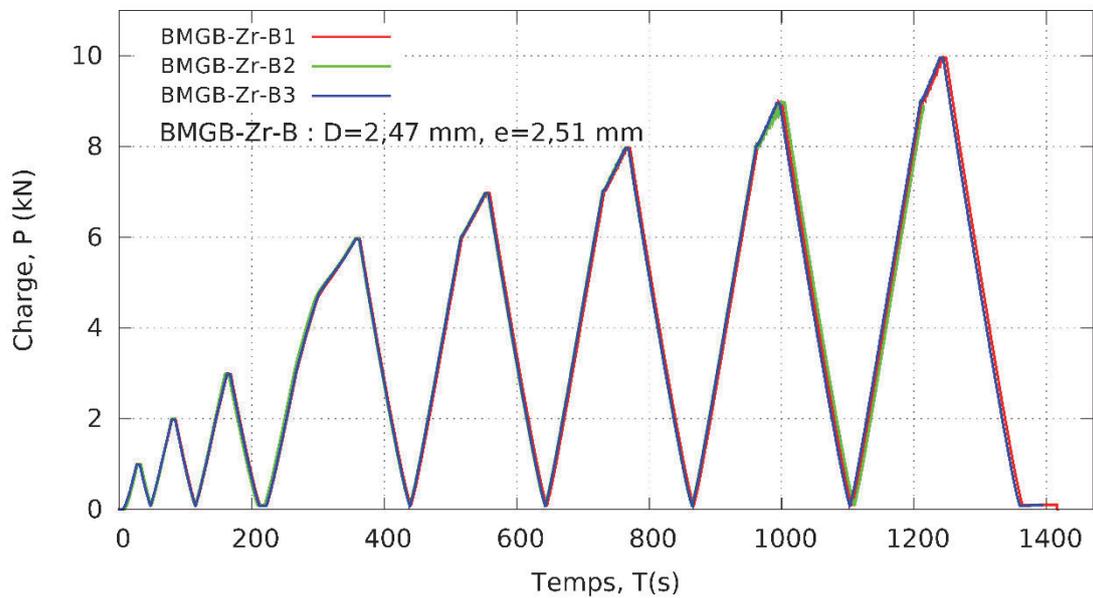


Figure II-5. Essai brésilien sur BMGB-Zr-B1, B2, B3 : Charge en fonction du temps

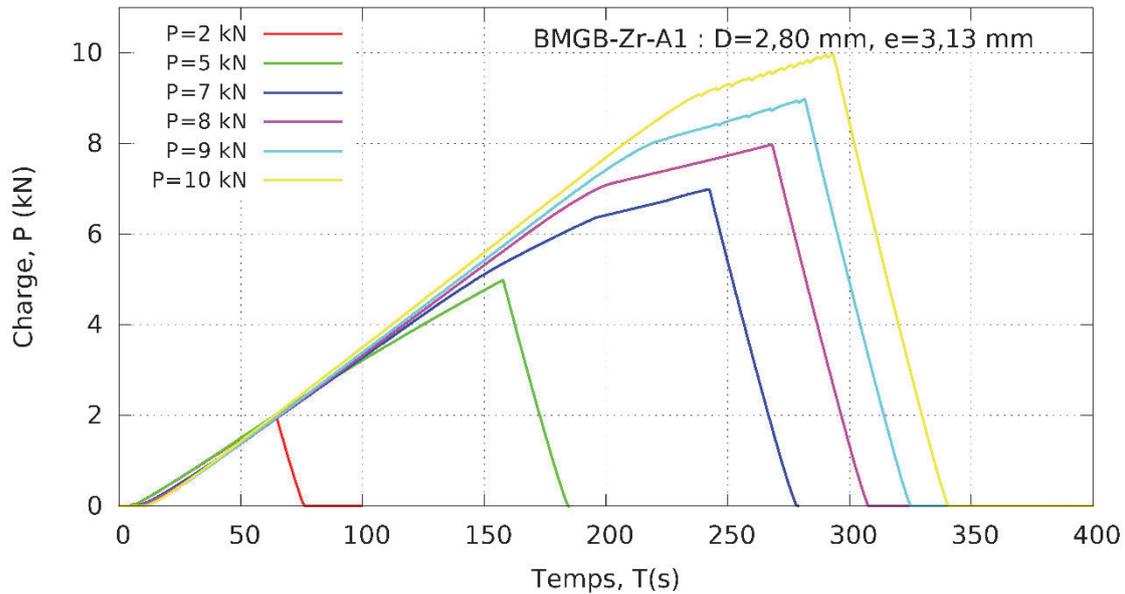


Figure II-6. Essai brésilien sur BMGB-Zr-A1 : Charge en fonction du temps

2.1.1.3. Indentation instrumentée

Le deuxième essai hétérogène exploité pour caractériser notre verre métallique est l'essai d'indentation instrumentée. Il consiste à enfoncer un pénétrateur (ou indenteur), dont les propriétés mécaniques et la géométrie sont connues, dans le matériau afin de le caractériser mécaniquement (module d'élasticité, dureté, comportement plastique, ...). L'extrême localisation de la sollicitation imposée – l'effort imposé est concentré sur une très petite surface – entraîne une forte hétérogénéité des champs de déformation et de contrainte au voisinage de l'indenteur. Les essais réalisés à charge imposée, illustrés par la Figure II-7, se décomposent en trois phases :

- Le chargement : une fois le contact établi, la charge croît à vitesse constante jusqu'à un seuil correspondant à l'effort maximum.
- Maintien : la charge maximale est maintenue pendant une durée donnée.
- Le déchargement : la charge diminue à vitesse constante jusqu'à son annulation, *i.e.* jusqu'à la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon.

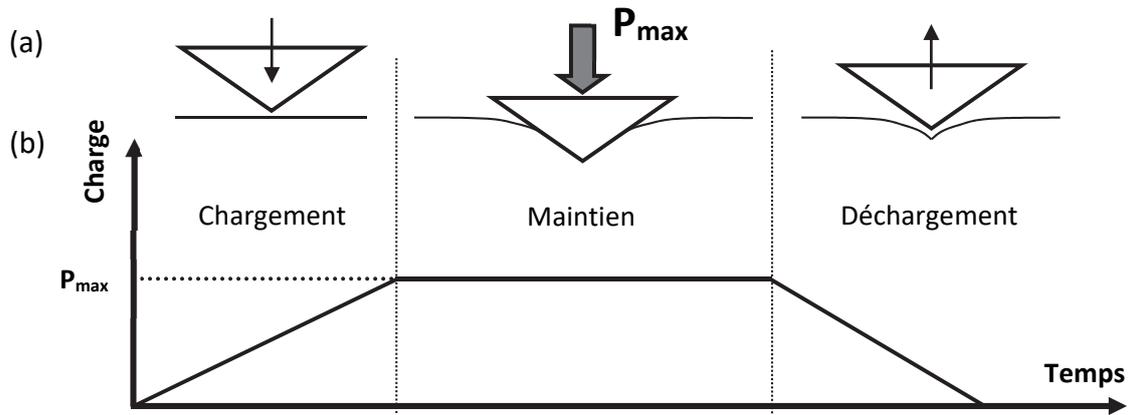


Figure II-7. Description d'un essai d'indentation piloté en effort (vitesses de chargement et de déchargement constantes) : (a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière, (b) Charge en fonction du temps [Bernard 2006]

L'essai d'indentation instrumentée se distingue de l'essai de dureté classique par la mesure du déplacement et de l'effort au cours de l'essai. L'analyse de la courbe effort/déplacement (Figure II-8-b) apporte des informations sur le comportement élastique, plastique et visqueux du matériau.

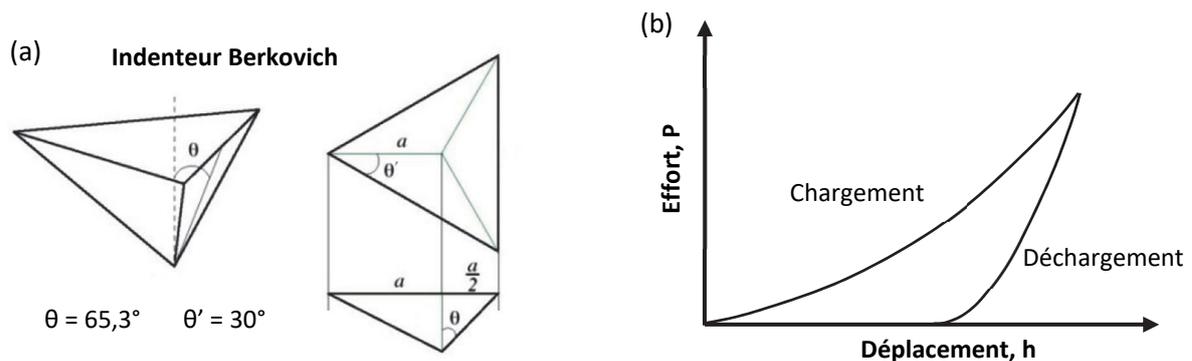


Figure II-8. (a) Géométrie de l'indenteur de type Berkovich utilisé. (b) Réponse typique d'un matériau élastoplastique à un essai d'indentation instrumentée. [Bernard 2006]

Les essais ont été réalisés sur un Nano Indenter XP de MTS équipé d'un indenteur pyramidal de type Berkovich (Figure II-8-a). L'échantillon testé, nommé BMGI-Zr-01, a la même géométrie que les éprouvettes de compression diamétrale avec $D = 2,80 \pm$

0,02 mm et $e = 2,31 \pm 0,02$ mm. La surface indentée est une des deux surfaces planes polies miroir.

La reproductibilité de l'essai a été validée par la confrontation de 25 résultats correspondant à autant d'indentations réparties suivant une grille de 5x5 empreintes sur la surface de l'échantillon. Une courbe représentative des 25 essais sera sélectionnée pour les analyses ultérieures. Les autres conditions d'essais sont résumées ci-dessous :

- Vitesse de charge / décharge : $\dot{P} = 30$ mN/s
- Charge maximum : $P_{max} = 490$ mN
- Temps de maintien : 30 s

L'observation micrographique de la surface indentée révèle des empreintes de forme triangulaire équilatérale partiellement entourées par des bandes de cisaillements circulaires (Figure II-9).

Précisons que l'essai d'indentation instrumentée sera exploité uniquement dans la partie « identification » de ce travail (Chapitre II, paragraphe 3, page 128).

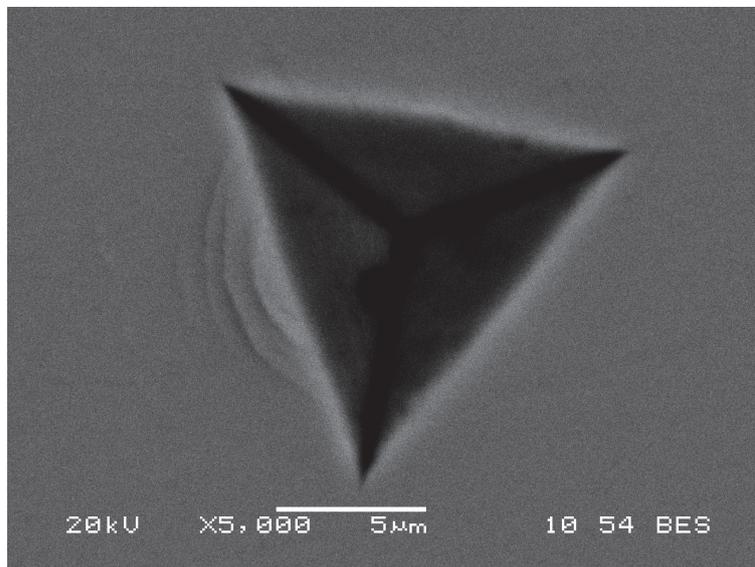


Figure II-9. Empreinte réalisée avec un indenteur Berkovich sur l'éprouvette BMGI-Zr-1

2.1.2. Résultats et analyses

Nous allons maintenant nous pencher sur les résultats expérimentaux des essais de compression diamétrale. A l'échelle macroscopique, dans un premier temps, par l'étude des courbes effort-déplacement, puis par l'observation des bandes de cisaillement à des échelles plus fines.

2.1.2.1. Courbes de charge-déplacement des essais brésiliens

Une première approche du comportement plastique du matériau consiste à analyser sa réponse à l'échelle macroscopique. Les courbes charge-déplacement représentatives des essais de compression diamétrale, tracées sur les [Figure II-10](#) et [Figure II-11](#), correspondent à l'évolution de la charge en fonction du déplacement relatif des plateaux de compression, *i.e.* la moyenne des valeurs enregistrées par les deux capteurs LVDT. Nous remarquons que l'allure générale des courbes de charge-déplacement est la même pour toutes les éprouvettes.

Les courbes de charge-déplacement sur la [Figure II-10](#) correspondent aux éprouvettes du lot BMGB-Zr-B. Les trois courbes de ce lot sont bien superposées. Parmi les 3 éprouvettes, seule la BMGB-Zr-B2 a rompu au cours de l'essai, à une charge proche de 9 kN.

Par contre, les courbes charge-déplacement des deux éprouvettes du lot BMGB-Zr-A ne sont pas superposées ([Figure II-11](#)). En effet, ces dernières ont des épaisseurs très différentes. Pour nous affranchir de cette variabilité, nous avons tracé les courbes de la charge linéique, *i.e.* la charge par unité d'épaisseur, en fonction du déplacement. Les courbes obtenues se superposent alors parfaitement ([Figure II-12](#)), mettant en évidence la reproductibilité des essais sur lot BMGB-Zr-A.

Nous remarquons également que les éprouvettes du lot BMGB-Zr-B sont plus déformées que celles du lot BMGB-Zr-A, car les dimensions du lot BMGB-Zr-B sont plus petites que celles du lot BMGB-Zr-A. Néanmoins, dans les deux types d'éprouvette, les bandes se localisent et se propagent de manière similaire. Mais cet aspect sera abordé dans le détail plus loin (cf. Paragraphe 2.1.2.2, à la page 74).

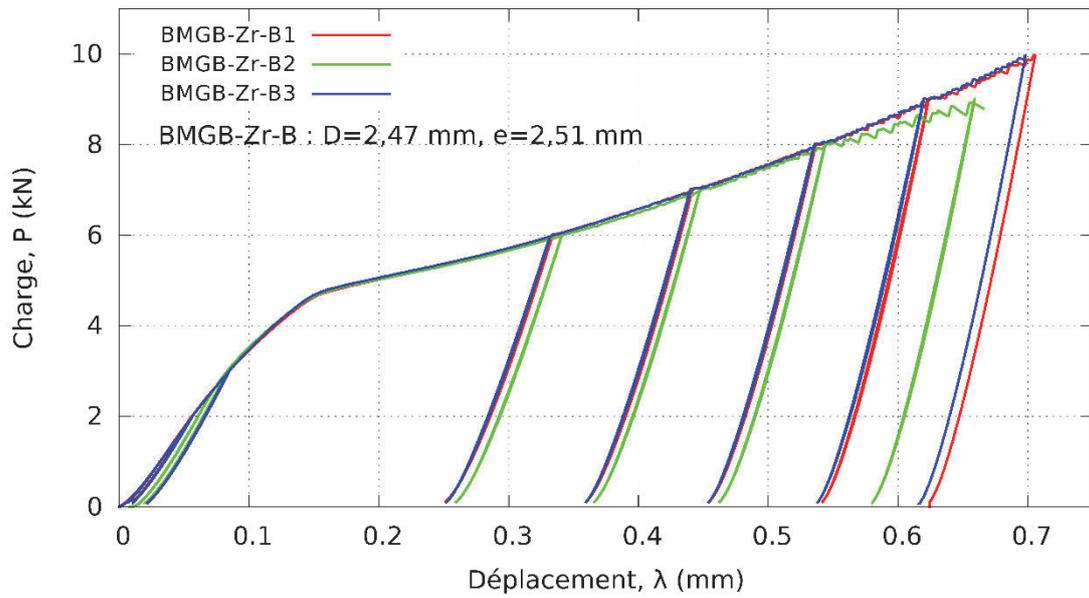


Figure II-10. Essai brésilien sur BMGB-Zr-lot B : Charge en fonction du déplacement

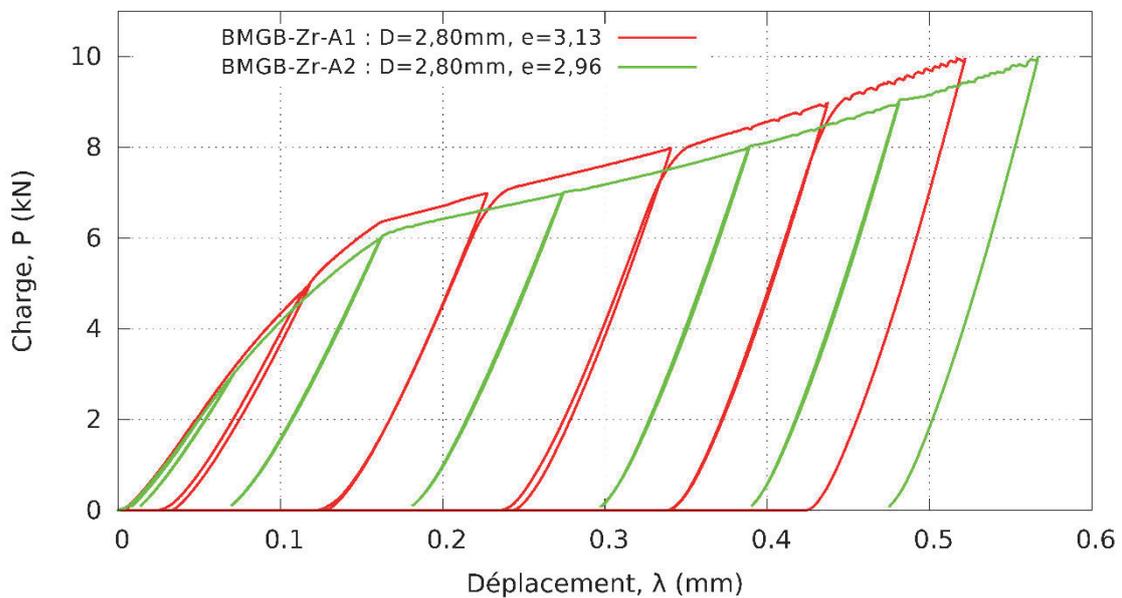


Figure II-11. Essai brésilien sur BMGB-Zr-lot A : Charge en fonction du déplacement

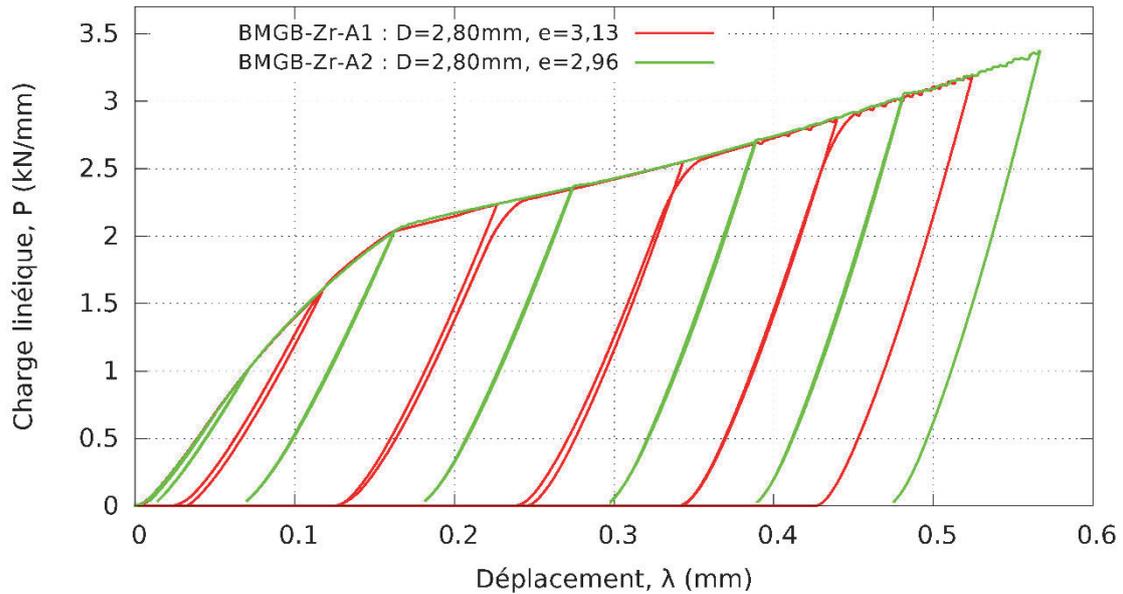


Figure II-12. Essai brésilien sur BMGB-Zr-lot A : Charge linéique en fonction de déplacement

Les courbes de force-déplacement de toutes les éprouvettes affichent une allure identique. On y distingue deux parties principales : le premier tronçon, non-linéaire avec une forte pente, et le second tronçon, quasi-linéaire de pente plus faible (Figure II-13).

Le premier tronçon de la courbe correspond à un développement de la plasticité au niveau des zones de contact avec les plateaux, du fait de la forte concentration de contraintes. Il en résulte un contact élastoplastique entre l'éprouvette et les plateaux de compression. Les premières bandes de cisaillement visibles sur les deux faces de l'éprouvette apparaissent à ce stade dans la zone de contact (cf. Paragraphe 2.1.2.2 à la page 74).

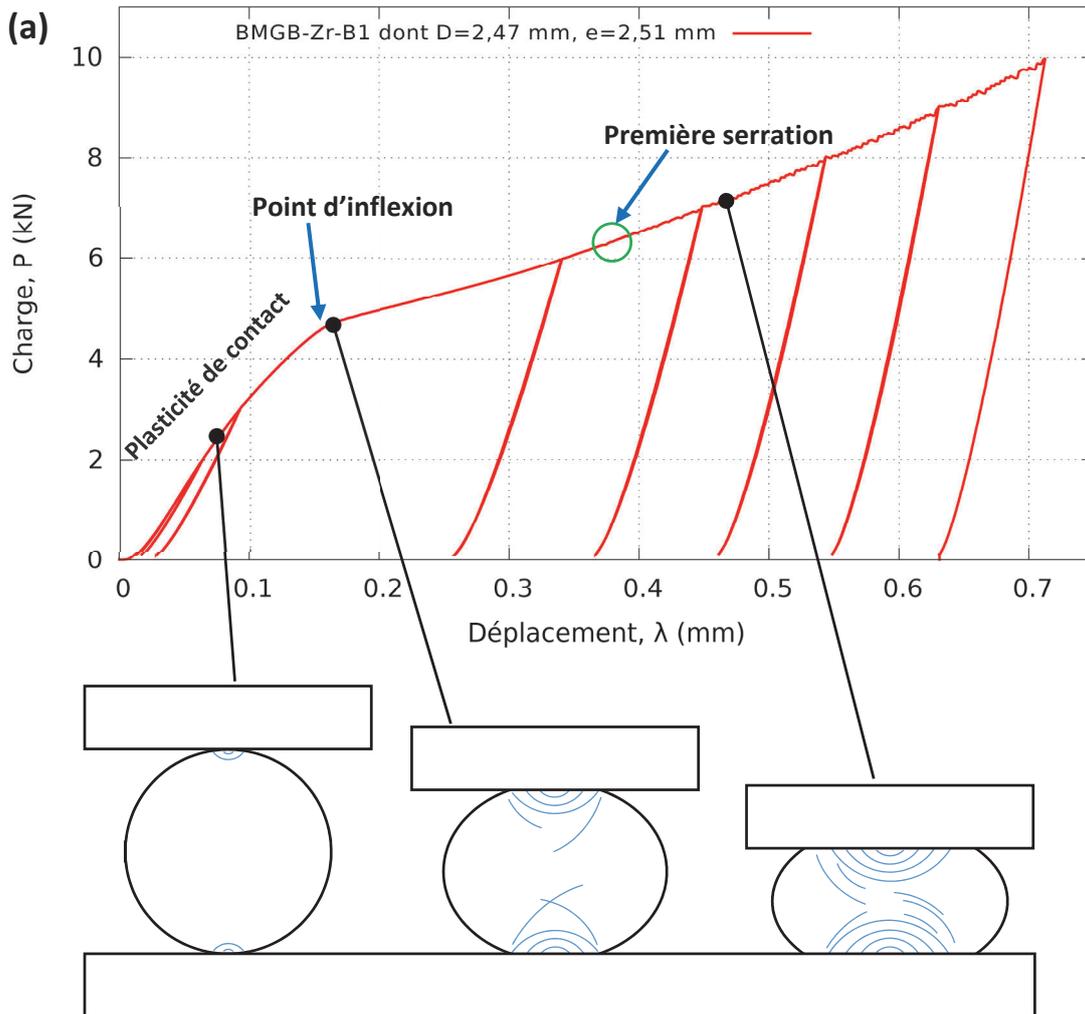


Figure II-13. Essai brésilien sur BMGB-Zr-B1: (a) Charge en fonction du déplacement, (b) Motifs caractéristiques des bandes de cisailage au cours de l'essai

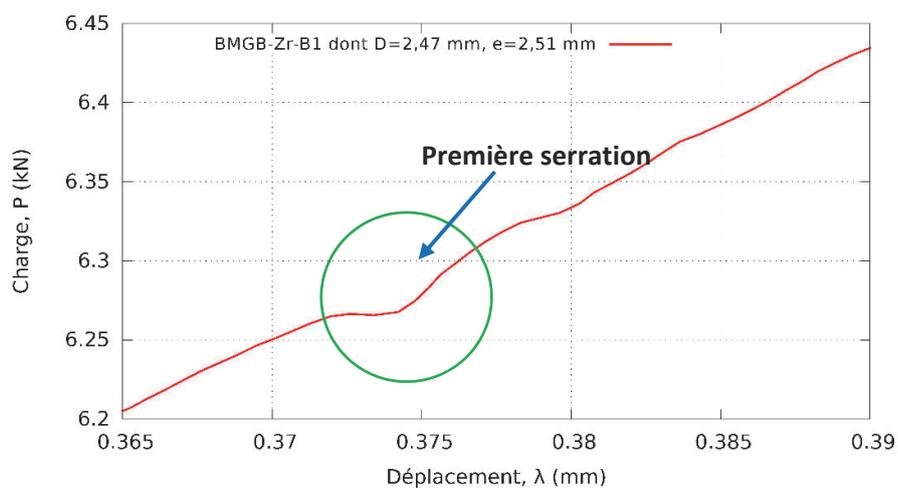


Figure II-14. Essai brésilien sur BMGB-Zr-B1 : Charge en fonction du déplacement – Observation de la première serration

La transition entre ce domaine et le suivant est marquée par un net point d'inflexion situé, pour les éprouvettes du lot BMGB-Zr-B, à un déplacement $\lambda = 0,16 \text{ mm}$ et à une charge $P = 4,50 \text{ kN}$ (Figure II-10) et, pour le lot BMGB-Zr-A, à un déplacement autour de $\lambda = 0,16 \text{ mm}$ et à une charge autour de $P = 6 \text{ kN}$ pour le lot BMGB-Zr-A (Figure II-11).

Le début du deuxième tronçon correspond au moment où les bandes de cisaillement, après s'être suffisamment propagées depuis chaque côté de l'éprouvette, se rejoignent en son cœur. C'est une sorte de « rotule plastique » qui se crée alors, comme on peut en observer dans les poutres en flexion par exemple. Dans notre cas, il y a suffisamment de matière non plastifiée dans le reste de l'échantillon pour que la pente de la courbe reste non nulle [Brest 2014][Brest et al. 2014].

Sur ce deuxième tronçon, de nombreuses serrations (caractère dentelé) apparaissent pour des niveaux de déplacement ou de charge plus importants. La première serration est observée à partir d'un point proche de $\lambda = 0,375 \text{ mm}$ et $P = 6,27 \text{ kN}$ (Figure II-13, Figure II-14). L'apparition de ces serrations est liée au mécanisme de déformation et d'endommagement de ces matériaux. L'essai brésilien n'est pas le seul à générer un tel phénomène. En effet, dans le cadre de déformations hétérogènes sous compression uniaxiale, plusieurs chercheurs [Song et al. 2008][Song & Nieh 2009][Wright et al. 2001] ont également observé l'apparition de serrations sur les courbes force-déplacement sur les verres à base Zr. Si, dans le cas de la compression uniaxiale, les serrations sont une conséquence de la propagation de bandes de cisaillement, dans le cas de la compression diamétrale, les causes de ce phénomène peuvent être diverses. Il peut s'agir de plasticité localisée aux niveaux des bandes de cisaillement ou bien de glissement entre ces bandes sous l'effet de la contrainte. La propagation des bandes de cisaillement jusqu'aux surfaces de contact avec les plateaux peut aussi être pointée comme une cause de ces serrations. Plus ou moins importantes, ces serrations apparaissent sur toutes les courbes de charge-déplacement. Pour l'éprouvette BMGB-Zr-B2, qui rompt au cours du 5^{ème} cycle de chargement, ces serrations sont beaucoup plus importantes que pour les autres (Figure II-10).

2.1.2.2. Evolution des géométries et des bandes de cisaillement

L'éprouvette BMGB-Zr-A1 a été retirée des plateaux à chaque fin de cycle pour être observée par Microscopie Electronique à Balayage (JEOL-JSM-6460LV). Ses deux faces sont nommées Face 1 et Face 2. Les autres éprouvettes ne sont observées au MEB qu'à la fin des essais.

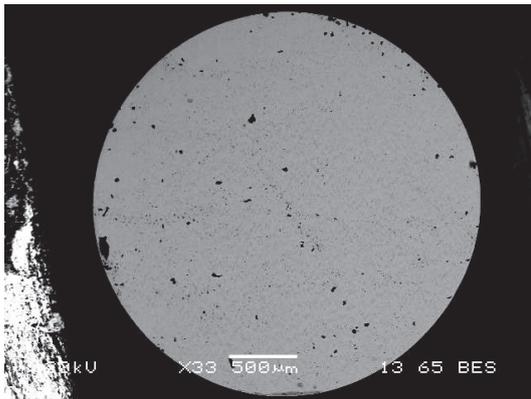
Ces essais brésiliens interrompus sur l'éprouvette BMGB-Zr-A1 permettent d'observer l'évolution macroscopique de l'éprouvette (évolution de la forme globale de l'éprouvette), mais aussi les phénomènes microscopiques (observation locale), comme la formation et la propagation des bandes de cisaillement débouchant sur les faces de l'éprouvette, ainsi que la transformation en fissure de certaines d'entre elles (Figure II-15, Figure II-16, Figure II-17, Figure II-18).

Les images de la Figure II-15 présentent l'évolution macroscopique de la géométrie de l'éprouvette BMGB-Zr-A1 à différents niveaux de charge. Sur ces images, la déformation plastique macroscopique semble devenir prépondérante à partir d'une charge d'environ 5 kN, comme le suggère l'apparition de méplats au niveau des zones de contact avec les plateaux (Figure II-15-b). Si l'on revient sur la courbe charge-déplacement de la Figure II-11, on remarque que cette charge d'environ 5 kN est associée au changement de pente caractéristique de la courbe qui marque la transition entre les deux modes de déformation au cours de l'essai.

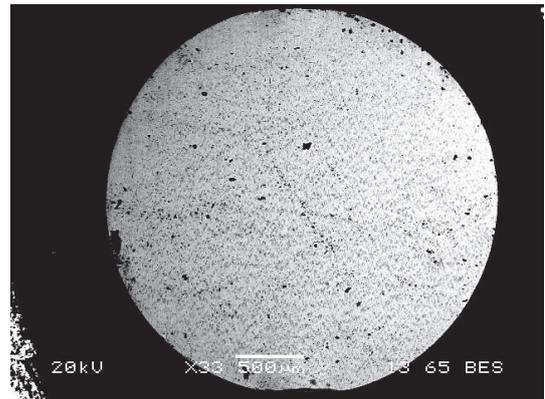
Les images MEB prises proches du contact, sur la Face 1 de l'éprouvette BMGB-Zr-A1, montrent que des bandes de cisaillement en forme de demi-cercle sont déjà présentes pour une charge de 2 kN (Figure II-15-a, Figure II-16-a). Ensuite, des bandes fines se forment rapidement et leur nombre augmente au cours du chargement (Figure II-16, b, c, d, e, f).

Pour la Face 1 de BMGB-Zr-A1, des bandes de cisaillement apparaissent au cœur de l'éprouvette à partir d'une charge de 7 kN (Figure II-17). Ces bandes sont orientées suivant deux directions privilégiées (à environ 45° et -45° par rapport à la direction de l'effort de compression) et se croisent à la manière d'un « χ ». Les plus grandes bandes, dites bandes principales, ne se croisent pas au centre de l'éprouvette, mais forment un losange dont le centre semble coïncider avec le centre de l'éprouvette (Figure II-15, Figure II-17, Figure II-18). A la charge de 7 kN, de fortes discontinuités du champ de déplacement apparaissent le long de certaines bandes de cisaillement (Figure II-17-c, Figure II-18), ce qui suggère que certaines bandes dégénèrent en fissures (Figure II-17, Figure II-18). Ce même phénomène a été observé dans d'autres éprouvettes (Figure II-20).

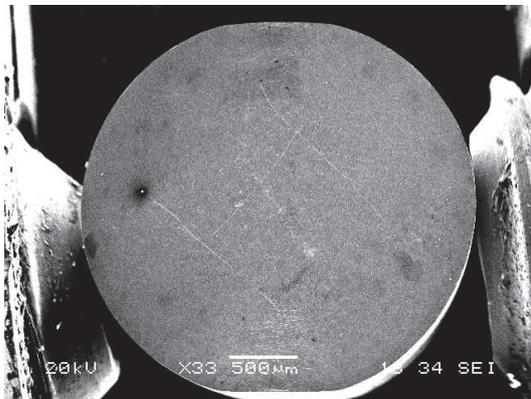
La Face 2 de l'éprouvette BMGB-Zr-A1 n'a été observée (Figure II-15-f) qu'à la charge de 10 kN, *i.e.* à la fin de l'essai. Contrairement à la Face 1, les bandes suivent une seule des deux directions privilégiées et la bande de cisaillement principale passe par le centre de l'éprouvette. Nos observations suggèrent que ces bandes de cisaillement s'initient au centre de l'éprouvette et se propagent jusqu'aux zones de contact avec les plateaux.



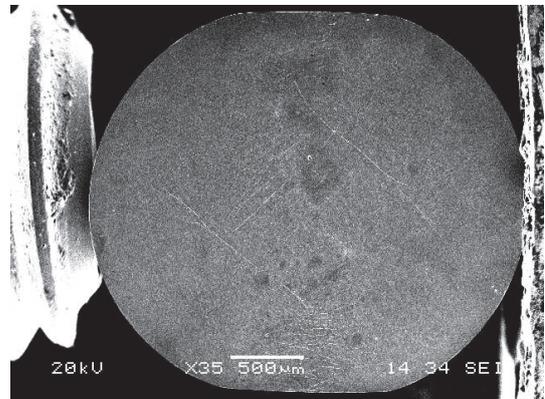
(a) : Face 1 - $P = 2 \text{ kN}$



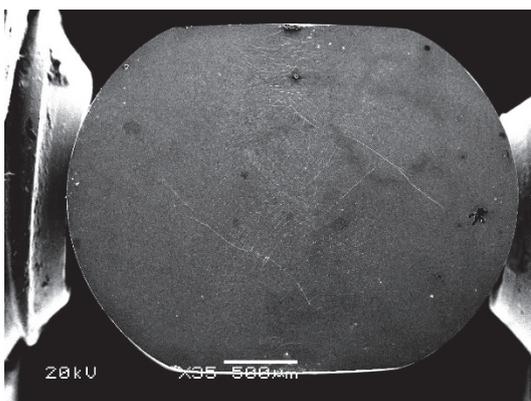
(b) : Face 1 - $P = 5 \text{ kN}$



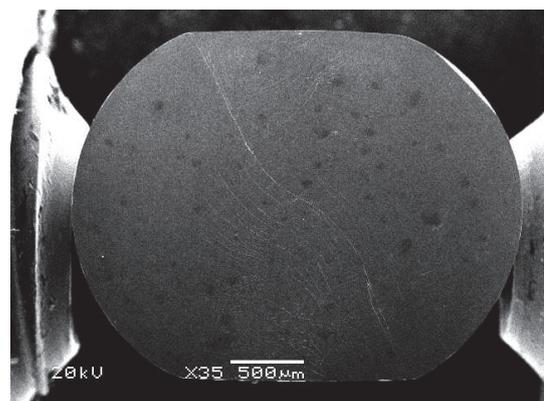
(c) : Face 1 - $P = 7 \text{ kN}$



(d) : Face 1 - $P = 9 \text{ kN}$

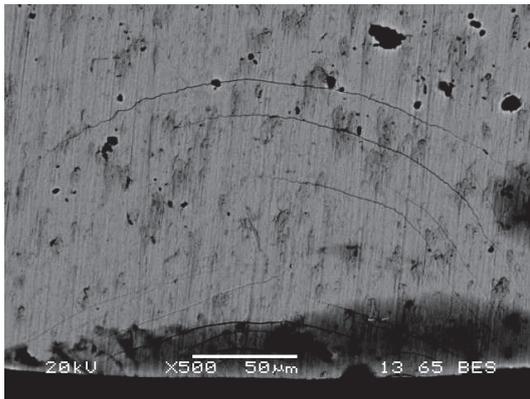


(e) : Face 1 - $P = 10 \text{ kN}$

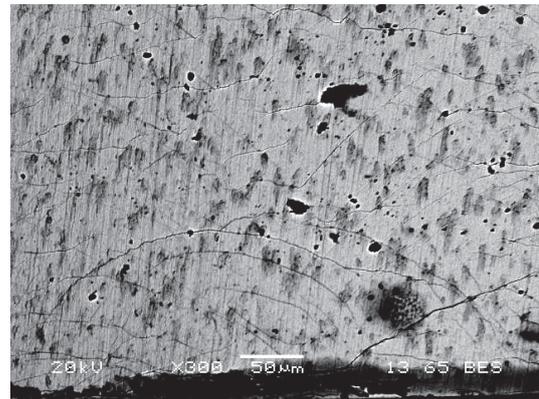


(f) : Face 2 - $P = 10 \text{ kN}$

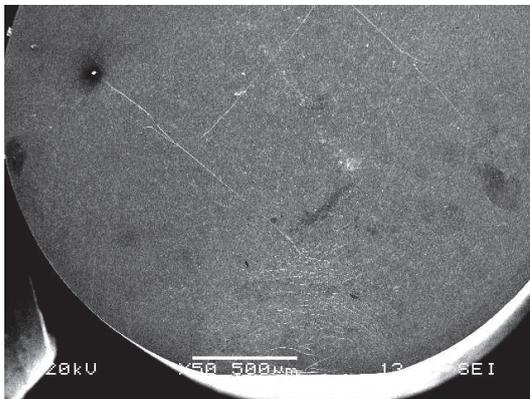
Figure II-15. BMGB-Zr-A1 : Evolution de l'éprouvette - vue globale



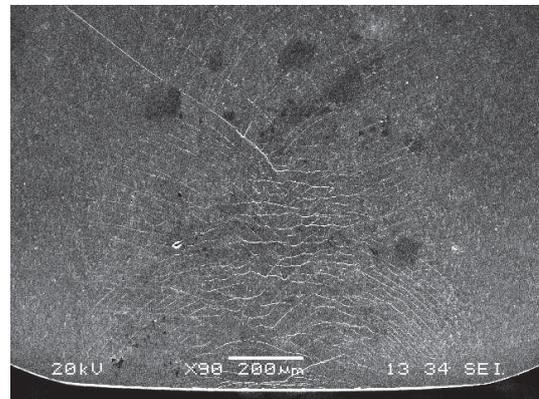
(a) Face 1 : $P = 2 \text{ kN}$



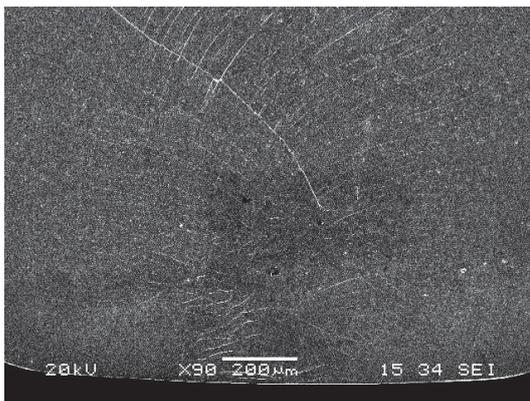
(b) Face 1 : $P = 5 \text{ kN}$



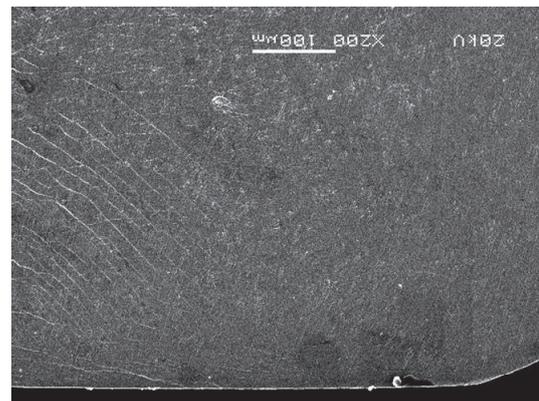
(c) Face 1 : $P = 7 \text{ kN}$



(d) Face 1 : $P = 8 \text{ kN}$

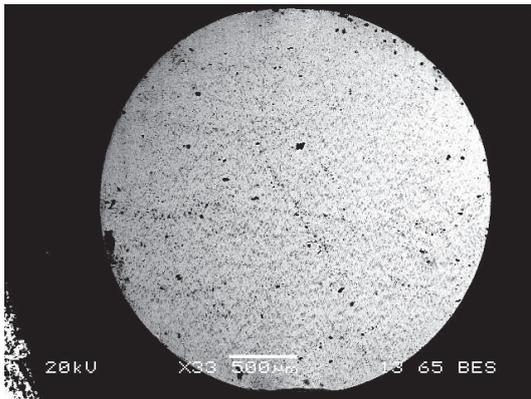


(e) Face 1 : $P = 9 \text{ kN}$

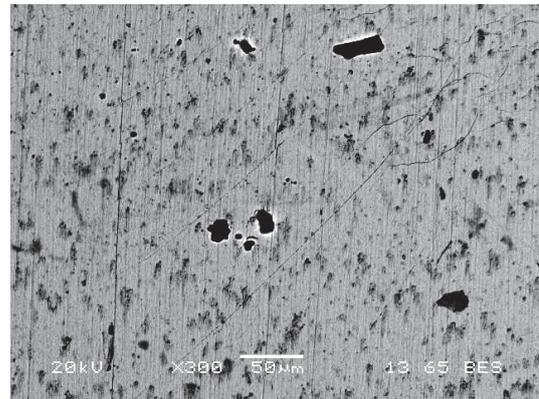


(f) Face 1 : $P = 10 \text{ kN}$

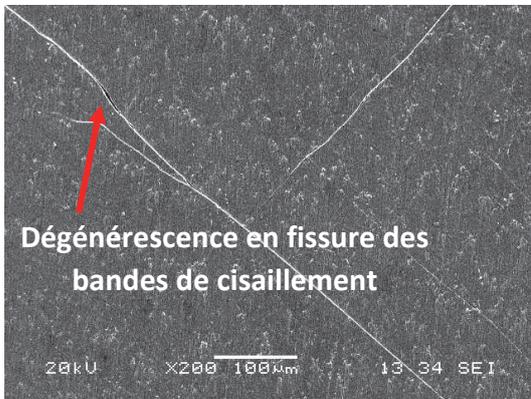
Figure II-16. BMGB-Zr-A1: Observation de l'éprouvette près du contact, de la charge de 2 kN jusqu'à 10 kN - Face 1



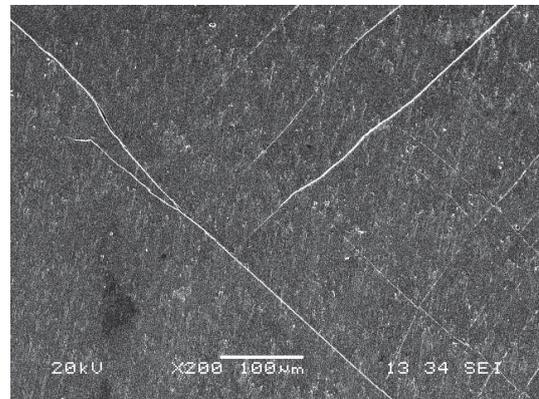
(a) Face 1 : $P = 2 \text{ kN}$



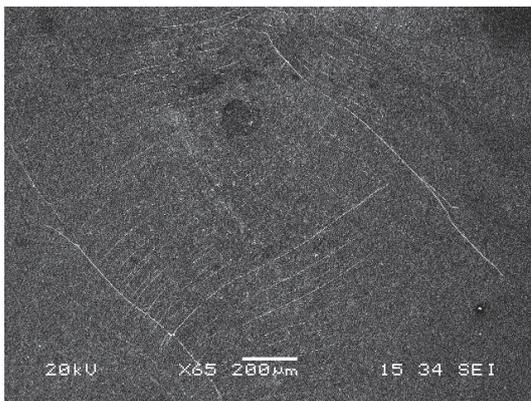
(b) Face 1 : $P = 5 \text{ kN}$



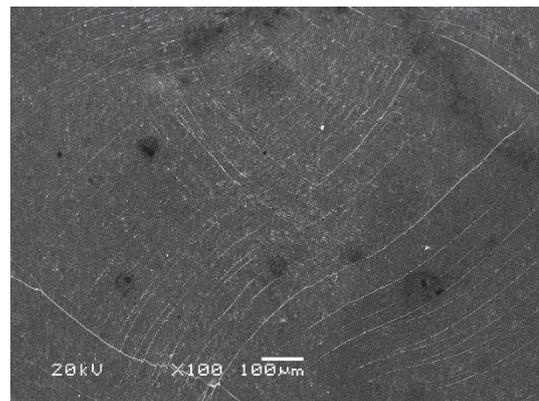
(c) Face 1 : $P = 7 \text{ kN}$



(d) Face 1 : $P = 8 \text{ kN}$



(e) Face 1 : $P = 9 \text{ kN}$



(f) Face 1 : $P = 10 \text{ kN}$

Figure II-17. BMGB-Zr-A1: Observation de la zone à cœur de l'éprouvette depuis la charge 2 kN jusqu'à 10 kN - Face 1

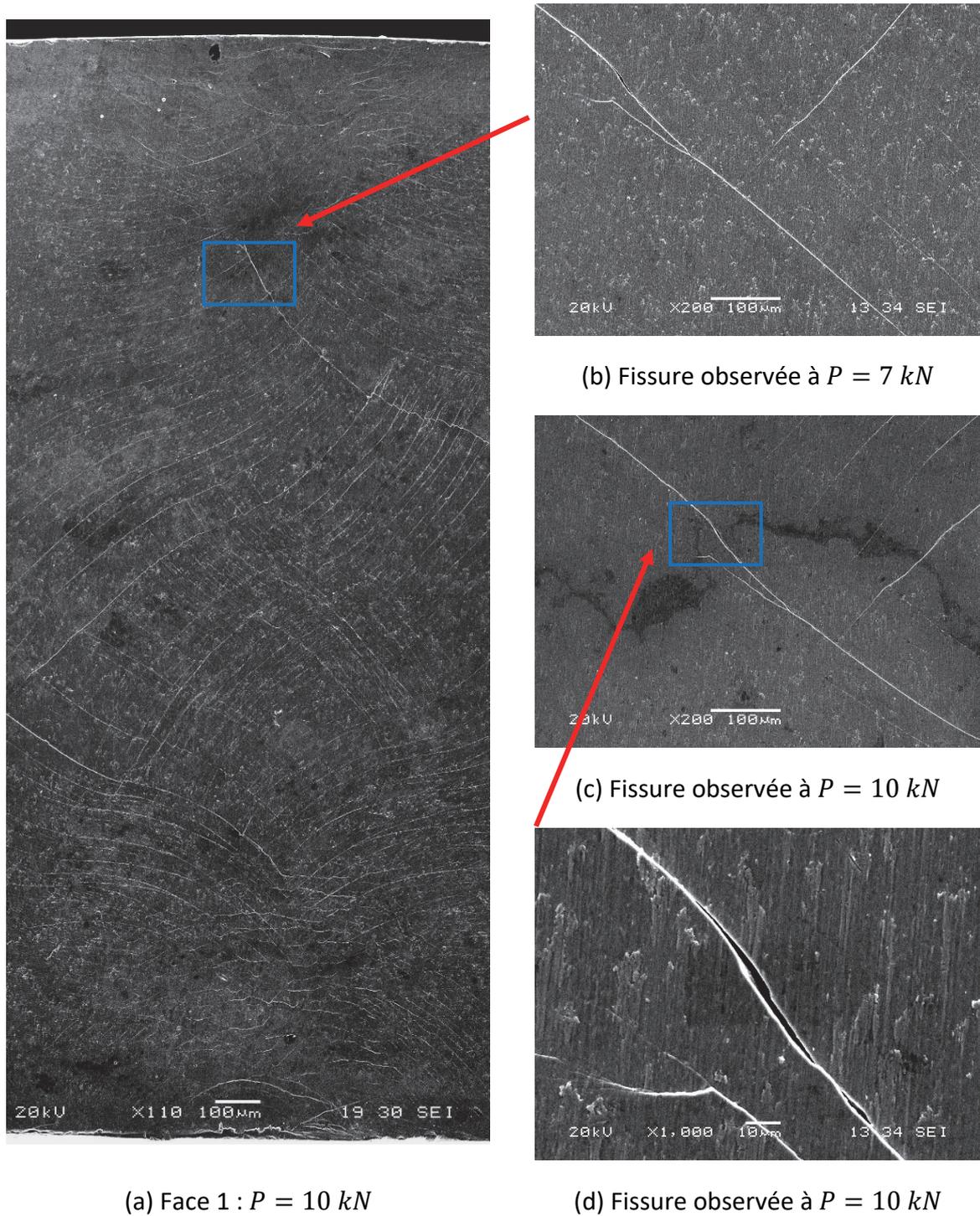
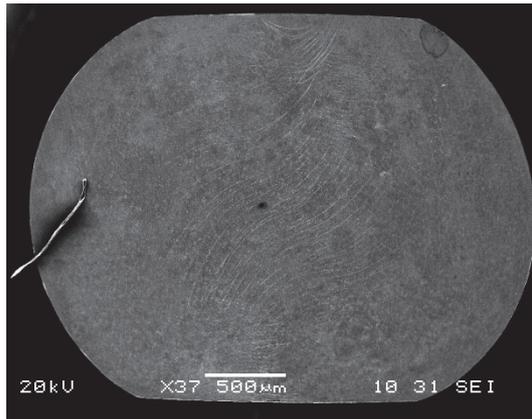
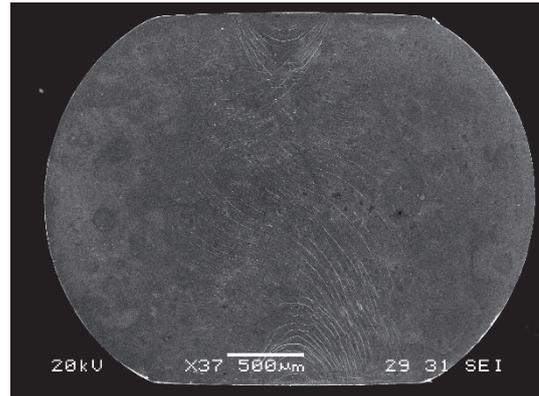


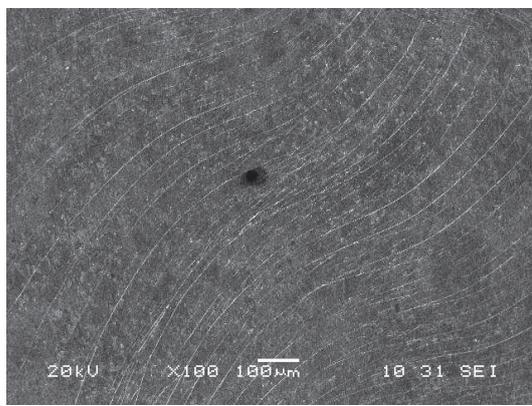
Figure II-18. BMGB-Zr-A1: Observation d'une fissure apparue le long d'une bande de cisaillement - Face 1



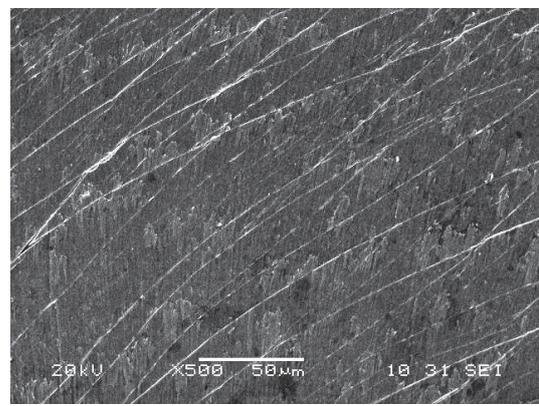
(a) Face 1 – Vue globale



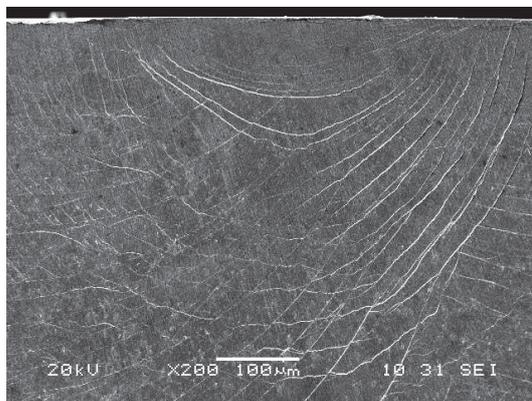
(b) Face 2 – Vue globale



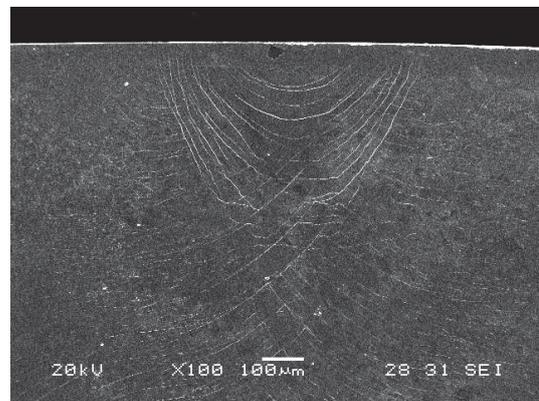
(c) Face 1 – Zone cœur



(d) Face 1 – Zone cœur



(e) Face 1 – Contact



(f) Face 2 – Contact

Figure II-19. BMGB-Zr-A2 : Observation de l'éprouvette déformée pour une charge de 10 kN

Les images MEB des deux faces de l'éprouvette BMGB-Zr-A2 (Figure II-19) montrent également que les bandes suivent une seule des deux directions privilégiées au centre de l'éprouvette (comme pour la face 2 de l'éprouvette BMGB-Zr-A1). Sur la face 2 de

l'éprouvette BMGB-Zr-A2, au voisinage du contact avec les plateaux, les bandes sont plus étirées verticalement, *i.e.* de forme semi-elliptique plutôt que semi-circulaire.

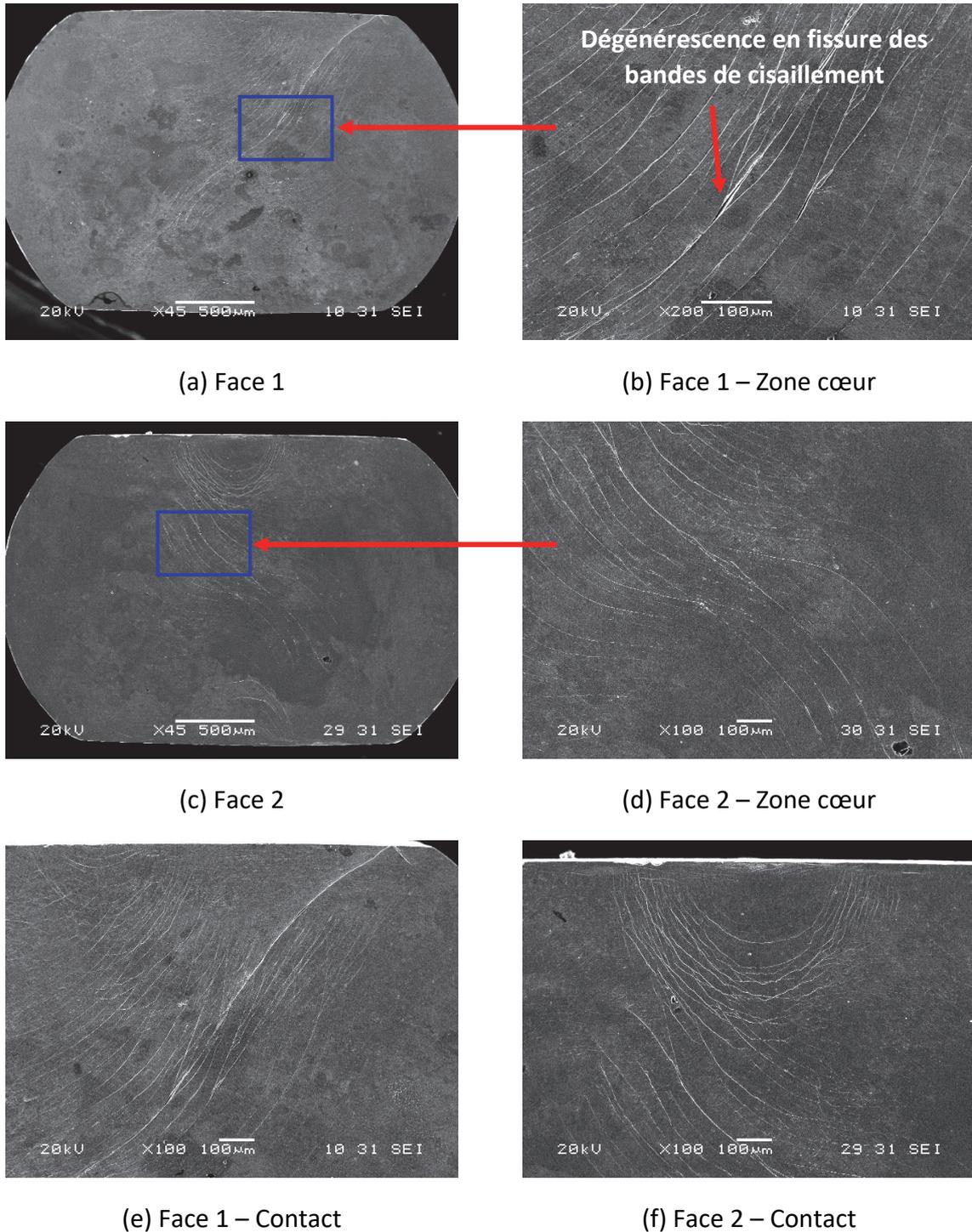


Figure II-20. BMGB-Zr-B1 : Observation de l'éprouvette déformée pour une charge de 10 kN

L'observation de l'éprouvette BMGB-Zr-B1 (Figure II-20) montre que la propagation des bandes de cisaillement est similaire à celle des éprouvettes du lot BMGB-Zr-A. On remarque qu'à une même échelle, les bandes principales de BMGB-Zr-B (Figure II-20-a), sont plus prononcées que celles de BMGB-Zr-A2 (Figure II-19-a).

Pour l'éprouvette BMGB-Zr-B3, on observe clairement sur les faces 1 et 2 que la déformation se localise sous forme de bandes de cisaillement se croisant suivant un « χ » au centre de l'éprouvette (Figure II-21-a, Figure II-21-c). Cela marque une différence avec la face 2 de BMGB-Zr-A1, les deux faces de BMGB-Zr-A2 et les deux faces de BMGB-Zr-B1 sur lesquelles la propagation des bandes de cisaillement est plus prononcée dans une direction (Figure II-15, Figure II-19, Figure II-20). De plus, si l'on agrandit suffisamment la zone au cœur de cette éprouvette, nous observons d'autres croisements des bandes de cisaillement, plus excentrées, comme l'indiquent les carrés bleus sur la Figure II-22.

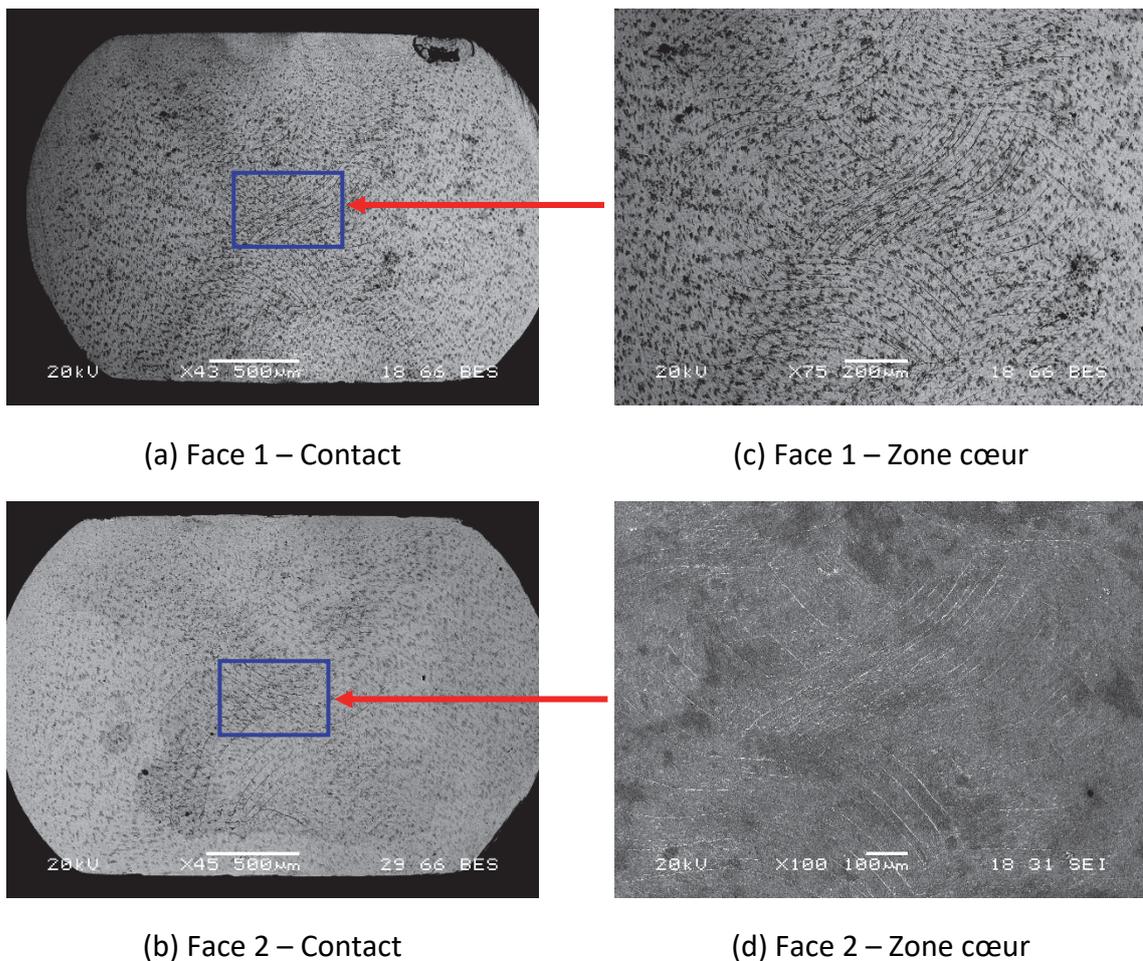


Figure II-21. BMGB-Zr-B3 : Observation de la surface de rupture pour une charge de 10 kN

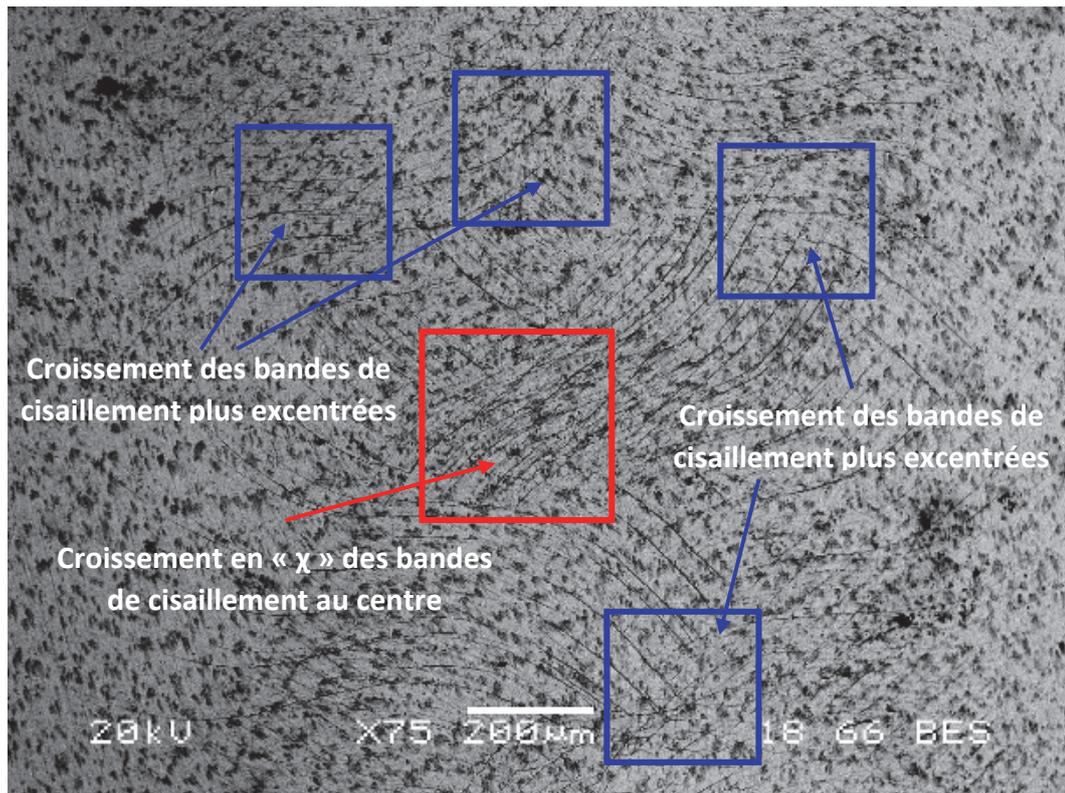
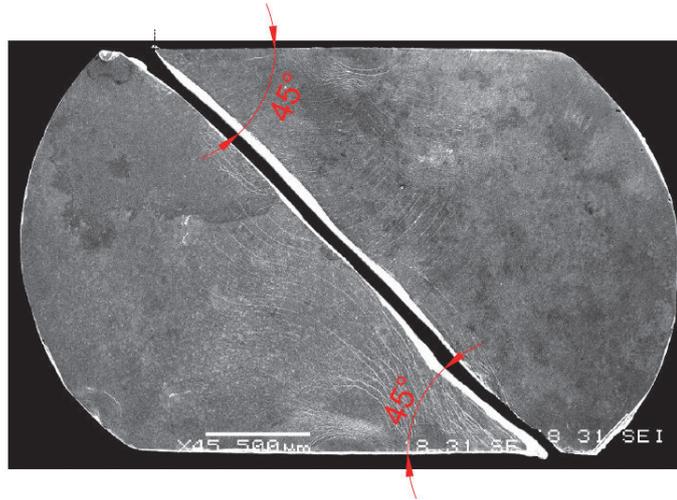
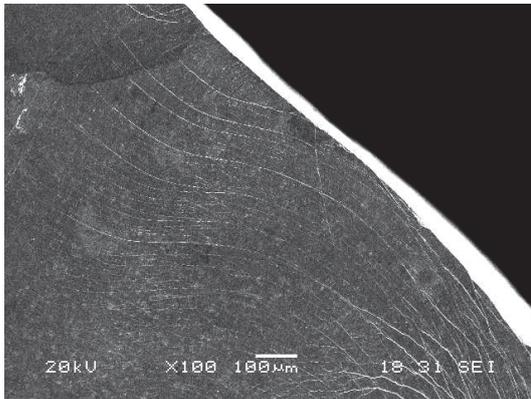


Figure II-22. BMGB-Zr-B3 : Vue zoomée de la Figure II-21-c

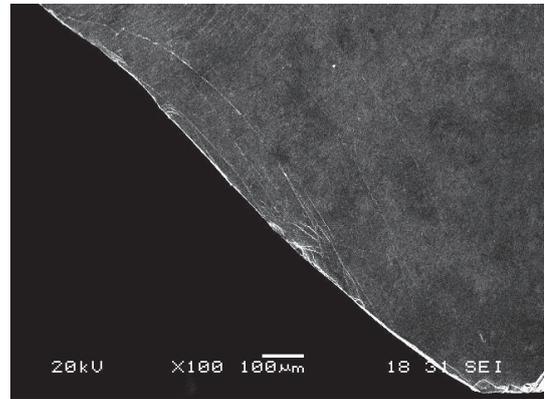
La Figure II-23 présente les fragments de l'éprouvette BMGB-Zr-B2 après rupture. Les deux morceaux sont presque miroirs l'un de l'autre (Figure II-23-a). La localisation des bandes de cisaillement et leur schéma de propagation sont similaires à ceux des autres éprouvettes de ce lot. Par contre, la localisation de la déformation dans les bandes est plus importante ici, ce qui a vraisemblablement facilité la formation des fissures qui ont entraîné la rupture de l'éprouvette. Le plan de rupture fait environ 45° par rapport à la direction de l'effort de compression, ce qui rappelle l'orientation des bandes de cisaillement observées au centre de l'éprouvette (Figure II-23). Le chemin de rupture joint les extrémités des deux zones de contact éprouvette / plateaux de compression.



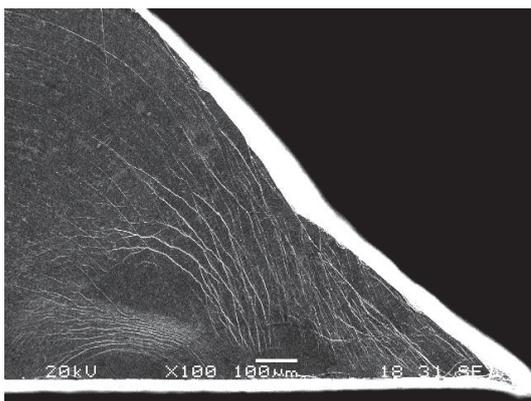
(a) Les deux morceaux de l'éprouvette rompue



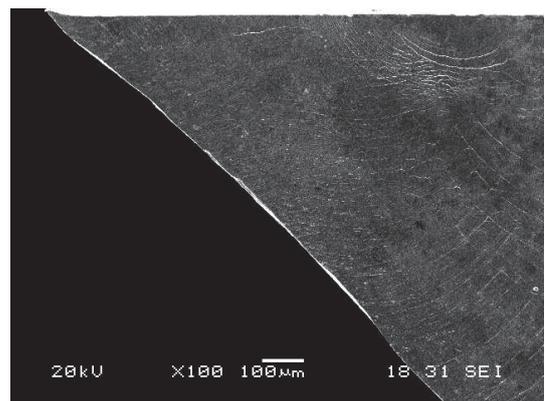
(b) Morceau 1 – Zone à cœur



(c) Morceau 2 – Zone à cœur



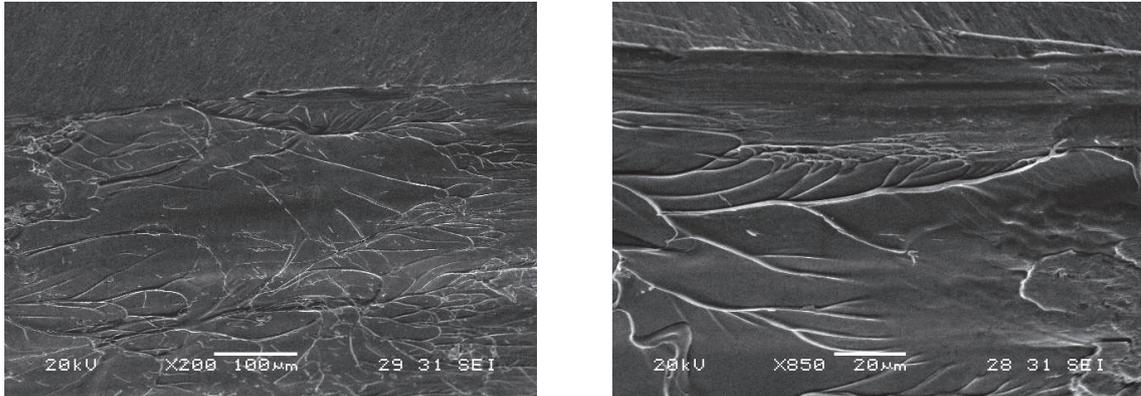
(d) Morceau 1 – Zone proche du contact



(e) Morceau 2 – Zone proche du contact

Figure II-23. BMGB-Zr-B2 : Observation de l'éprouvette après la rupture

La surface de rupture de cette même éprouvette BMGB-Zr-B2, rompue pour une charge proche de 9 kN, a elle aussi été imagée par MEB. Les images de la [Figure II-24](#) montrent les motifs veinés typiques des surfaces de rupture des verres métalliques (On peut citer à titre d'exemple, parmi la multitude d'observations disponibles dans la littérature, celles de [\[Zhang et al. 2003\]](#) et [\[Brest 2014\]](#)).



(a) Motifs veinés

(b) Motifs veinés zoomés

Figure II-24. BMGB-Zr-B2 : Observation de la surface de rupture

2.1.2.3. Bilan des observations sur l'évolution de la géométrie et des bandes de cisaillement

Ces observations aux échelles macroscopique et microscopique mettent en évidence le scénario de la propagation des bandes de cisaillement ([Figure II-25](#)). Les schémas de propagation des bandes se font suivant deux directions privilégiées, symétriques par rapport à la direction de compression. Sur certaines faces, les bandes sont plus prononcées dans une de ces deux directions principales ([Figure II-25](#)).

Les images MEB issues du BMGB-Zr-A1 montrent la formation de fines bandes sous la forme d'arc ou de demi-cercle très tôt au niveau des contacts avec les plateaux de compression. Plus tard d'autres bandes orientées, elles, à environ 45° par rapport à la direction de chargement apparaissent. Leur nombre, leur densité et intensité augmentent ensuite à mesure qu'elles se propagent vers le centre de l'échantillon. Les bandes de cisaillement, orientées suivant les deux directions décrites précédemment, se croisent donc logiquement à la manière d'un « χ » au centre de l'éprouvette [Figure II-25-b](#). Ces observations rejoignent les résultats issus d'essais brésiliens pratiqués sur le même verre par [\[Brest 2014\]](#).

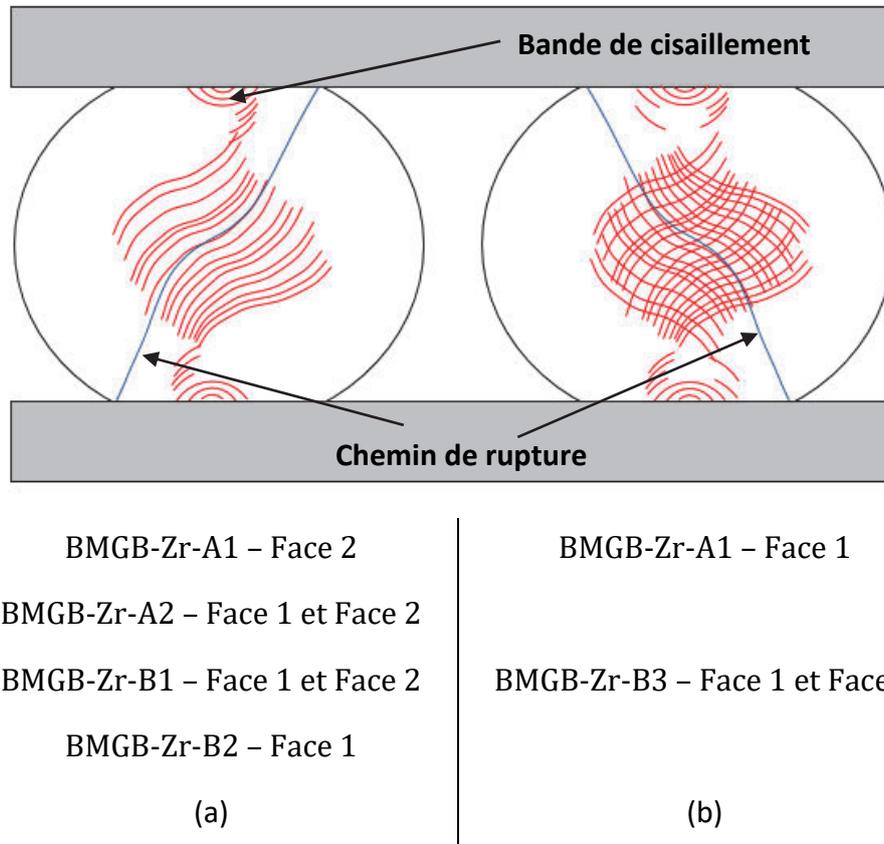


Figure II-25. Motifs de propagation des bandes de cisaillement pour le verre métallique à base Zr en compression diamétrale : (a) Propagation privilégiée dans une direction, (b) Propagation dans les deux directions

Pour certaines éprouvettes, les bandes de cisaillement sont plus nombreuses et plus prononcées dans une des deux directions (Figure II-25-a) et, parfois même, sur une seule des deux faces d'une même éprouvette. Le motif au centre de l'échantillon est alors composé d'une multitude de bandes similaires à des « / », *i.e.* un demi « χ ». Ce phénomène semble trahir un défaut de symétrie dans le dispositif expérimental. Cette imperfection peut être attribuée à un léger défaut de parallélisme des plateaux ou encore à une légère conicité de l'éprouvette, idéalement cylindrique. Néanmoins, cela ne signifie pas que toutes les bandes de cisaillement sont dans cette direction. Une analyse du motif à plus petite échelle peut mettre en évidence des bandes plus fines orientées dans la direction opposée. C'est le cas de l'éprouvette BMGB-Zr-B2, qui présente par ailleurs une rupture prématurée (Figure II-23).

La Figure II-25 décrit schématiquement les deux types de motif de bandes rencontrés et identifie les faces des éprouvettes qui s'y rapportent. L'éprouvette BMGB-Zr-A1 est un exemple d'éprouvette présentant un type de motif différent sur chacune de ces deux faces (Figure II-15).

A ce stade, nous pouvons conclure que l'essai brésilien, dans le cadre de notre étude sur les verres métalliques à base Zr, a le grand avantage d'être reproductible, d'une part, lorsque l'on mesure des grandeurs physiques globales et macroscopiques (effort, déplacement), mais aussi, lorsque l'on s'intéresse à des phénomènes à des échelles plus petites, telles que la localisation des déformations dans des bandes de cisaillement ou la fissuration. Nous allons maintenant aller plus loin dans la quantification de la déformation locale.

2.2. Quantification de la déformation

Dans ce paragraphe, nous cherchons à obtenir de manière quantitative des informations sur la déformation plastique locale et, tout particulièrement, sur les bandes de cisaillement. Cela consiste à mesurer et/ou à quantifier les champs de déplacement et de déformation dans l'éprouvette. Nous nous tournons pour ce faire vers des techniques d'imagerie quantitatives de corrélation d'images. En effet, la corrélation d'images, est une technique de mesure de champs mécaniques locales en surface, voire même dans le volume, reposant sur le suivi de marquages déposés sur la zone étudiée à partir d'images acquises à différents stades du chargement, le plus souvent par moyen optique [Grédiac & Hild 2011]. La méthode de corrélation d'images s'appuie sur la comparaison d'images numériques d'une zone surfacique étudiée dans deux configurations mécaniques [Dexet 2006].

Nous cherchons ici à déterminer les champs de déformation par la méthode de corrélation d'images MEB de la surface d'une éprouvette soumise à un essai brésilien in-situ. Ces essais mécaniques ont été réalisés et post-traités au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) de l'Ecole Polytechnique⁵.

2.2.1. Préparation des éprouvettes

La préparation des éprouvettes a déjà été décrite dans le paragraphe 2.1.1.1 (page 60). Nous devons toutefois y ajouter une étape indispensable. Il s'agit de déposer un motif sur une face de chaque éprouvette. Celui-ci permettra de suivre la déformation à la

⁵ Nous tenons à remercier vivement M. Alexandre Tanguy, Ingénieur d'études, Simon Hallais, Technicien et Mme Eva Hériprié, Ingénieur de recherche au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) de l'Ecole Polytechnique, pour leur aide précieuse sur la préparation des éprouvettes (micro-électro-lithographie), les essais brésiliens sous MEB et la corrélation d'images.

surface de l'éprouvette par corrélation d'images. Les motifs utilisés sont des micro-grilles d'épaisseur très fine ($\sim 0,8 \mu m$) et avec un pas de grille de $4 \mu m$. Elles sont créées par micro-électro-lithographie.

Le protocole de micro-lithographie est détaillé dans l'ANNEXE A (page 239). Seules deux éprouvettes présentent à l'issue de cette étape une zone de micro-grille exploitable en corrélation d'images (Figure II-29-C, Figure II-33-C). Leurs dimensions (identiques) et celles de leurs grilles sont rassemblées dans le Tableau II-3.

Tableau II-3. Résultats de la micro-lithographie sur les éprouvettes d'essai brésilien en verre métallique

| Eprouvettes | Diamètre, D (mm) | Epaisseur, e (mm) | Zone de Corrélation d'images | Taille de la zone de Corrélation d'images |
|-------------|--------------------|---------------------|------------------------------|---|
| BMGB-Zr-C3 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.46 ± 0.02 | Zone cœur | $\sim 500 \times 500 \mu m^2$ |
| BMGB-Zr-C4 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.46 ± 0.02 | Proche du centre | $\sim 400 \times 400 \mu m^2$ |

2.2.2. Essai mécanique - Essai brésilien

Le protocole de l'essai brésilien présenté ici est quasi-identique à celui des essais de l'étude phénoménologique détaillée précédemment (cf. Paragraphe 2.1 - page 60) qui étaient ex-situ et interrompues. L'essai est maintenant réalisé in-situ, c'est-à-dire que l'éprouvette reste du début à la fin de l'essai entre les plateaux de la machine de compression qui est elle-même à l'intérieur du MEB (Figure II-26). Le MEB utilisé est un modèle à filament de tungstène XL 40 de marque Phillips. La machine de compression utilisée est un prototype d'une capacité maximale de 10kN réalisé en 1994 par la société Kammrath et Weiss pour le Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS).

Les paramètres de chargement sont les suivants :

- précharge $P_i = 30 N$;
- vitesse de déplacement $\dot{\lambda} = 0,002 mm/s$;
- capacité maximale de machine $P_{max} = 10000 N$.

Les courbes de force-déplacement issues des essais sur les éprouvettes BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 sont tracées sur la Figure II-27. Les courbes force-déplacement ont la même allure que celles des essais ex-situ (cf. Paragraphe 2.1 - page 60) et sont bien

superposées. Les petites oscillations observées sur la courbe à intervalles réguliers (tous les 0,1 mm) correspondent aux paliers de déplacement pendant lesquels les balayages MEB sont réalisés. De plus, l'apparition et la propagation des bandes de cisaillement se manifestent de manière analogue aux essais ex-situ, ce qui met à nouveau en évidence la reproductibilité des essais brésiliens pour les verres métalliques. L'une des deux éprouvettes, la BMGB-Zr-C4, a rompu pour une charge proche de $P_{max} = 10000 N$ (cf. la courbe bleue sur la Figure II-27).

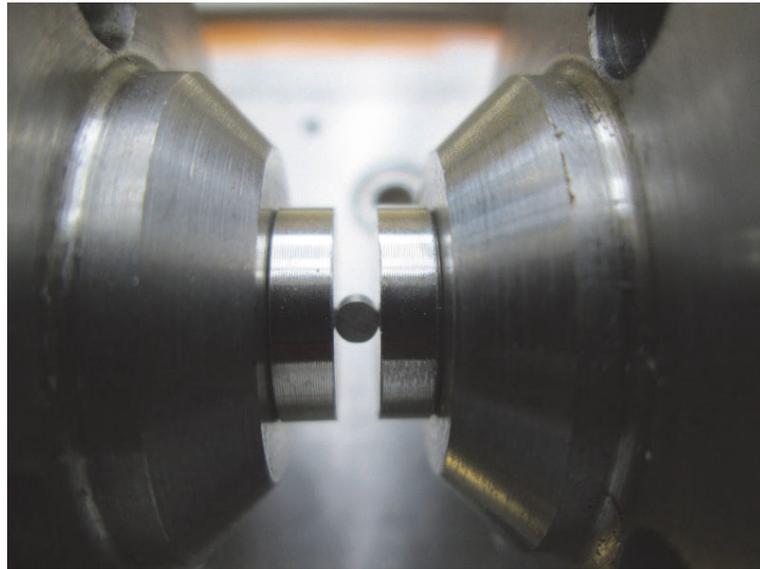


Figure II-26. BMGB-Zr-C3 entre les deux plateaux de compression sous MEB, soumis à une précharge proche de 30 N

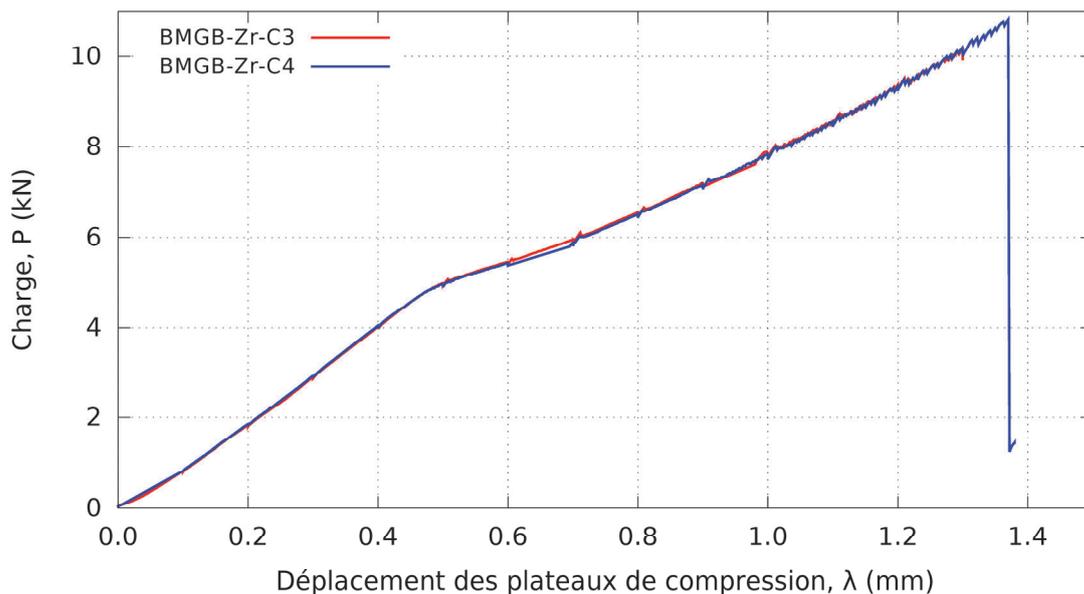


Figure II-27. Essai brésilien sur le BMGB-Zr-lot C : Charge en fonction du déplacement

2.2.3. Acquisition des images

Pour les deux éprouvettes BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4, la zone de corrélation est imagée par MEB à chaque pas de déplacements de $\lambda = 0,1 \text{ mm}$ (qu'on appellera ici des étapes, *i.e.* l'étape 0 correspondant à l'état initial, l'étape 1 au déplacements $\lambda = 0,1 \text{ mm}$, etc.). Pour caractériser notre champ de déplacement, nous disposons donc d'une image de l'état initial à une précharge quasi nulle et de 13 images d'états déformés correspondant à des déplacements entre 0,1 et 1,3 *mm*. Les images MEB sont acquises suivant les conditions notées dans [Tableau II-4](#).

Tableau II-4. Réglages MEB pour acquérir les images de la zone de corrélation

| Eprouvettes | BMGB-Zr-C3 | BMGB-Zr-C4 |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Nombre d'images acquises | 14 | 14 |
| Nombre d'images à corréler | 14 | 11 |
| Taille d'image (<i>pixels</i>) | 4000 × 3162 | 4096 × 4096 |
| Haute tension | 20 <i>kV</i> | 20 <i>kV</i> |
| Horizontal Field Width HFW | 632 μm | 541 μm |
| Mode de détection | Secondary electron (SE) | Secondary electron (SE) |
| Distance de travail | 32.9 <i>mm</i> | 32.9 <i>mm</i> |

Les zones exploitables par la méthode de corrélation d'images sur chacune des deux éprouvettes sont représentées dans la ([Figure II-28](#)). Définissons un repère orthonormé (O, x, y) , où O est le centre de l'éprouvette, et x est orienté suivant l'effort de compression ([Figure II-28](#)). Les coordonnées des sommets des zones de corrélation d'images (rectangle) dans ce repère sont rapportées dans le [Tableau II-5](#).

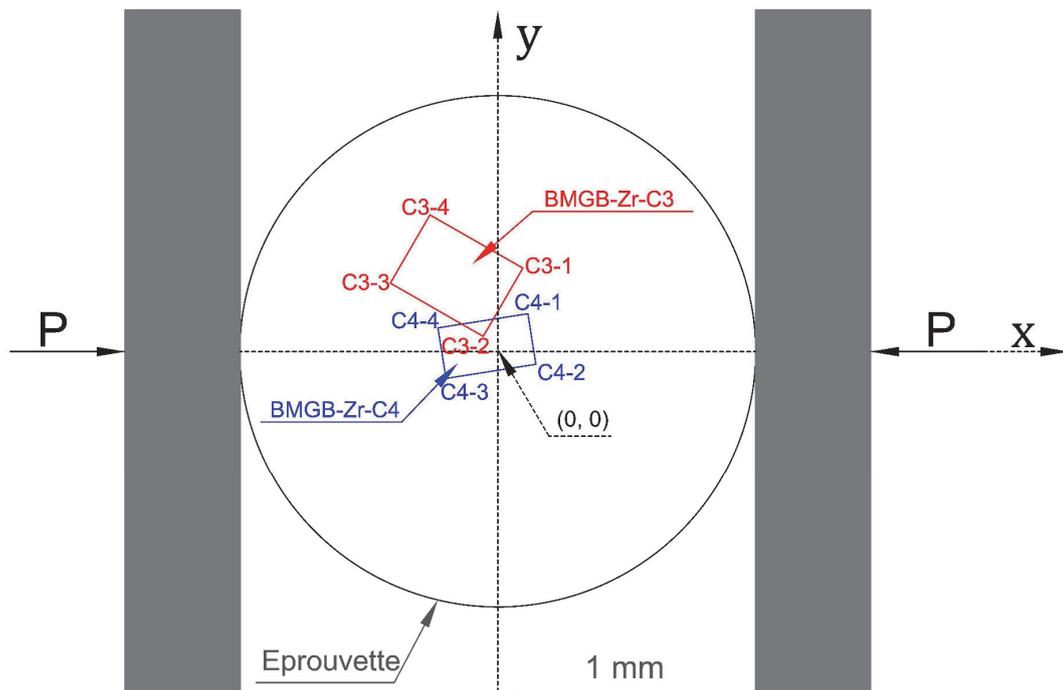


Figure II-28. Superposition des zones de corrélation d'images de BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 dans un même repère (O, x, y)

Tableau II-5. Coordonnées des sommets des zones de corrélation d'images

| Coordonnées (x, y) (μm) | |
|----------------------------------|-------------------|
| BMGB-Zr-C3 | BMGB-Zr-C4 |
| C3-1 (110; 415) | C4-1 (131; 167) |
| C3-2 (-63; -67) | C4-2 (166; -56) |
| C3-3 (-469; -301) | C4-3 (-226; -118) |
| C3-4 (-296; 601) | C4-4 (-261; 105) |

Compte tenu du grand nombre d'images MEB des éprouvettes et de leurs zones de corrélation, prises à chaque étape de l'essai, nous ne les présenterons pas toutes. Nous nous concentrerons ici sur quelques étapes caractéristiques de l'essai par rapport à la courbe charge-déplacement de la [Figure II-27](#), *i.e.* l'étape 0 qui correspond à l'état initial et une précharge quasi nulle, l'étape 5 (déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$) qui correspond au point d'inflexion sur les courbes charge-déplacement dans la [Figure II-27](#), l'étape 10 (déplacement $\lambda = 1,0 \text{ mm}$) qui voit l'apparition des premières serrations et l'étape 13 (déplacement $\lambda = 1,3 \text{ mm}$), la dernière étape du chargement. L'ensemble des images MEB associées à toutes ces étapes sont rassemblées dans l'ANNEXE B.

Analysons en premier lieu les images issues de l'essai sur l'éprouvette BMGB-Zr-C3. La [Figure II-29](#) présente l'état initial de BMGB-Zr-C3 (précharge de 30 N). La vue globale de l'éprouvette est visible sur la [Figure II-29-a](#). Le motif déposé par micro-lithographie est présenté à différentes échelles dans les [Figure II-29-b, -c et -d](#). Malheureusement, les grilles ont été abimées au cours du procédé de micro-lithographie. La seule zone véritablement exploitable est le quart supérieur gauche de la grille, mis en évidence dans les [Figure II-29-b et c](#). Celle-ci est légèrement décalée par rapport au centre de l'éprouvette.

A l'étape 5 ($\lambda = 0,5 \text{ mm}$), qui correspond au point d'inflexion sur la courbe charge-déplacement, les bandes de cisaillement présentes sont mises en évidence par des discontinuités dans le motif de la grille. La zone étudiée se divise en domaines relativement peu déformés, mais glissant les uns contre les autres le long de ces bandes ([Figure II-30](#)). L'intensité de ces glissements est même quantifiable en nombre de « pas de grille » (moins d'un pas ici).

Jusqu'à l'étape 10 ($\lambda = 1,0 \text{ mm}$) ([Figure II-31](#)), le nombre de bandes de cisaillement augmente. Les décalages dans le motif de la grille nous enseignent que le glissement dans les bandes devient plus important. En effet, la zone centrale qui subissait des glissements de moins d'un pas à l'étape 5, affiche ici des glissements de presque deux pas de grille ([Figure II-31-d](#)).

La [Figure II-32](#) correspond à un déplacement de $\lambda = 1,3 \text{ mm}$ (étape 13). La déformation macroscopique importante ([Figure II-32-a](#)) a déjà été abordée et discutée dans les parties précédentes. Sans surprise, la zone exploitable pour la corrélation d'images se déforme fortement elle aussi ([Figure II-32-a](#)). Le motif de la grille trahit une nouvelle augmentation de la densité des bandes de cisaillement, du fait de l'apparition de nouvelles bandes et de la propagation des anciennes. On voit clairement certaines

bandes de cisaillement dégénérer en fissure (Figure II-32-d). On observe des glissements importants dans le motif, avec des sauts allant d'un pas (Figure II-32-c) à trois pas de grille (Figure II-32-d).

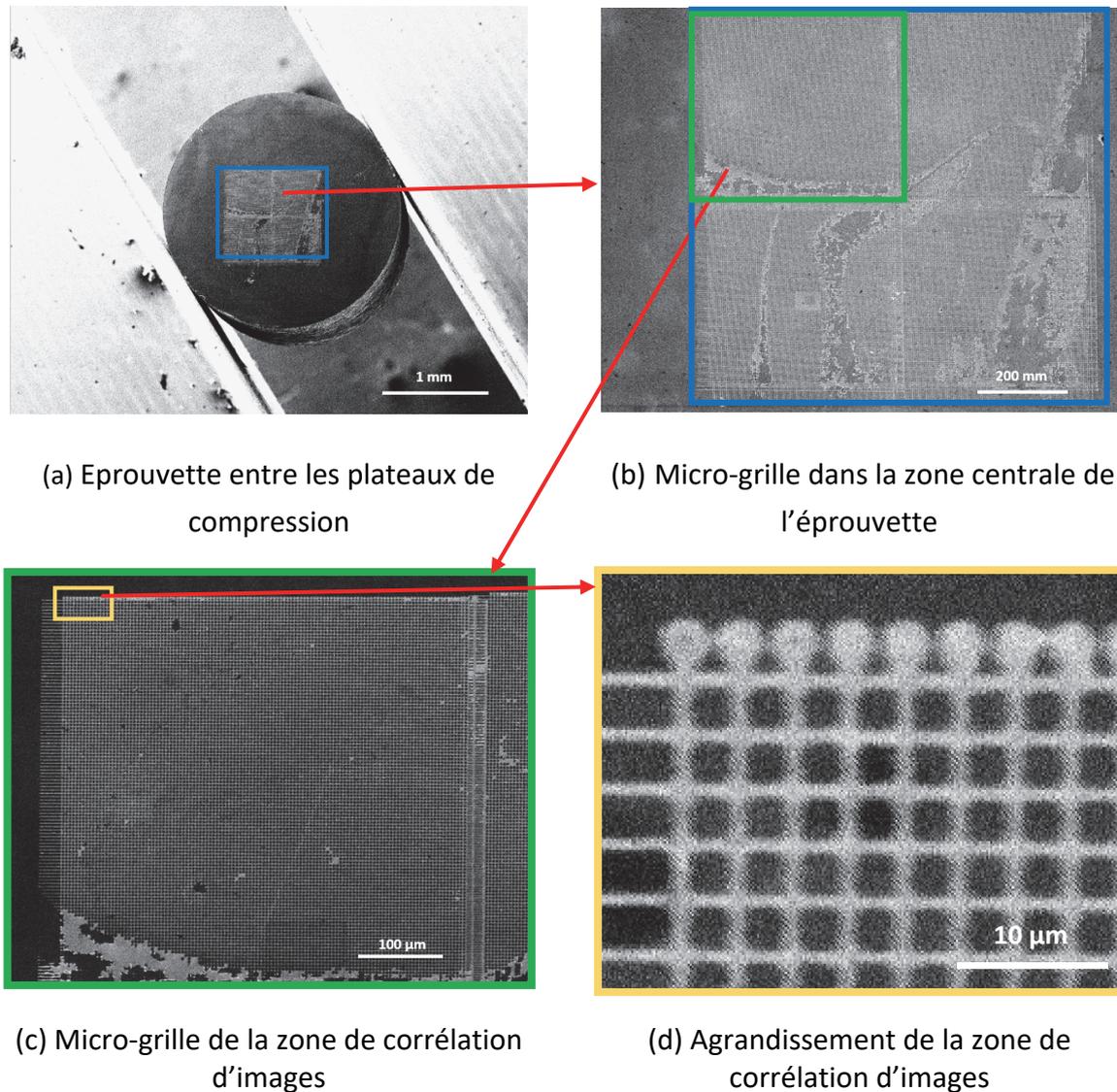


Figure II-29. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à l'état initial (étape 0 - précharge proche de 30 N)

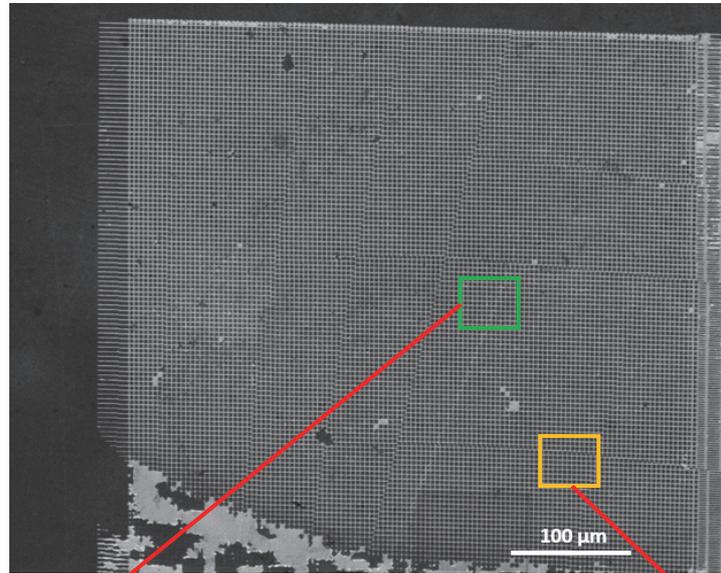
Analysons maintenant les images de l'essai in-situ sur BMGB-Zr-C4. La Figure II-33 montre l'état initial de l'échantillon. Une photographie globale de l'éprouvette soumise à une précharge de 30 N est présentée par la Figure II-33-a. La zone exploitable pour la corrélation d'images est, cette fois ci, presque parfaitement centrée sur le centre de l'éprouvette (Figure II-33-b,-c).

Comme pour BMGB-Zr-C3, on voit apparaître des bandes de cisaillement sur BMGB-Zr-C4 dès l'étape 5 (Figure II-34). Elles ont aussi mis en évidence par la rupture du motif de la grille. Il est notable que, pour un même déplacement de $\lambda = 0,5 \text{ mm}$, le glissement dans les bandes observées sur BMGB-Zr-C4 est plus important que celui des bandes observées sur BMGB-Zr-C3 dans une zone, rappelons-le, plus excentrée.

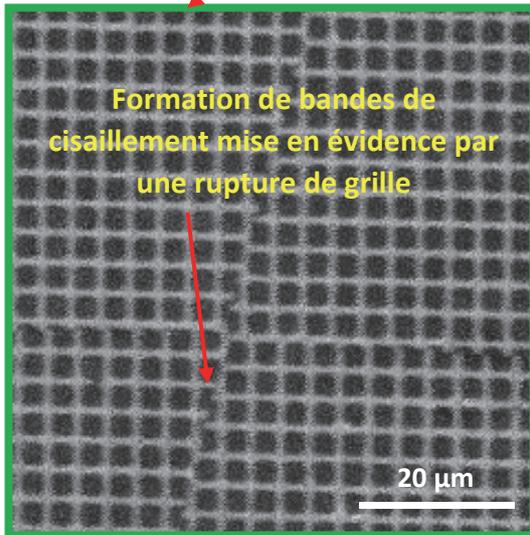
La Figure II-35 montre BMGB-Zr-C4 à l'étape 10 ($\lambda = 1,0 \text{ mm}$). La densité des bandes de cisaillement est bien plus élevée que dans BMGB-Zr-C3 à la même étape. Ce qui suggère que plus on s'approche du centre, plus la densité des bandes augmente. Comme pour l'étape 5, le glissement dans les bandes semble plus élevé dans la zone proche du centre qu'à sa proche périphérie. En effet, les décalages dans le motif de BMGB-Zr-C4, qui possède une zone exploitable bien centrée, sont à nouveau plus importants que ceux présents dans BMGB-Zr-C3, qui possède une zone exploitable plus éloignée (Figure II-29, Figure II-31, Figure II-32).

Pour un déplacement $\lambda = 1,3 \text{ mm}$ la déformation macroscopique de cette éprouvette est similaire à celle de l'échantillon BMGB-Zr-C3 (Figure II-36-a). Mais, le cisaillement local au centre de l'éprouvette paraît plus élevé que celui de la zone étudiée du BMGB-Zr-C3 (Figure II-36-b). En effet, des sauts de plus de deux, trois, voire quatre pas de grille ont lieu à certains endroits de la zone exploitable pour la corrélation d'images, surtout près du centre de l'éprouvette (Figure II-36-c,-d). A ce niveau de déformation, les grilles sur la face de BMGB-Zr-C4 sont abimées et les intersections de grille ne peuvent plus être identifiées à l'œil nu.

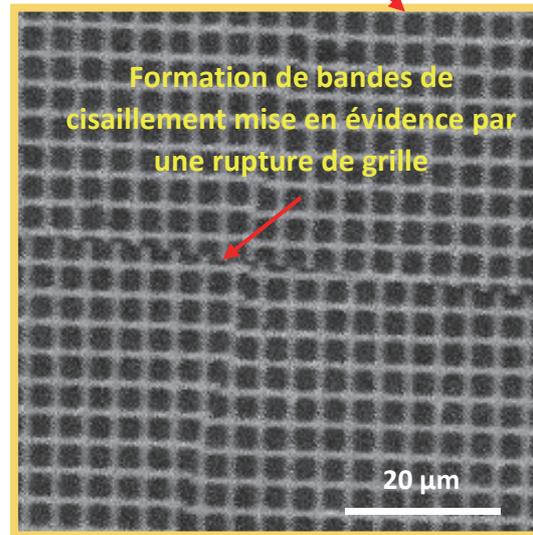
Les analyses des images MEB des zones exploitables pour la corrélation d'images des échantillons BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 permettent ici de mettre en évidence le caractère fortement localisé de la déformation irréversible dans notre verre. Le glissement dans ces bandes de cisaillement est clairement visible et son intensité est quantifiable par la mesure du décalage qu'il entraîne dans le motif de la grille. Même s'il y a une grande variété de bandes de cisaillement dans la zone centrale de l'éprouvette, ces observations révèlent deux grandes tendances. L'intensité moyenne des bandes de cisaillement ainsi que leur densité diminuent lorsque l'on s'éloigne du centre de l'éprouvette. La corrélation qui suit va permettre d'aller plus loin dans la quantification.



(a) Zone de corrélation d'images à l'état déformé (étape 5)



(c) Rupture verticale de la grille



(d) Rupture horizontale de la grille

Figure II-30. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à l'étape 5 (déplacement de 0,5 mm)

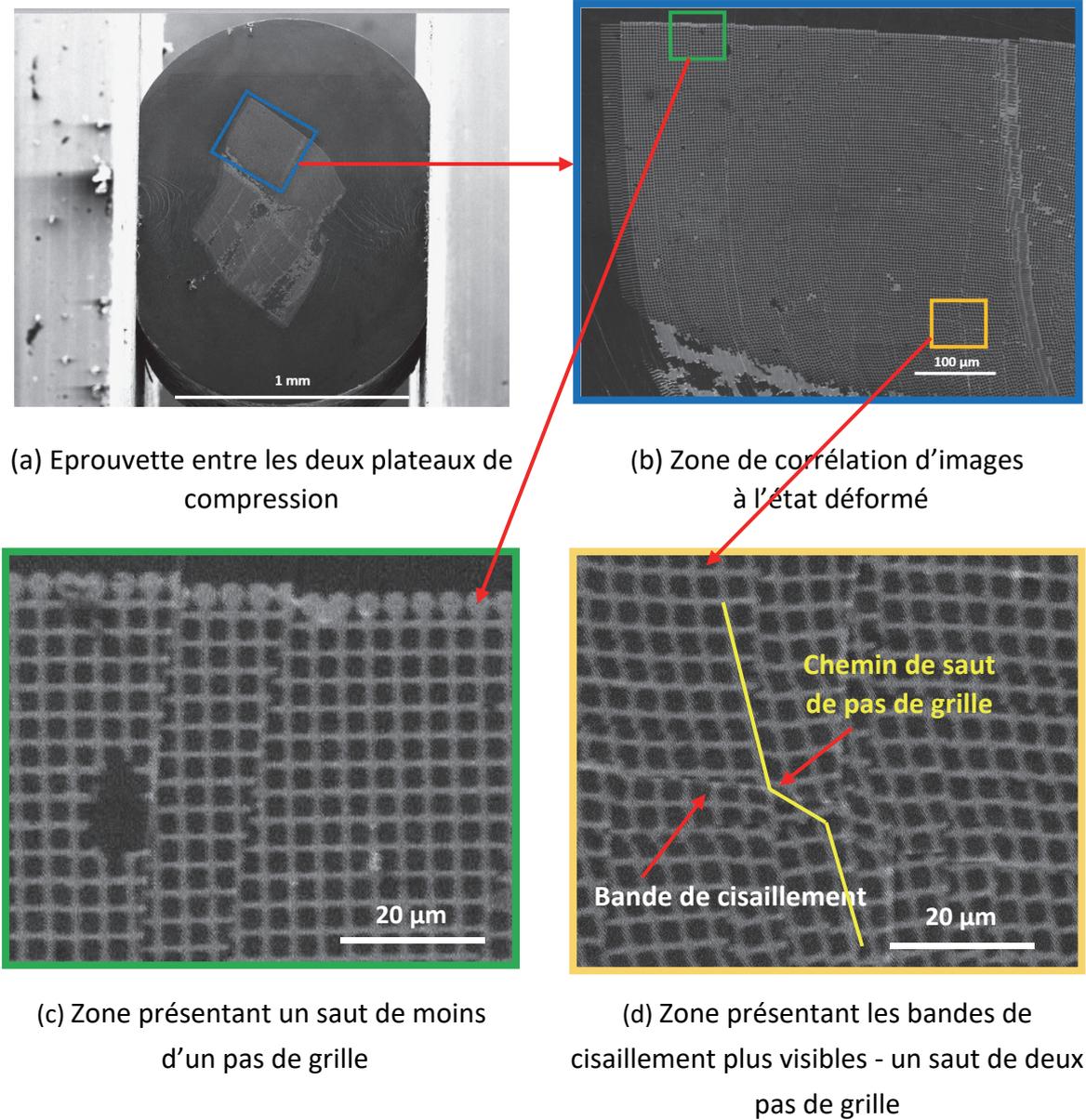


Figure II-31. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à l'étape 10 (déplacement de 1,0 mm)

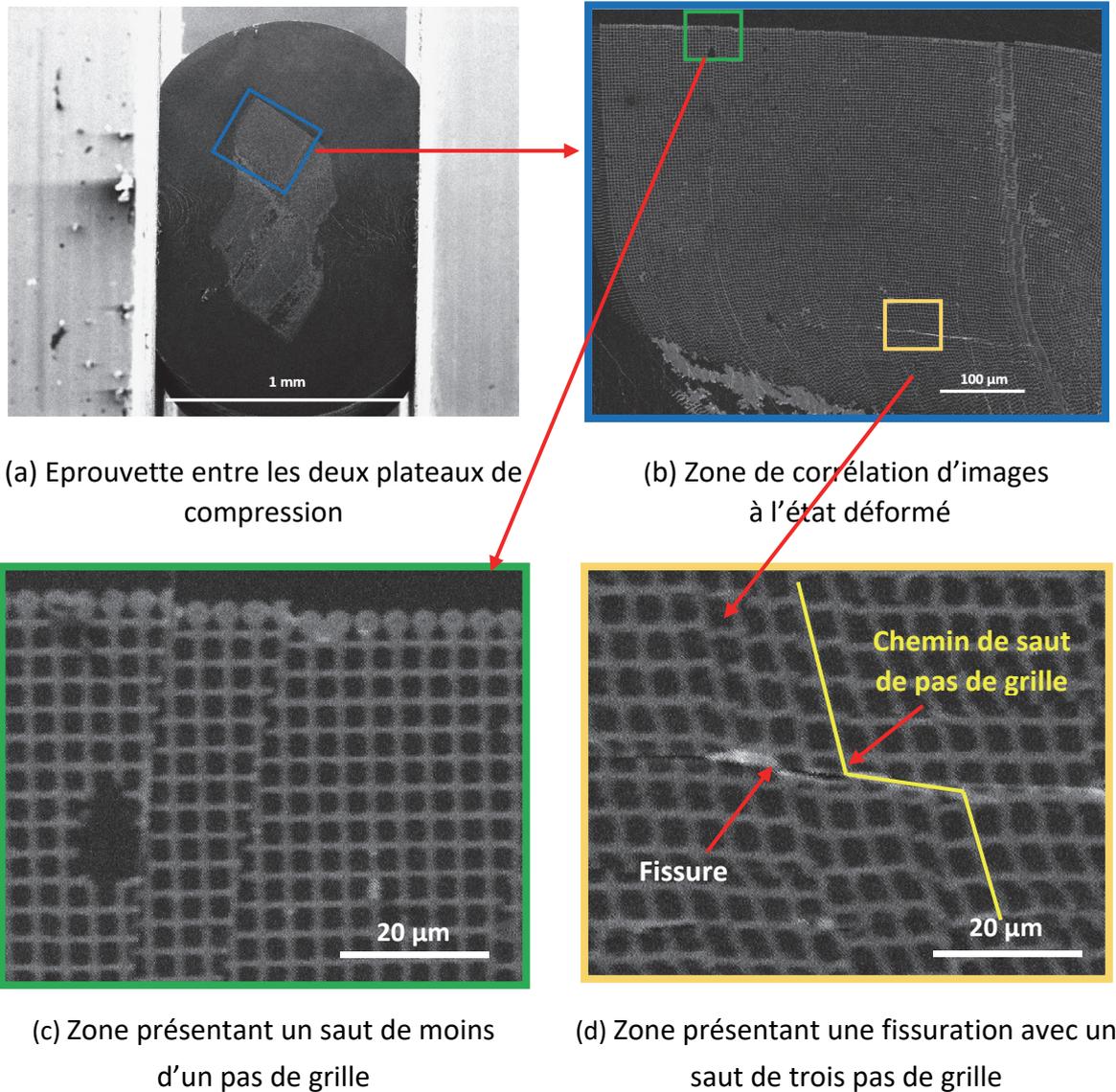


Figure II-32. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à l'étape 13 (déplacement de 1,3 mm)

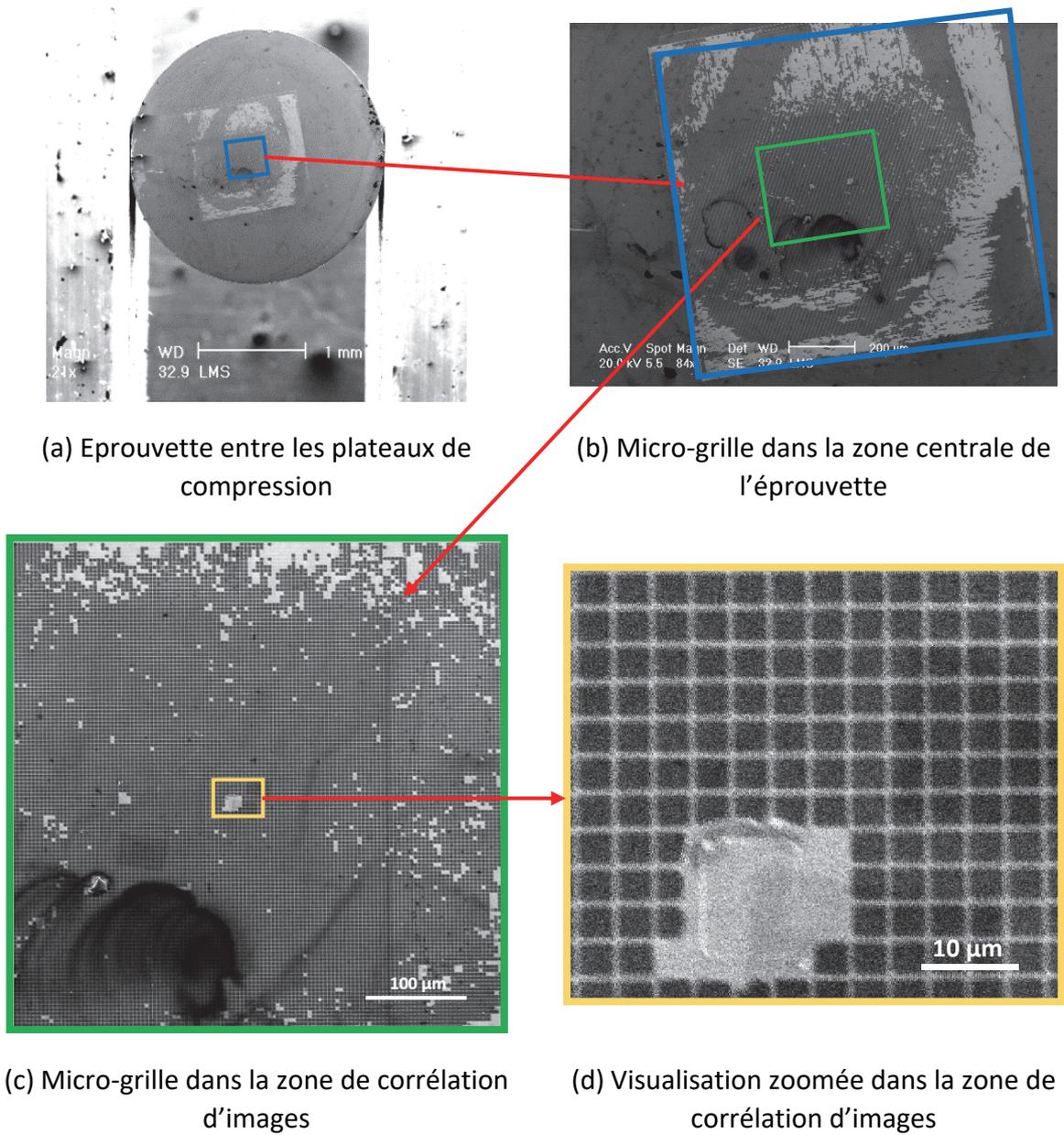


Figure II-33. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à l'état initial (étape 0 - précharge proche de 30 N)

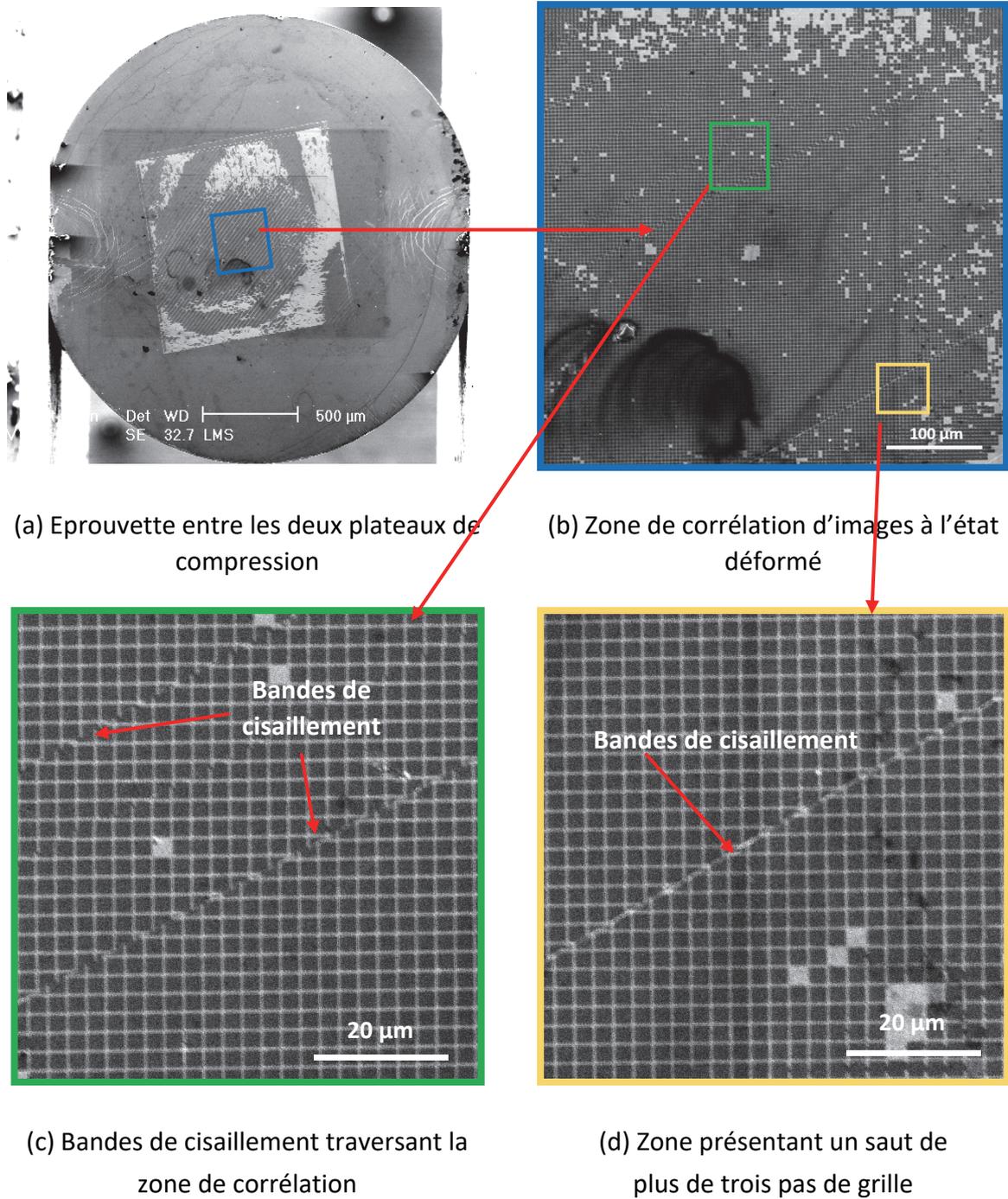


Figure II-34. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à l'étape 5 (déplacement de 0,5 mm)

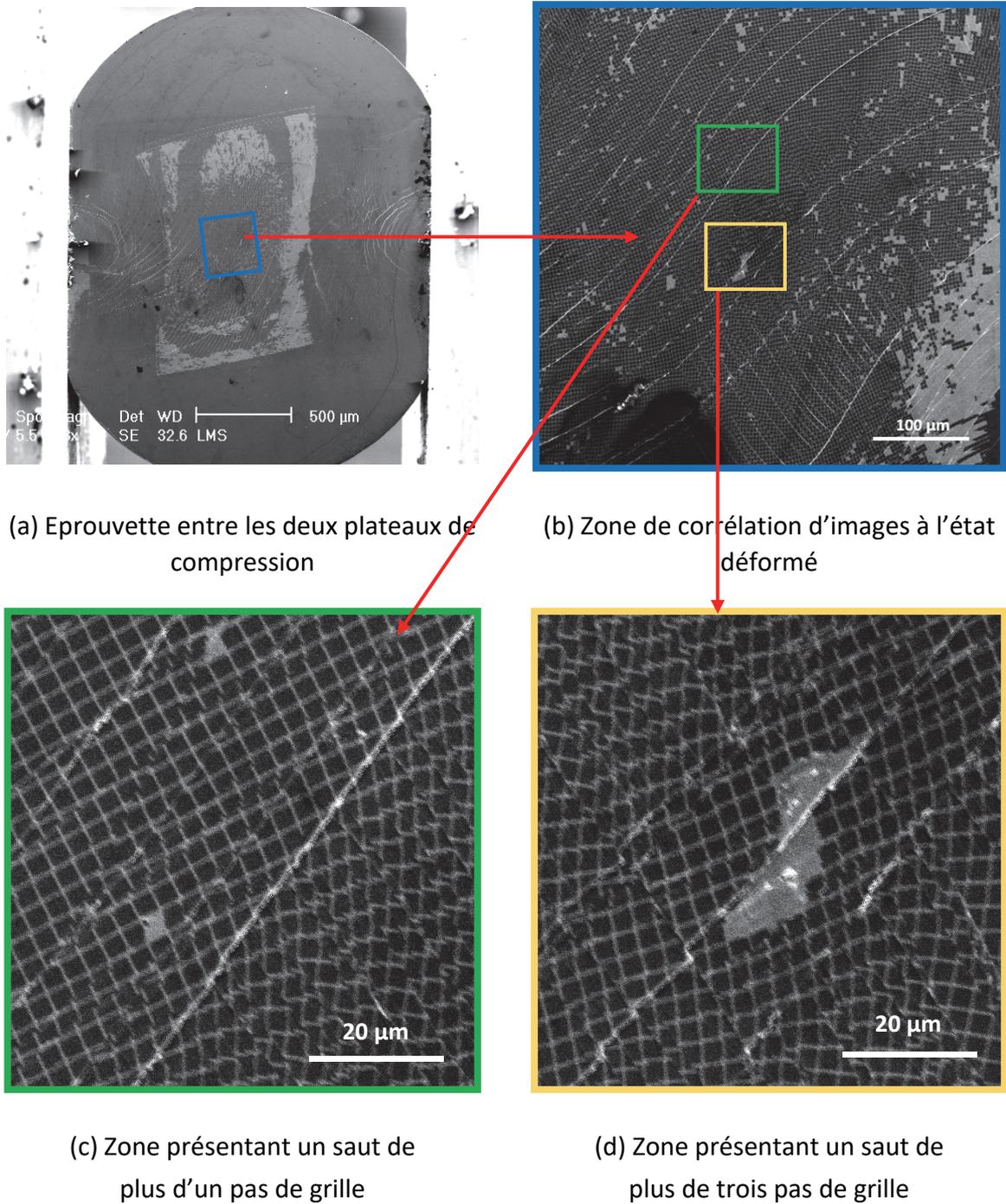


Figure II-35. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à l'étape 10 (déplacement de 1,0 mm)

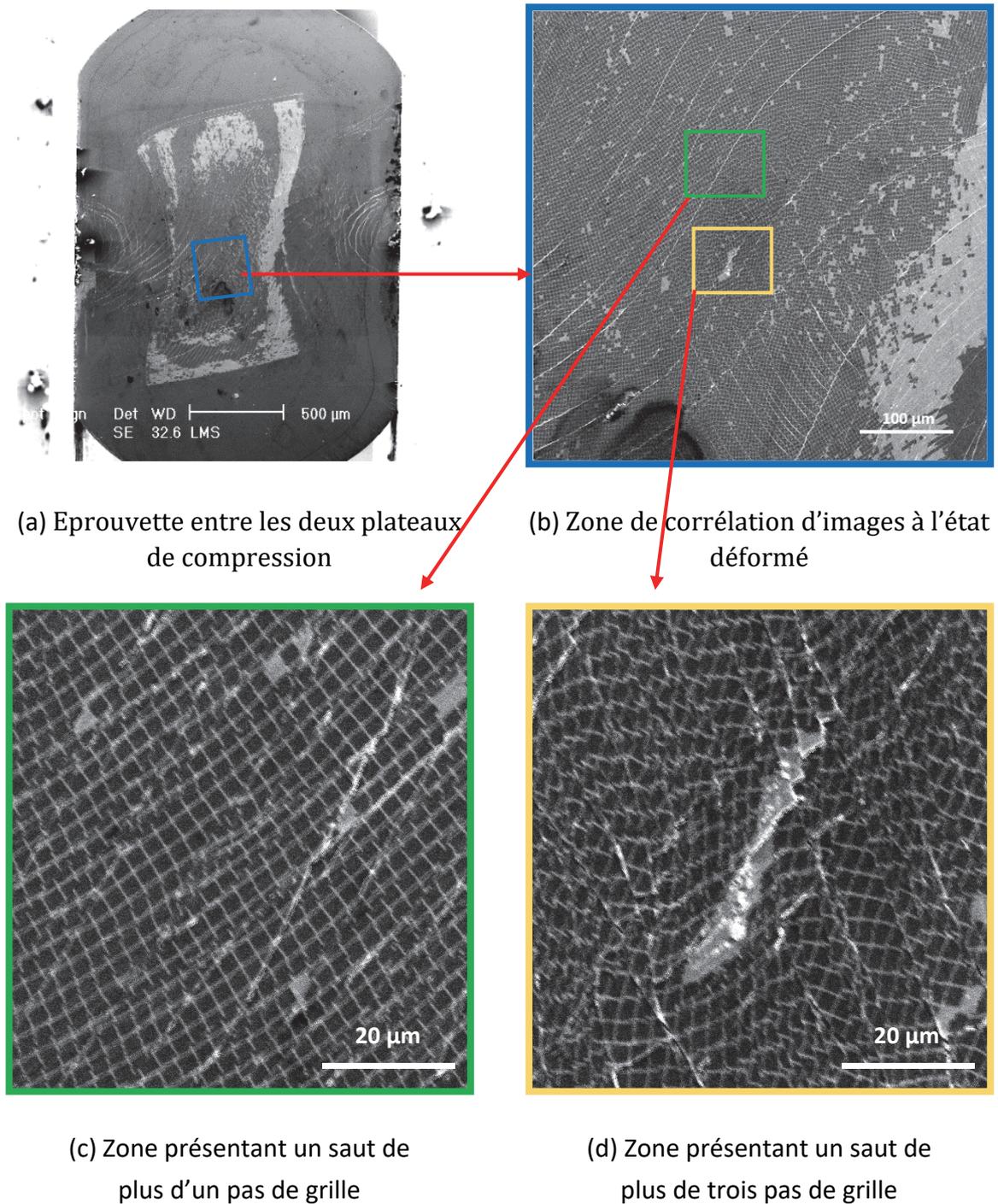


Figure II-36. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à l'étape 13 (déplacement de 1,3 mm)

2.2.4. Corrélation d'images numériques

Pour améliorer la quantification de la déformation, nous allons maintenant déterminer les champs de déplacement puis de déformation à partir de ces mêmes images au moyen de la méthode de corrélation d'images. Avant d'analyser les résultats, commençons par présenter le principe général de cette méthode et le déroulement de nos essais.

Dans le cadre de cette thèse, la corrélation d'images 2D est effectuée via le logiciel « CorrelManuV 1.65 » développé par [Bornert 2013]. Les analyses sont basées sur le principe de translation et transformation homogène.

2.2.4.1. Principe de la corrélation d'images

Comme nous disposons d'images bidimensionnelles (classiques), nous procéderons à une corrélation d'images surfacique (corrélation d'images 2D). Celle-ci est basée sur les hypothèses suivantes : i) la surface est initialement plane, ii) elle est supposée rester plane au cours de l'essai et iii) à distance constante de l'objectif.

La méthode de corrélation d'images permet la mesure de la déformation locale par le dépôt de marquages (des grilles dans notre cas) sur la zone étudiée, puis la comparaison de leurs images dans deux configurations différentes : configuration de référence (initiale) et configuration déformée [Dexet 2006].

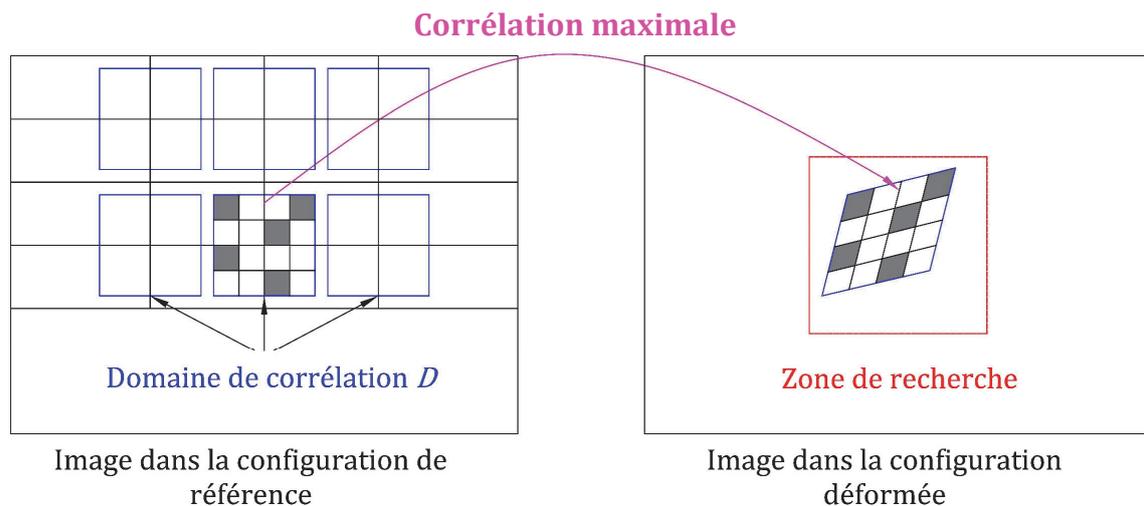


Figure II-37. Principe de corrélation d'image

La technique consiste à rechercher dans l'image de configuration déformée le petit domaine de pixels le plus semblable au précédent en terme du contraste en niveaux de

gris à l'aide d'une transformation décrivant la déformation du matériau dans la zone de recherche prédéfinie [Doumalin 2000] (Figure II-37). Le degré de ressemblance des deux sous-images entre les deux configurations est défini par un coefficient appelé « coefficient de corrélation » (Equation (II-4)).

La transformation matérielle Φ qui définit l'évolution du matériau est évaluée par morceau à travers une multitude d'analyses indépendantes sur des sous-images connues sous le nom de « fenêtres » ou « domaines de corrélation », notés D (Figure II-37) [Grédiac & Hild 2011]. Elle est décrite par

$$\underline{x} = \Phi(\underline{X}), \quad (\text{II-2})$$

où \underline{X} et \underline{x} sont respectivement les positions d'un point matériel dans l'image de référence et dans l'image déformée.

Les images dans les configurations de référence et déformée sont caractérisées par les niveaux de gris de leurs pixels. $f(\underline{X})$ et $g(\underline{x})$ sont respectivement les fonctions de répartition spatiale des niveaux de gris de l'image dans la configuration de référence et dans la configuration déformée [Dexet 2006]. Dans l'hypothèse d'une conservation stricte des niveaux de gris d'une image à l'autre, nous aurions

$$f(\underline{X}) = g(\underline{x}) = g(\Phi(\underline{X})). \quad (\text{II-3})$$

A partir de la connaissance de niveaux de gris $f(\underline{X})$ et $g(\underline{x})$, il faut déterminer la transformation Φ sur le domaine D de l'image dans la configuration référence. La transformation Φ n'est pas connue, faute de la quantité d'informations disponibles (niveaux de gris des pixels), pour calculer un déplacement vectoriel en chaque pixel. Il est donc impératif de régulariser le problèmes en restreignant cette détermination à une famille particulière de transformation Φ_0 qui minimise le coefficient de corrélation C (Equation (II-4)) [Grédiac & Hild 2011].

Comme cité précédemment, ce paramètre C définit le degré de ressemblance entre l'image dans deux configurations différentes. Le coefficient de corrélation d'images implanté dans CorrelManuV 1.65 s'appuie sur une formulation de type *Zero-Mean-Normalized Cross Correlation* (ZMNCC) (Equation (II-4)). Cette expression permet de minimiser l'impact d'une variation relative de luminosité entre deux images de deux configurations différentes et elle est insensible aux variations globales de brillance et de luminosité sur le domaine de corrélation entre les deux configurations. Elle est basée sur l'utilisation du seul contraste local [Dexet 2006]. Ce coefficient est donné par

$$C = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}_i) - \bar{f}_D) \times (g(\underline{X}_i) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}_i) - \bar{f}_D)^2} \times \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (\text{II-4})$$

où, pour chaque pixel i du domaine D , \underline{x}_i et \underline{X}_i sont respectivement les coordonnées des pixels des images des configurations de référence et déformée, et \bar{f}_D et \bar{g}_D sont les moyennes des niveaux de gris sur D de l'image dans la configuration de référence et de l'image dans la configuration déformée.

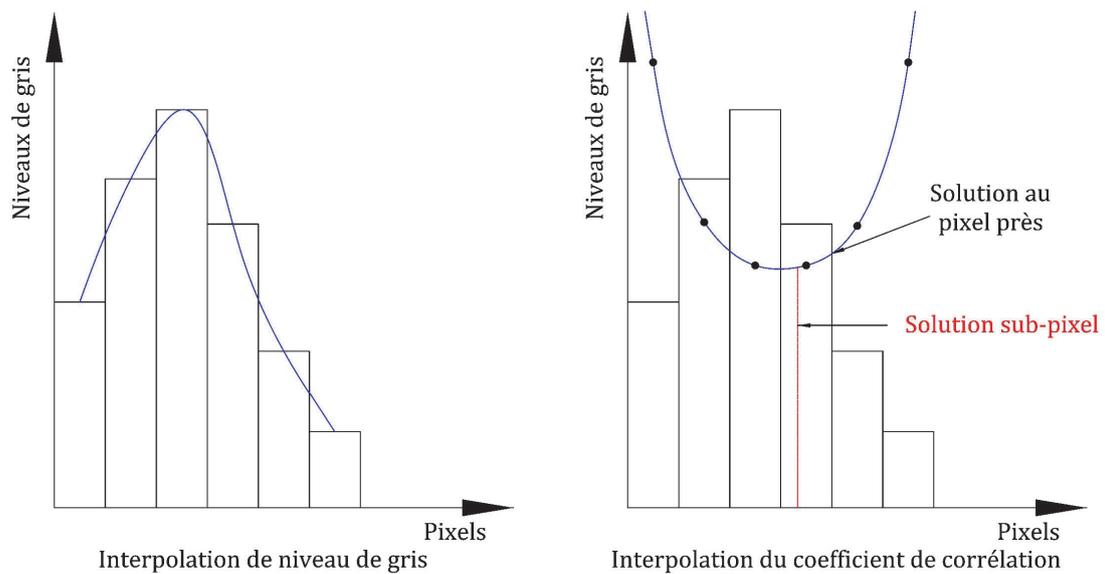
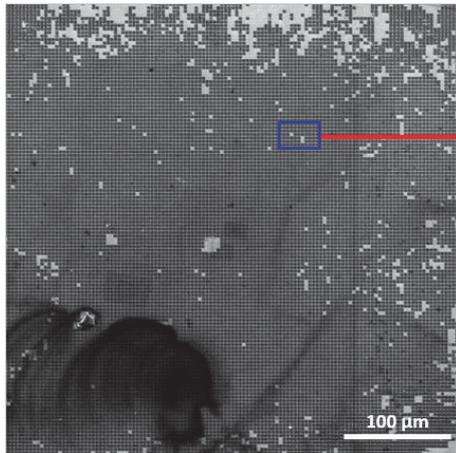


Figure II-38. Principe de précision sub-pixel

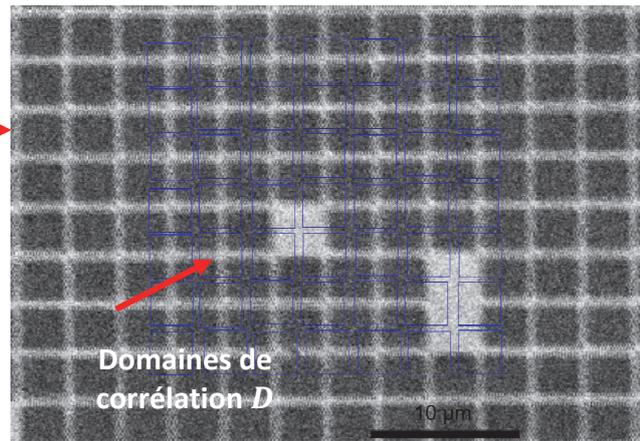
La précision sub-pixel, *i.e.* inférieure au pixel, qui permet d'accéder à une résolution importante en déplacement, est nécessaire pour résoudre convenablement le problème de minimisation du coefficient de corrélation [Doumalin 2000]. La méthode consiste à comparer des interpolations continues, construites à partir des informations discrètes connues à chaque pixel, plutôt que les pixels directement entre eux. Cette interpolation peut être effectuée sur des niveaux de gris comme sur des coefficients de corrélation (Figure II-38). Dans cette optique, la littérature propose plusieurs types d'interpolation, à savoir les interpolations bi-linéaire [Sutton et al. 1986] et bi-cubique [Bruck et al. 1989] pour interpoler les niveaux de gris et l'interpolation biparabolique [James et al. 1990] pour interpoler les coefficients de corrélation.

2.2.4.2. Création des domaines de corrélation

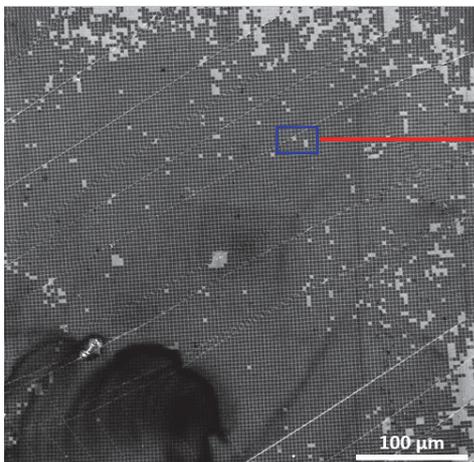
La première étape consiste à mailler la zone de corrélation d'images. A l'aide du logiciel CorrelManuV 1.65, l'image de la configuration de référence et celle déformée sont divisées en éléments carrés de dimensions fixées à 25×25 pixels (Figure II-39). Chaque élément carré correspond à un domaine de corrélation D . Le centre de chaque domaine de corrélation (carré) doit coïncider avec un point d'intersection (ou nœud) de la grille.



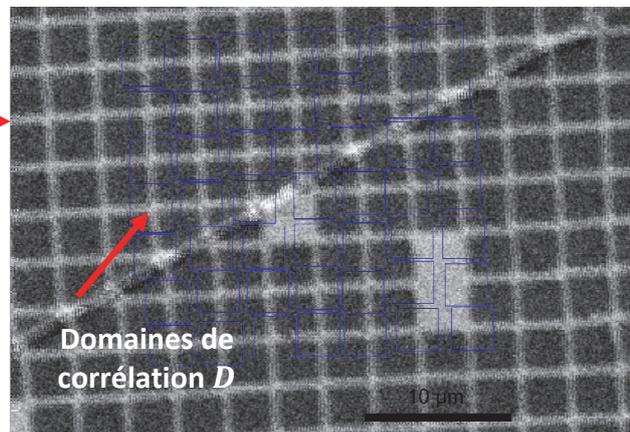
(a) Zone de corrélation d'images à l'état initial



(b) Exemple de domaines de corrélation D à l'état initial



(c) Zone de corrélation d'images à l'état déformé à $\lambda = 0,6 \text{ mm}$



(d) Exemple de domaines de corrélation D à l'état déformé à $\lambda = 0,6 \text{ mm}$

Figure II-39. BMGB-Zr-C4 – Exemple de domaines de corrélation D (carrés bleus) dans CorrelManuV 1.65

Les images MEB de la zone de corrélation d'images des deux éprouvettes étudiées sont très bruitées. De plus, comme les analyses précédentes l'ont montré, certaines grilles ont rompu au cours des essais suite à l'apparition de bandes de cisaillement. Par conséquent, la corrélation automatique n'a pas été possible, le logiciel étant incapable de retrouver seul les intersections de la grille à l'état déformé.

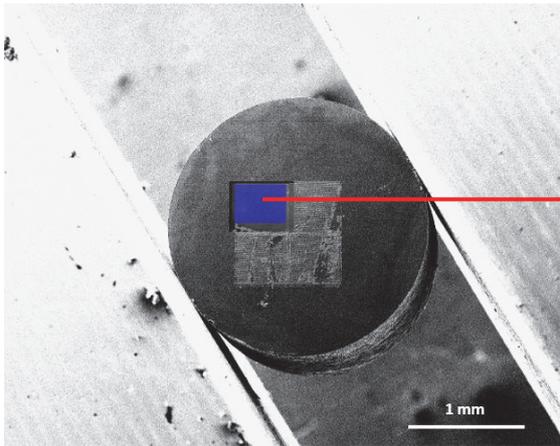
Chaque domaine de corrélation a donc dû être posé manuellement, ligne par ligne, sur l'ensemble de la zone de corrélation de manière à ce que leurs centres coïncident avec une même intersection de la grille dans les deux configurations. Des exemples de ce type de domaine de corrélation sont présentés dans la [Figure II-39](#) : image dans les configurations de référence (état initial) ([Figure II-39-a,-b](#)) et déformée ([Figure II-39-c,-d](#)).

La corrélation d'images se fait étape par étape, *i.e.* au pas de déplacement $\lambda = 0,1 \text{ mm}$. L'image à l'état initial (charge quasi nulle) est la configuration de référence et l'image prise pour $\lambda = 0,1 \text{ mm}$ est la configuration déformée. De même, si la configuration déformée est l'image à $\lambda = 1,3 \text{ mm}$, alors l'image de référence est l'image à $\lambda = 1,2 \text{ mm}$. Et ainsi de suite...

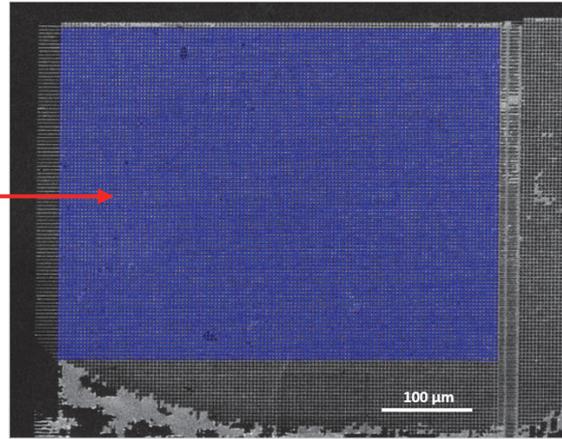
Les zones de corrélation d'images pour nos deux éprouvettes BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 sont, au final, entièrement recouvertes par ces carrés bleus, représentant chacun un domaine de corrélation ([Figure II-40](#), [Figure II-41](#)).

La [Figure II-40-a](#) présente la zone de corrélation de l'image à l'état initial de BMGB-Zr-C3, *i.e.* pour une précharge de 30 N, alors que la [Figure II-40-c](#) présente la même zone dans l'état déformé, *i.e.* pour un déplacement de 1,3 mm.

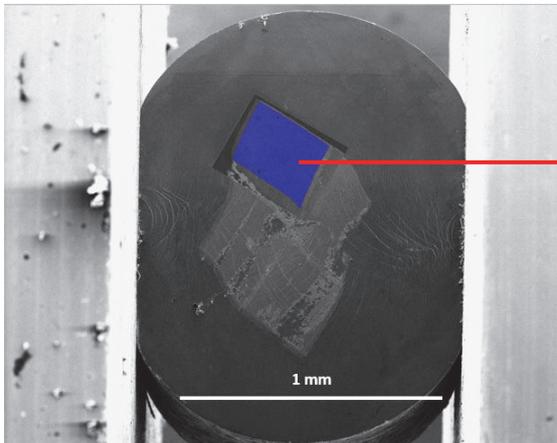
Nous observons l'évolution globale de la zone de corrélation d'images de BMGB-Zr-C4 sur la [Figure II-41-a,-b](#) à l'état initial et [Figure II-41-c,-d](#) à l'état déformé pour un déplacement de 1 mm. On s'arrête, pour cette éprouvette, à un déplacement de 1 mm car, au-delà, les images de la zone de corrélation sont trop bruitées. Il devient alors impossible de reconnaître les grilles et leurs intersections, d'autant plus que des sauts de plusieurs pas de grille sont observés.



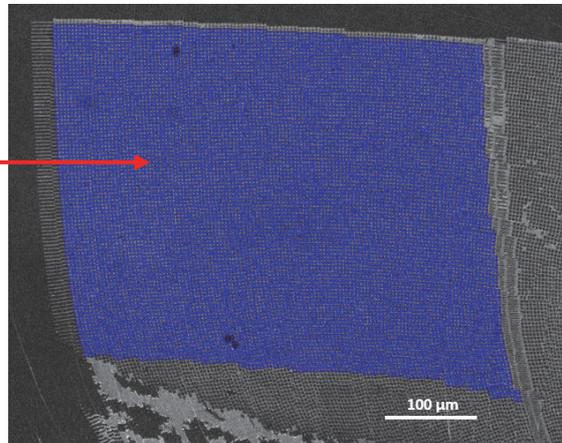
(a) Vue globale de l'éprouvette à l'état initial à $P = 30 N$



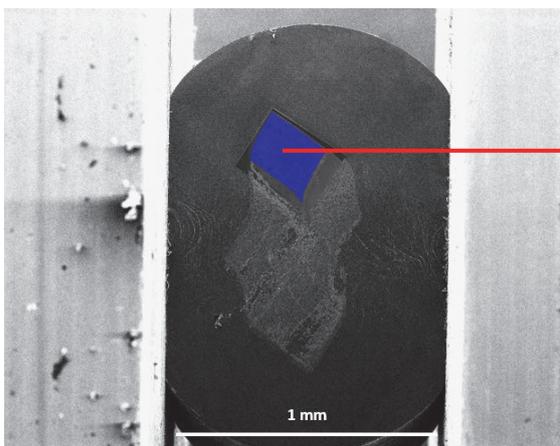
(b) Zone de corrélation d'images à l'état initial



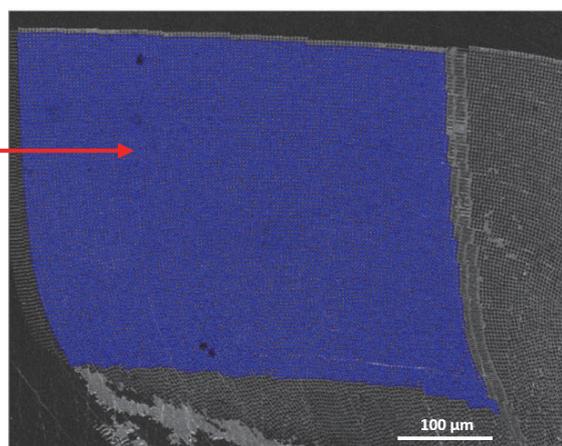
(c) Vue globale de l'éprouvette à l'état déformé - déplacement 1,0 mm



(d) Zone de corrélation d'images à l'état déformé - déplacement 1,0 mm

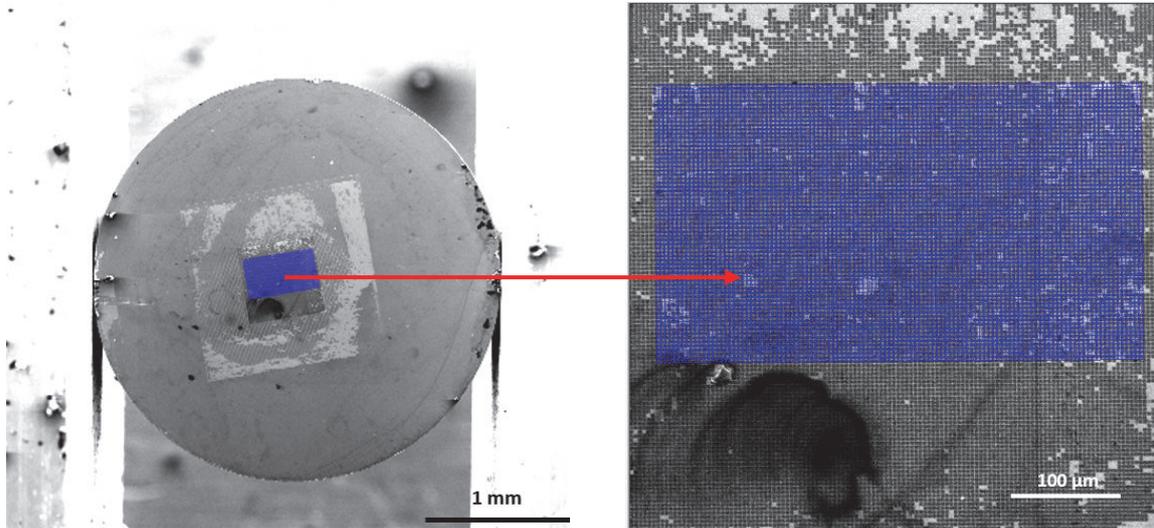


(e) Vue globale de l'éprouvette à l'état déformé - déplacement 1,3 mm



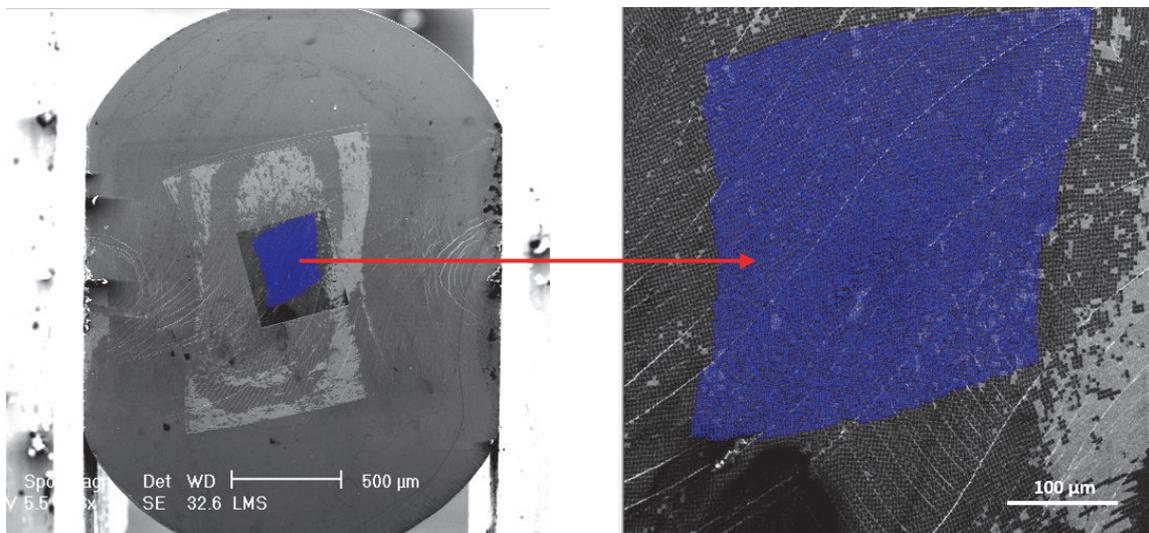
(f) Zone de corrélation d'images à l'état déformé - déplacement 1,3 mm

Figure II-40. BMGB-Zr-C3 – Domaines de corrélation d'images



(a) Vue globale de l'éprouvette à l'état initial

(b) Zone de corrélation d'images à l'état initial



(c) Vue globale de l'éprouvette à l'état déformé - déplacement 1,0 mm

(d) Zone de corrélation d'images à l'état déformé - déplacement 1,0 mm

Figure II-41. BMGB-Zr-C4 – Domaines de corrélation d'images

2.2.4.3. Calcul des déformations

La mesure des champs de déplacement et le calcul des déformations sont obtenus de manière discrète en un nombre fini de points. A partir des pixels du motif détecté, le logiciel CorrelManuV 1.65 crée des fichiers de points contenant les coordonnées du centre de chaque carré (à chaque nœud de grille) dans l'image numérique à l'état initial et à l'état déformé (Figure II-39). A partir de ces coordonnées, il est possible de déterminer les déplacements puis les déformations locales via la méthode de calcul de déformations illustrée par la Figure II-42 [Doumalin 2000].

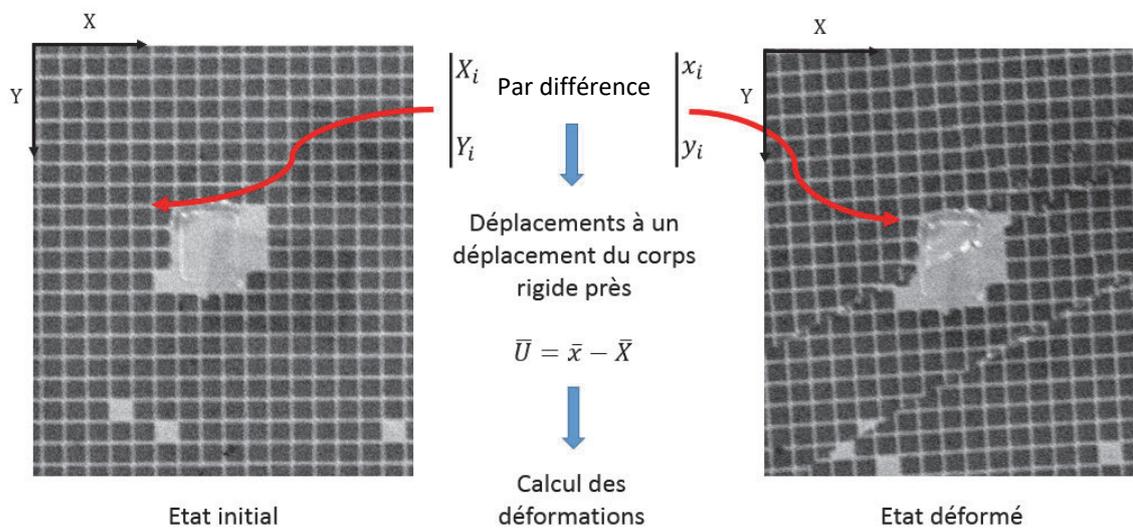


Figure II-42. Principe de calcul des déformations

Le déplacement dans le plan de chaque intersection de grille est la différence entre les vecteurs position de ces deux situations

$$\bar{U} = \bar{x} - \bar{X}, \quad (II-5)$$

où \bar{x} est la position d'un point à l'état initial et \bar{X} la position d'un point à l'état déformé.

Le gradient au point \bar{X} de transformation $\underline{x} = \Phi(\underline{X})$ est déterminé par

$$\underline{\underline{F}} = \frac{\partial \bar{x}}{\partial \bar{X}} = \underline{\underline{I}} - \frac{\partial \bar{U}}{\partial \bar{X}}, \quad (II-6)$$

où $\underline{\underline{F}}$ est le gradient de transformation et $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité d'ordre deux.

La détermination des champs de déformations à partir des champs de déplacement nécessite un schéma d'intégration. Il s'agit de définir au voisinage du point de corrélation l'étendue de la zone qui sera exploitée pour calculer les déformations.

La déformation en un point est alors déterminée par la moyenne du gradient de la transformation sur un domaine d'intégration délimité par la position des points de mesure proches du point considéré. Cette moyenne est calculée par une intégration de contour sous l'hypothèse d'une interpolation linéaire du déplacement entre deux points de mesure [Dexet 2006].

Dans cette optique, le logiciel « CorrelManuV 1.65 » propose 4 types de schéma (Figure II-43) qui auront une influence non seulement sur la précision, mais aussi sur la résolution spatiale de la mesure, ce qui s'avère ici un point limitant [Doumalin 2000]. Le choix d'un contour plus grand, qui contiendra donc beaucoup de points de référence, améliorera la précision du calcul de la déformation. Mais cela se fera au détriment de la résolution spatiale, puisque chaque intégration occupera un domaine plus important. Par exemple, l'utilisation du schéma d'intégration 0 (Figure II-43) fournira une résolution de la déformation plus élevée que le schéma d'intégration 3, mais avec une plus grande incertitude.

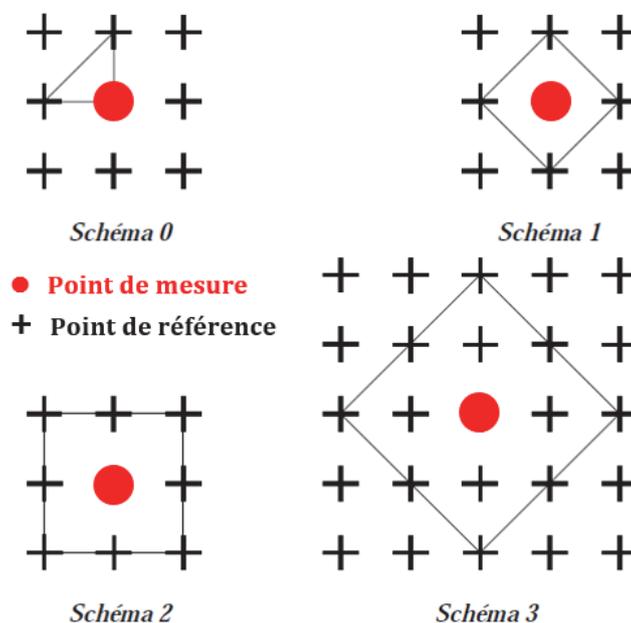


Figure II-43. Schémas d'intégration proposés par le logiciel « CorrelManuV 1.65 » [Doumalin 2000]

Les études de champs de déformation dans le verre métallique étudié se placent dans le cadre des grandes déformations, en raison des forts cisaillements locaux mis en évidence précédemment (cf. Paragraphe 2.2.3, à la page 90). En conséquence, les

déformations calculées sont les déformations de Green-Lagrange. Le tenseur de déformation de Green-Lagrange est défini par

$$\underline{\underline{E}} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{F}}^T \cdot \underline{\underline{F}} - \underline{\underline{I}}), \quad (\text{II-7})$$

où $\underline{\underline{E}}$ est la déformation de Green-Lagrange et \cdot^T la transposition de matrice.

Comme la corrélation d'images s'applique ici à des images numériques 2D prises sur la surface des éprouvettes, nous ne pouvons pas accéder expérimentalement à la déformation hors plan E_{zz} . C'est pourquoi, nous sommes capables de déterminer uniquement les déformations dans le plan, *i.e.* E_{xx} , E_{xy} et E_{yy} .

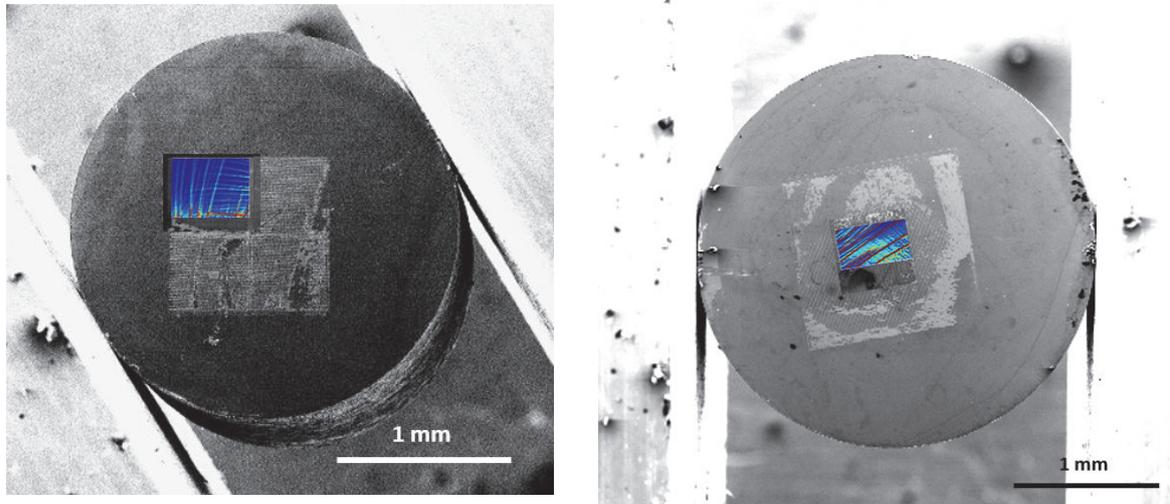
2.2.4.4. Résultats de la corrélation d'images

Dans ce paragraphe, nous allons présenter uniquement les cartes de E_{yy} , la déformation suivant la direction y (direction perpendiculaire au chargement). Ces cartes sont obtenues à partir du schéma d'intégration 2 (Figure II-43). Les discussions dans ce paragraphe porteront en premier lieu sur la reproductibilité des essais brésiliens in-situ (sous MEB) via la comparaison des cartes de déformation des deux éprouvettes étudiées. Ensuite, nous nous pencherons plus longuement sur la localisation des déformations au cours des essais. Pour finir, nous comparerons nos résultats à ceux issus de la littérature, en particulier les travaux de [Brest 2014] et [Brest et al. 2014].

La Figure II-44 présente, dans la configuration initiale, le champ de déformation E_{yy} tronquée à 100% des deux éprouvettes pour un déplacement de $\lambda = 1,0 \text{ mm}$. Les mêmes cartes de déformation sont présentées dans la Figure II-45 avec un meilleur agrandissement. On remarque que les zones de corrélation d'images de ces deux éprouvettes possèdent un très faible recouvrement, *i.e.* la surface commune aux deux est faible. Cela implique qu'il va être délicat, voire impossible, de prouver toute reproductibilité à partir de ces mesures de champs. Rappelons qu'à l'échelle macroscopique, *i.e.* sur les courbes force-déplacement, ces mêmes essais ont montré une très bonne reproductibilité (Figure II-27). Pourtant, force est de constater que, dans cette petite zone de recouvrement, la localisation de la déformation sous forme de bandes de cisaillement trouve une bonne correspondance d'une éprouvette à l'autre, surtout pour les bandes principales (caractérisées par leur couleur rouge synonyme d'un dépassement du seuil à 100% de déformation). Les bandes de cette zone de

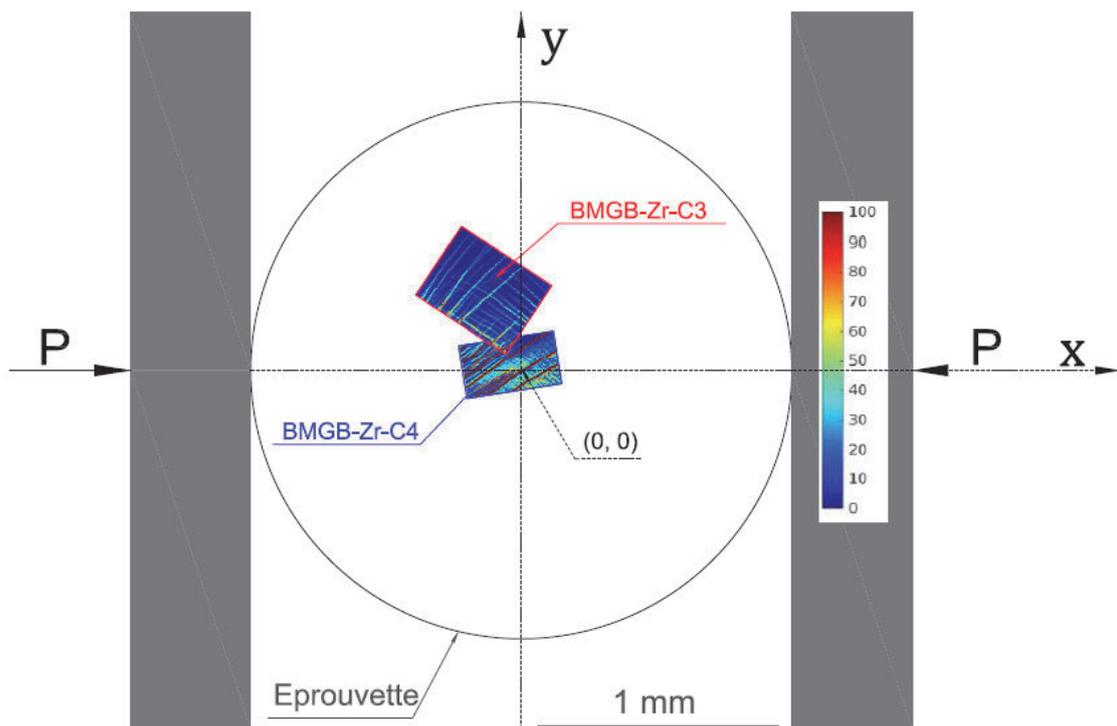
recouvrement possèdent, en effet, des caractéristiques quasi-identiques en termes d'intensité, de densité et d'orientation. À tel point que, dans le voisinage de cette zone de recouvrement, le motif excentré de l'éprouvette BMGB-Zr-C3 semble être le parfait prolongement du motif central issu de l'éprouvette BMGB-Zr-C4. Malgré ces observations encourageantes, il semble difficile de conclure sur la question de la reproductibilité de notre essai à l'échelle microscopique.

[Greer et al. 2013] rapportent que l'épaisseur des bandes de cisaillement est de l'ordre d'une vingtaine de nanomètres. Il s'agit d'une dimension très faible par rapport à la taille des pixels de nos zones de corrélation. La valeur obtenue en chaque point d'intersection de la grille est la moyenne de la valeur du champ sur un carré de 25 pixels de côté (taille du domaine de corrélation). La surface recouverte par les bandes est une très faible fraction de la surface totale de ce carré. Par conséquent, les bandes du champ de déformation obtenu par corrélation sont plus larges que dans la réalité, et la valeur de la déformation γ est plus faible que dans la réalité.



(a) BMGB-Zr-C3

(b) BMGB-Zr-C4



(c) Superposition des champs de déformation de BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 dans un même repère $(0; x, y)$

Figure II-44. Champs de déformation E_{yy} pour un déplacement $\lambda = 1,0 \text{ mm}$, dans la configuration initiale de l'éprouvette - Echelle tronquée à 100%

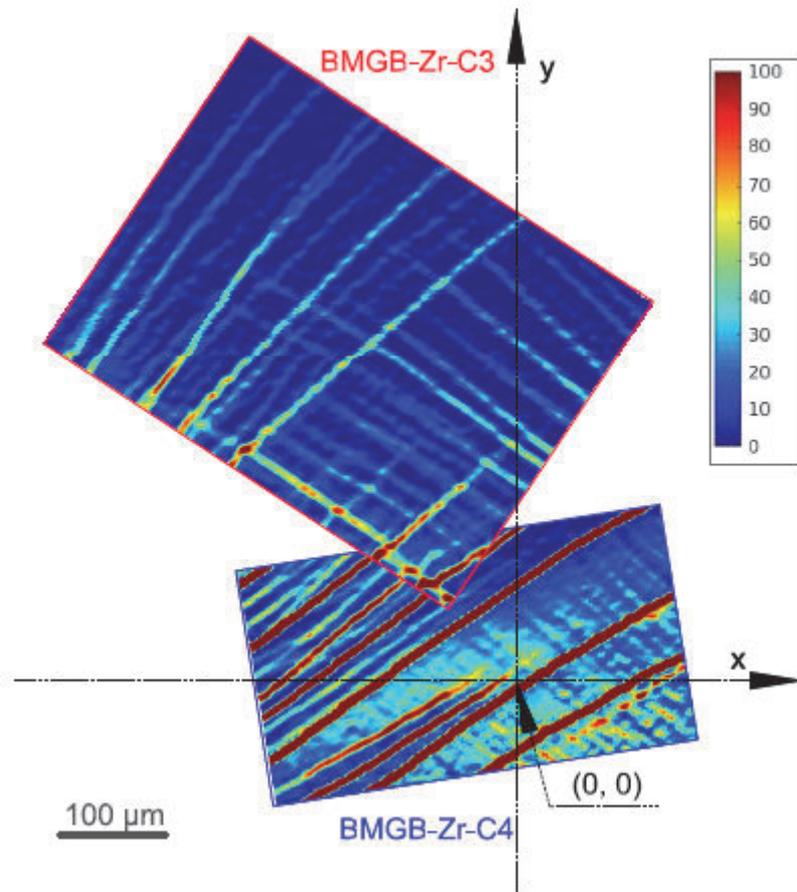


Figure II-45. Superposition des champs de déformation E_{yy} pour un déplacement $\lambda = 1,0 \text{ mm}$ de BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 dans un même repère $(0; x, y)$ et dans la configuration initiale - Echelle tronquée à 100%

Les **Figure II-46** et **Figure II-47** montrent l'évolution du processus de localisation de la déformation au cours de l'essai. Les cartes de déformation, depuis l'étape initiale (pour une précharge quasi nulle) jusqu'à l'étape 4 (pour un déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$), ne montrent aucun signe de localisation. Le phénomène apparaît à partir du point d'inflexion de la courbe, qui correspond à l'étape 5 de l'essai (un déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$) sur la **Figure II-46** pour l'éprouvette BMGB-Zr-C3, et sur la **Figure II-47** pour BMGB-ZR-C4. Ces observations renforcent l'analyse précédente sur l'évolution des bandes au cours de l'essai (cf. Chapitre II, Paragraphe 2.1.2) qui avait montré que la 2ème phase de déformation de l'éprouvette, débutant au point d'inflexion de la courbe, correspondait également à l'apparition des bandes dans la partie centrale de l'éprouvette. Elles corroborent également les observations plus qualitatives réalisées sur les images MEB des grilles (cf. **Figure II-30** pour BMGB-ZR-C3 et **Figure II-34** pour BMGB-ZR-C4).

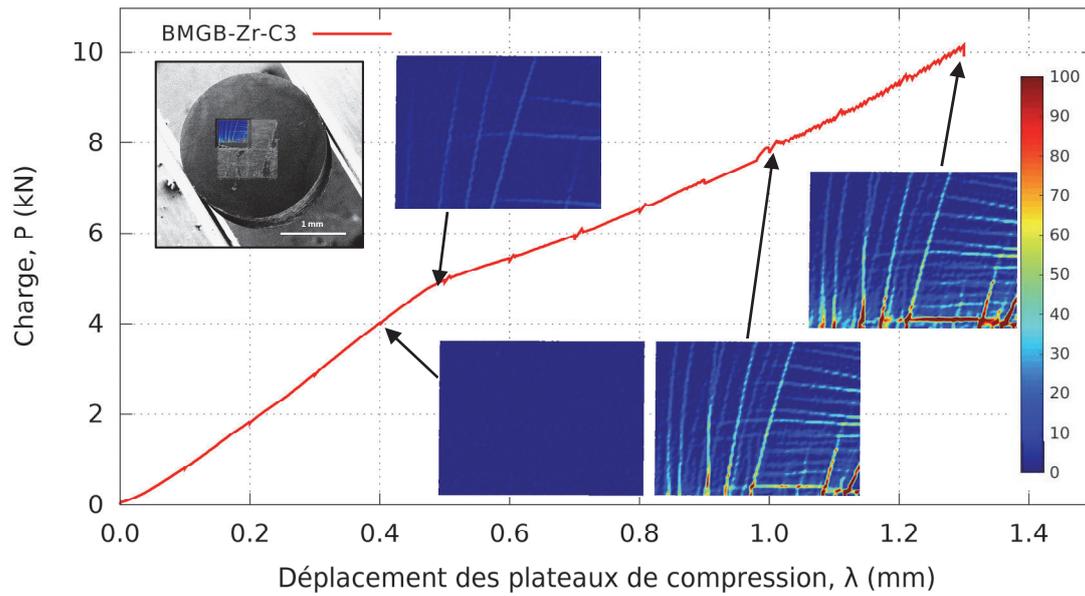


Figure II-46. Essai brésilien sur BMGB-Zr-lot C3 : Charge en fonction du déplacement - Cartes de déformation E_{yy} pour différentes étapes de l'essai (échelle tronquée à 100%).

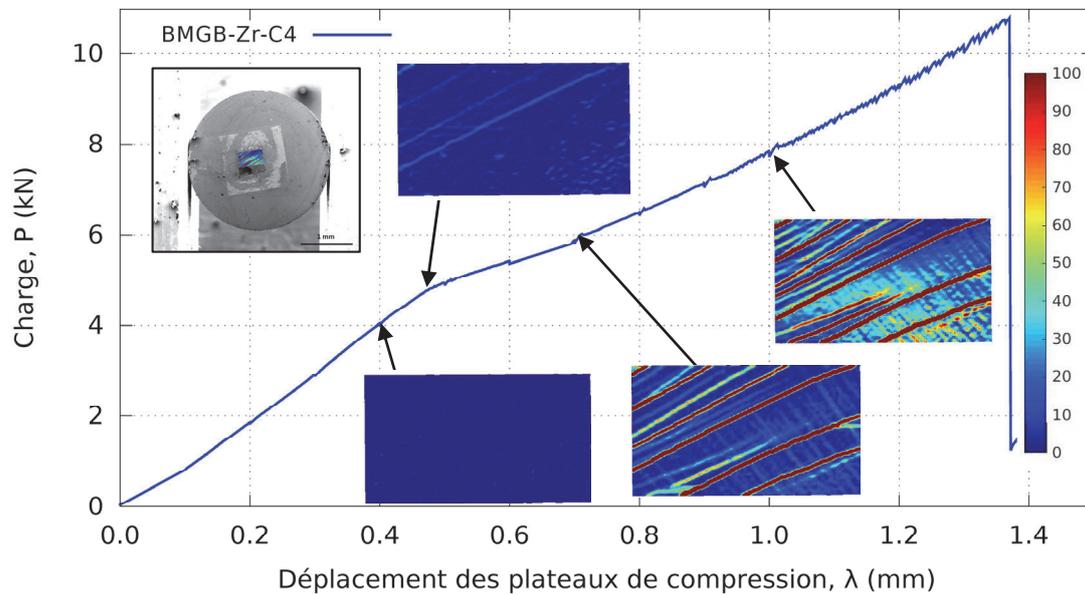


Figure II-47. Essai brésilien sur BMGB-Zr-lot C4 : Charge en fonction du déplacement - Cartes de déformation E_{yy} pour différentes étapes de l'essai (échelle tronquée à 100%).

Regardons de plus près l'éprouvette BMGB-Zr-C3. Intéressons-nous tout d'abord à la première phase de déformation par l'étude de l'étape 4 (déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$), la dernière sans localisation dans la zone centrale de l'éprouvette. La limite d'élasticité macroscopique en déformation de nos verres métalliques étant de l'ordre de 2% [Ashby & Greer 2006][Wu et al. 2014][Telford 2004], nous avons retracé les cartes de déformation en limitant à 2,5% puis 5% la valeur maximale de notre échelle des déformations.

Pour mettre en évidence la transition élastique/élastoplastique dans ces champs, la limite d'élasticité uniaxiale du matériau devrait, en toute rigueur, être comparée à la déformation équivalente au sens de Von Mises du tenseur de déformation. Malheureusement, le calcul de cette déformation équivalente est impossible car les composantes hors plan (suivant la direction z , e.g. E_{zz}) ne sont pas accessibles expérimentalement. De plus, l'hypothèse d'une déformation isochore (volume constant), qui permet de déterminer les composantes hors plan dans le cadre habituel de déformations plastiques isovolumes, n'est pas valable ici puisque nos verres métalliques ont montré un comportement très sensible à la pression. Nous faisons donc le choix, pour la suite, de comparer la limite d'élasticité uniaxiale à une seule des composantes du tenseur de déformation, E_{yy} , pour mettre en évidence la transition élastique/élastoplastique du matériau. Il convient donc d'apprécier ces interprétations avec les précautions qui s'imposent, compte tenu de leurs caractères incomplet (une seule composante considérée) et arbitraire (quant au choix de la composante E_{yy} plutôt que E_{xx} ou E_{xy} , les deux autres déterminées expérimentalement).

La Figure II-48 montre que la zone de corrélation est peu plastifiée à l'étape 4 (déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$) car la majorité des déformations présentes dans cette zone sont voisines ou inférieures à la limite de 2%. Comme les Figure II-46 et Figure II-47 l'ont déjà montré, l'intense localisation de la déformation dans des bandes de cisaillement au-delà de $\lambda = 0,5 \text{ m}$ est également visible sur la Figure II-49. Entre l'étape 4 et l'étape 5, la déformation maximale mesurée localement passe de 5% à 30%.

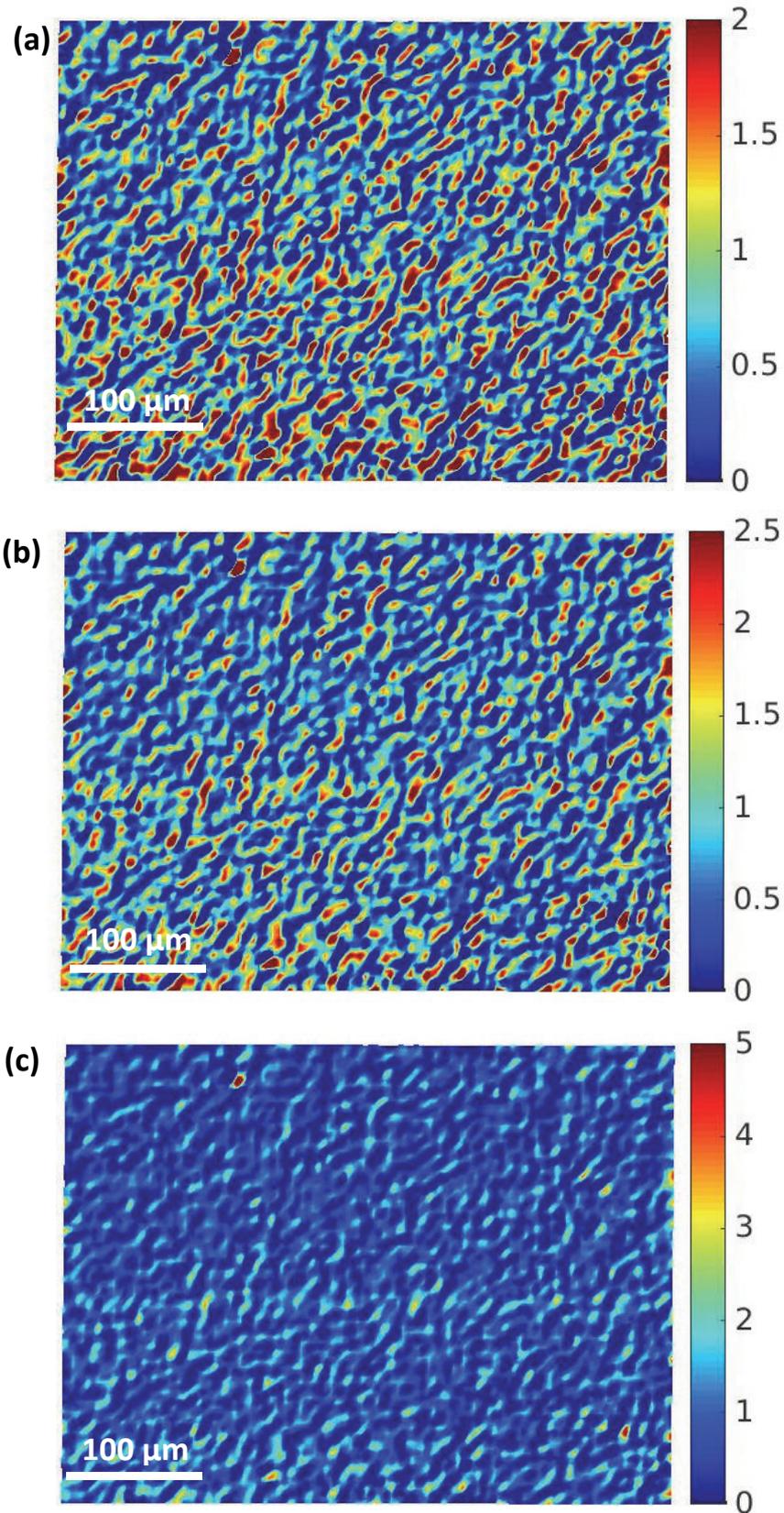


Figure II-48. BMGB-Zr-C3 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 4 (déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$): (a) échelle tronquée à 2%, (b) 2,5% et (c) non tronquée

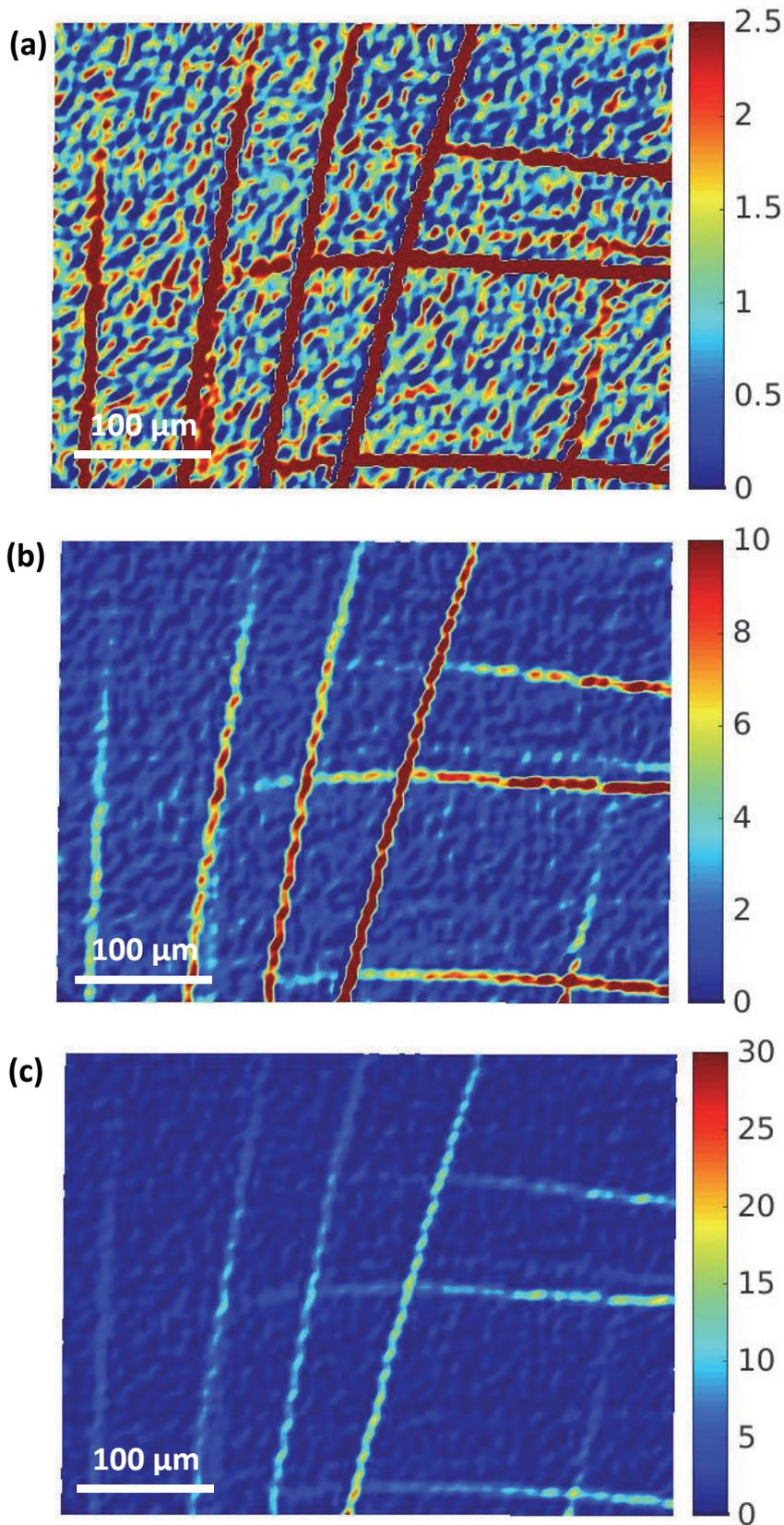


Figure II-49. BMGB-Zr-C3 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 5 (pour le déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$) : (a) échelle tronquée à 2%, (b) 10% et (c) non tronquée

La **Figure II-50** est la carte de déformation de l'étape 10 ($\lambda = 10,0 \text{ mm}$). Le niveau de déformation augmente énormément par rapport à l'étape 5. Presque toute la zone corrélée est plastifiée (**Figure II-50-a**). La déformation équivalente atteint une valeur de 300% dans les bandes de cisaillement principales (bandes les plus prononcées).

A la dernière étape de chargement ($\lambda = 13,0 \text{ mm}$), le niveau de déformation continue de croître dans les bandes de cisaillement, surtout les bandes principales. La déformation dans la matrice semble, par contre, se stabiliser (**Figure II-51**).

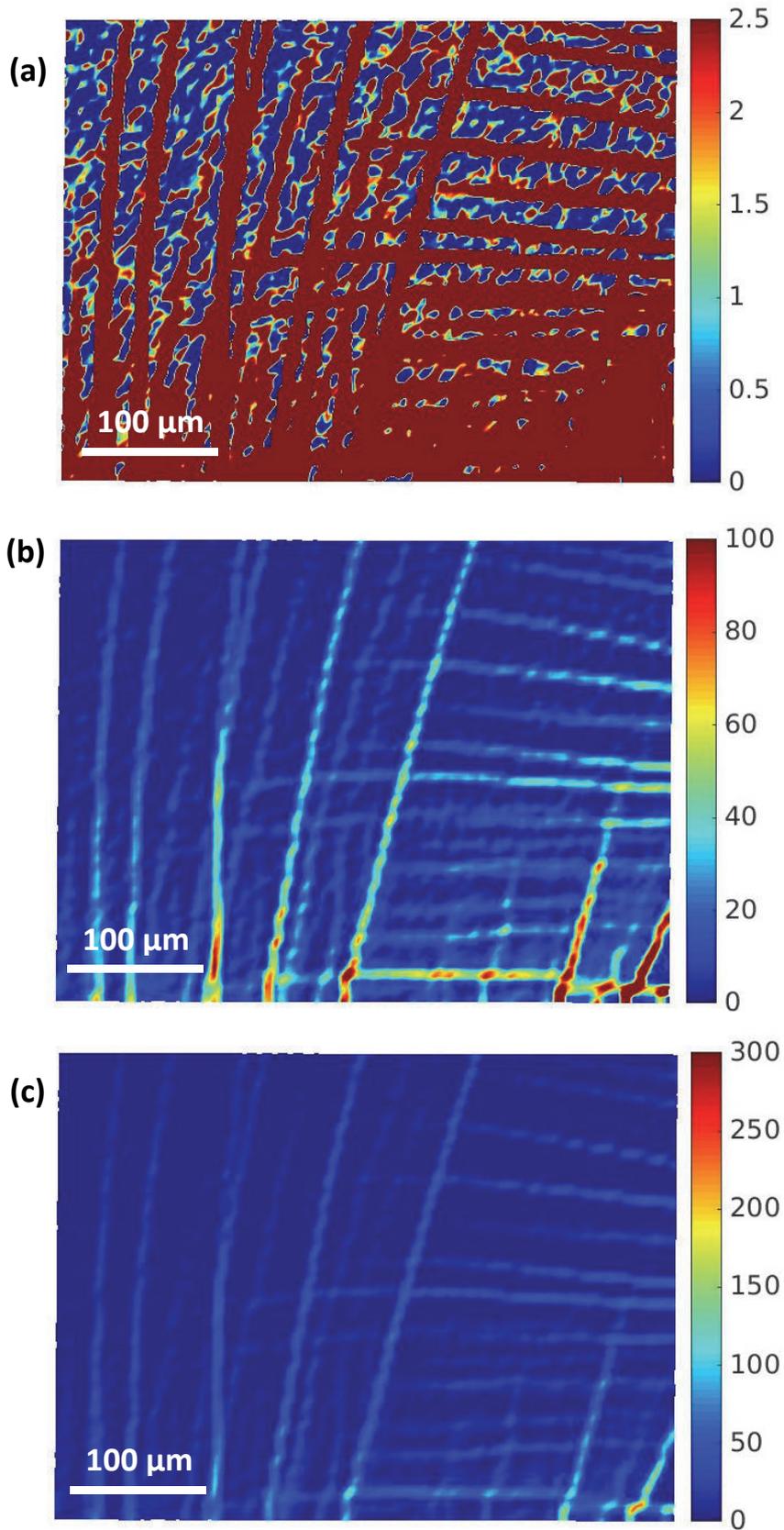


Figure II-50. BMGB-Zr-C3 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 10 (pour le déplacement $\lambda = 1,0 \text{ mm}$) : (a) échelle tronquée à 2%, (b) 100% et (c) non tronquée

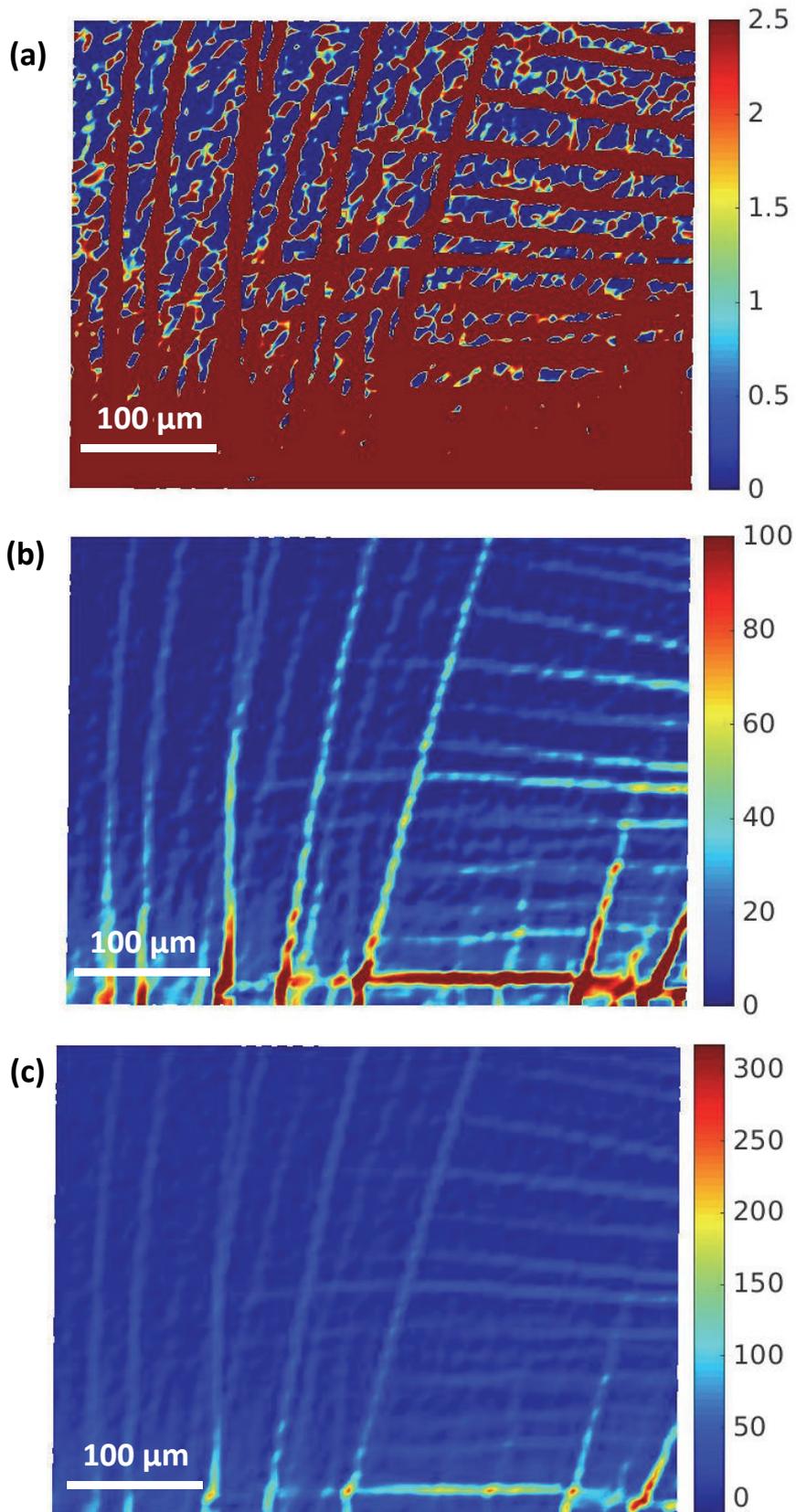


Figure II-51. BMGB-Zr-C3 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 13 (pour le déplacement $\lambda = 1,3 \text{ mm}$) : (a) échelle tronquée à 2%, (b) 100% et (c) non tronquée

Comme pour BMGB-Zr-C3, la déformation présentée dans la zone corrélée à l'étape 4 ($\lambda = 0,4 \text{ mm}$) de BMGB-Zr-C4 est partiellement plastique (Figure II-52), *i.e.* sa valeur dépasse la limite d'élasticité macroscopique de 2% dans certaines zones. Notons que ces zones sont proportionnellement plus étendues que pour BMGB-Zr-C3. A nouveau, la localisation de la déformation n'est observée qu'à partir de l'étape 5 (Figure II-53).

Les Figure II-54 et Figure II-55 montrent la même carte de déformation de l'étape 10 ($\lambda = 10,0 \text{ mm}$) mais avec des échelles des déformations tronquées à différents seuils. Cela permet de mettre en évidence différents phénomènes. Par exemple, la Figure II-54-a (seuil à 2%) montre que l'ensemble de la zone corrélée de BMGB-Zr-C4 est dans le domaine plastique. L'échelle des Figure II-54-b et -c (seuils à 50% et 100%) fait ressortir les bandes de cisaillement de plus faibles niveaux de déformation, et celles des Figure II-54-d,-e et -f (seuils à 200%, 600% et 1200%) présentent plus clairement les bandes principales. L'épaisseur apparente des bandes de cisaillement sur ces cartes diminue lorsque le seuil augmente (Figure II-54, Figure II-55). Par exemple, concernant les bandes de cisaillement principales (bandes les plus visibles en rouge), l'épaisseur moyenne est d'environ $11 \mu\text{m}$ si l'on tronque E_{yy} à 100%, mais elle descend à environ $8 \mu\text{m}$ si l'on tronque à 200% puis à $5 \mu\text{m}$ à 600%. C'est une preuve, s'il en fallait, que ces cartes ne sont pas un outil approprié pour évaluer la taille de manifestations aussi fines que les bandes de cisaillement dans un verre métallique.

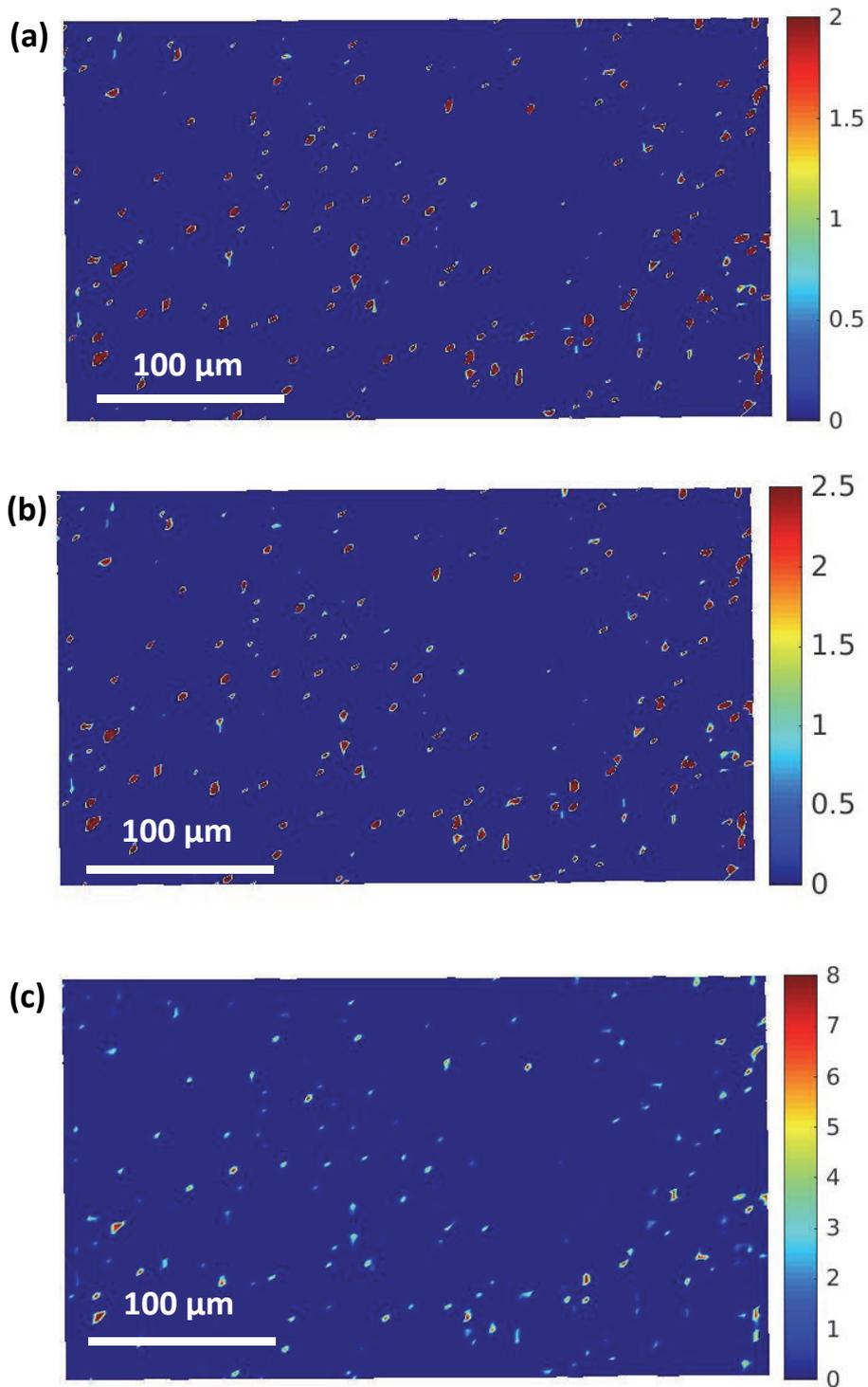


Figure II-52. BMGB-Zr-C4 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 4 (pour le déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$): (a) échelle tronquée à 2%, (b) 2,5% et (c) non tronquée

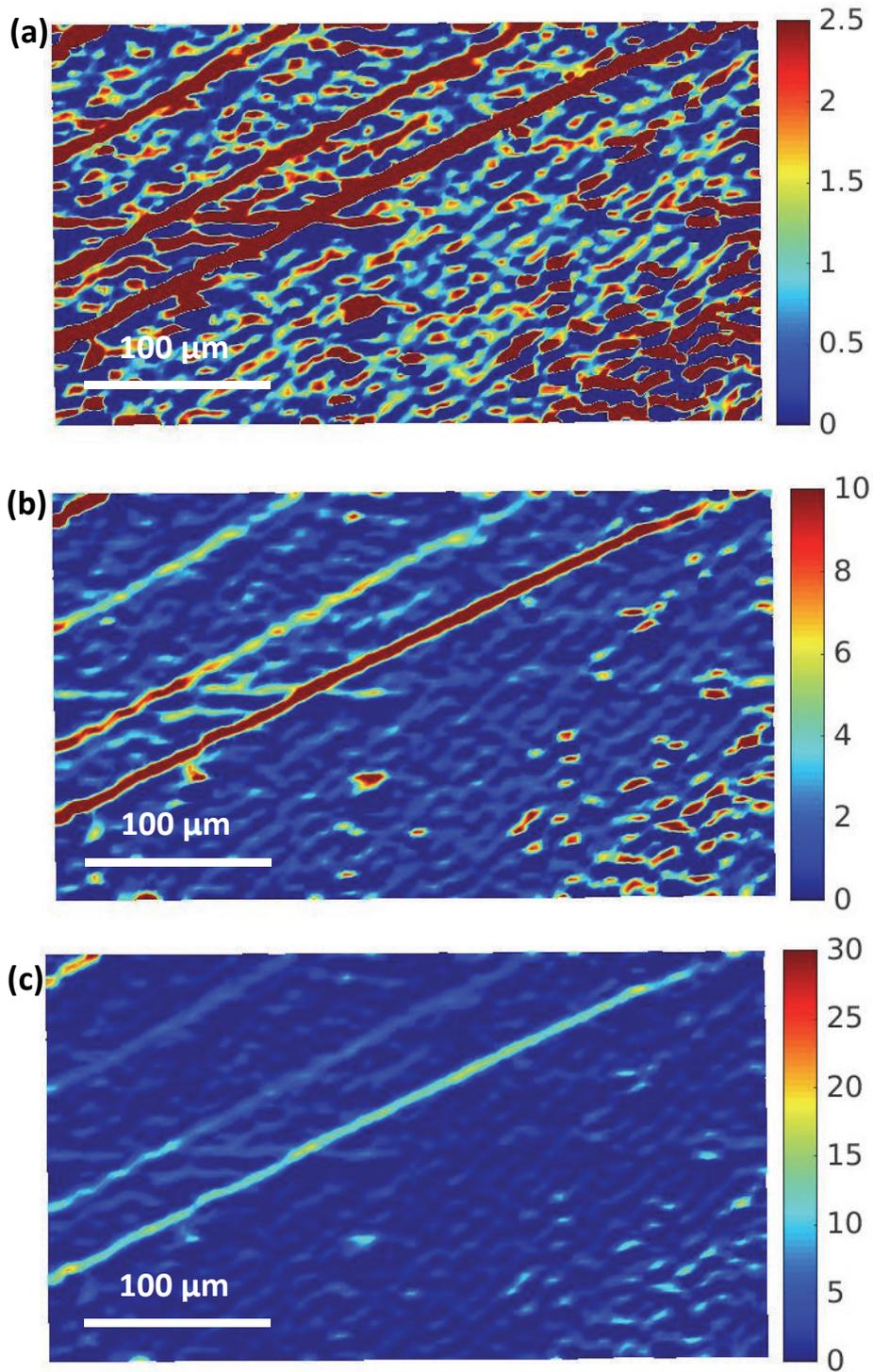


Figure II-53. BMGB-Zr-C4 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 5 (pour le déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$): (a) échelle tronquée à 2%, (b) 10% et (c) non tronquée

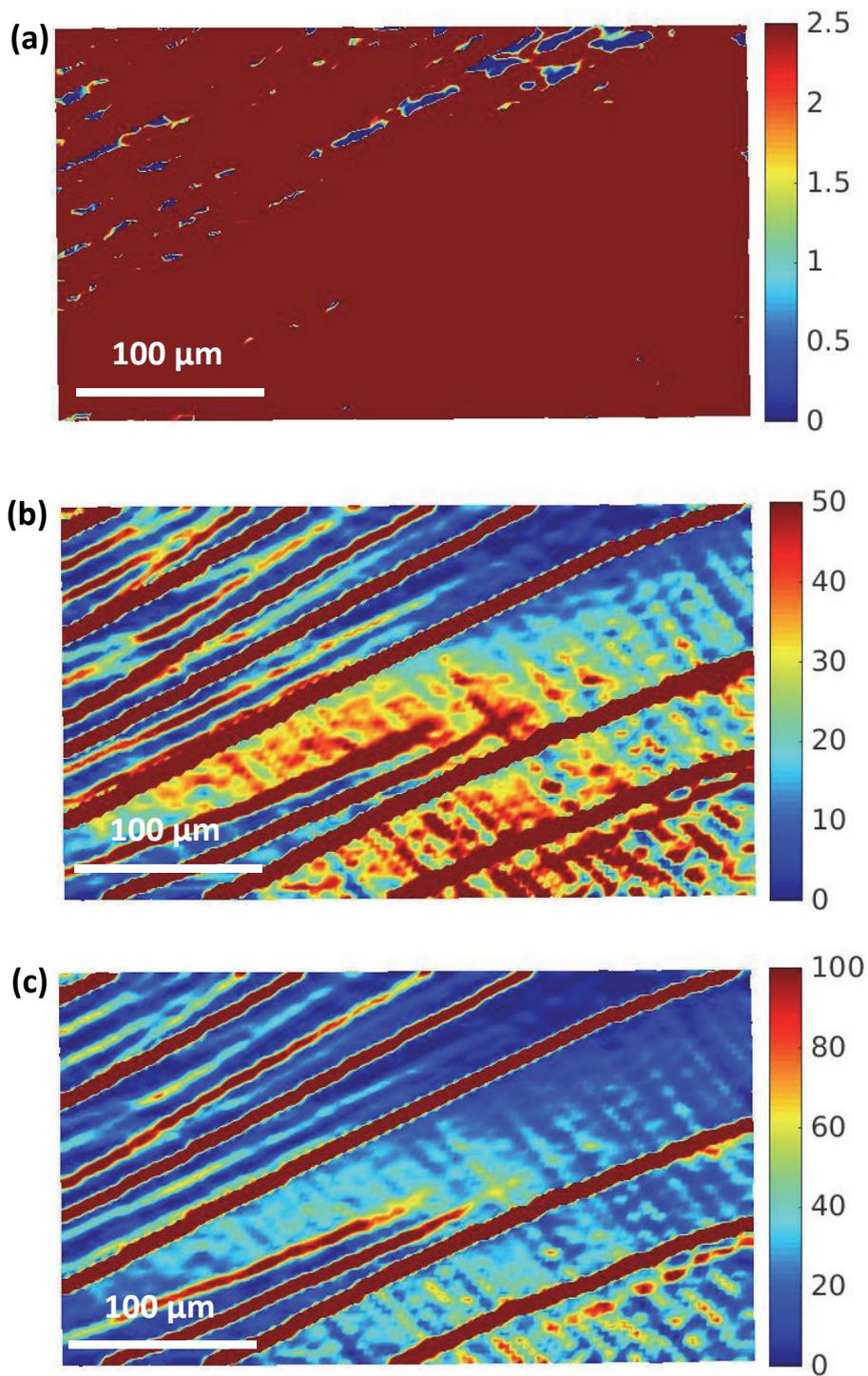


Figure II-54. BMGB-Zr-C4 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 10 (pour le déplacement $\lambda = 10,0 \text{ mm}$) : (a) échelle tronquée à 2%, (b) 50% et (c) 100%

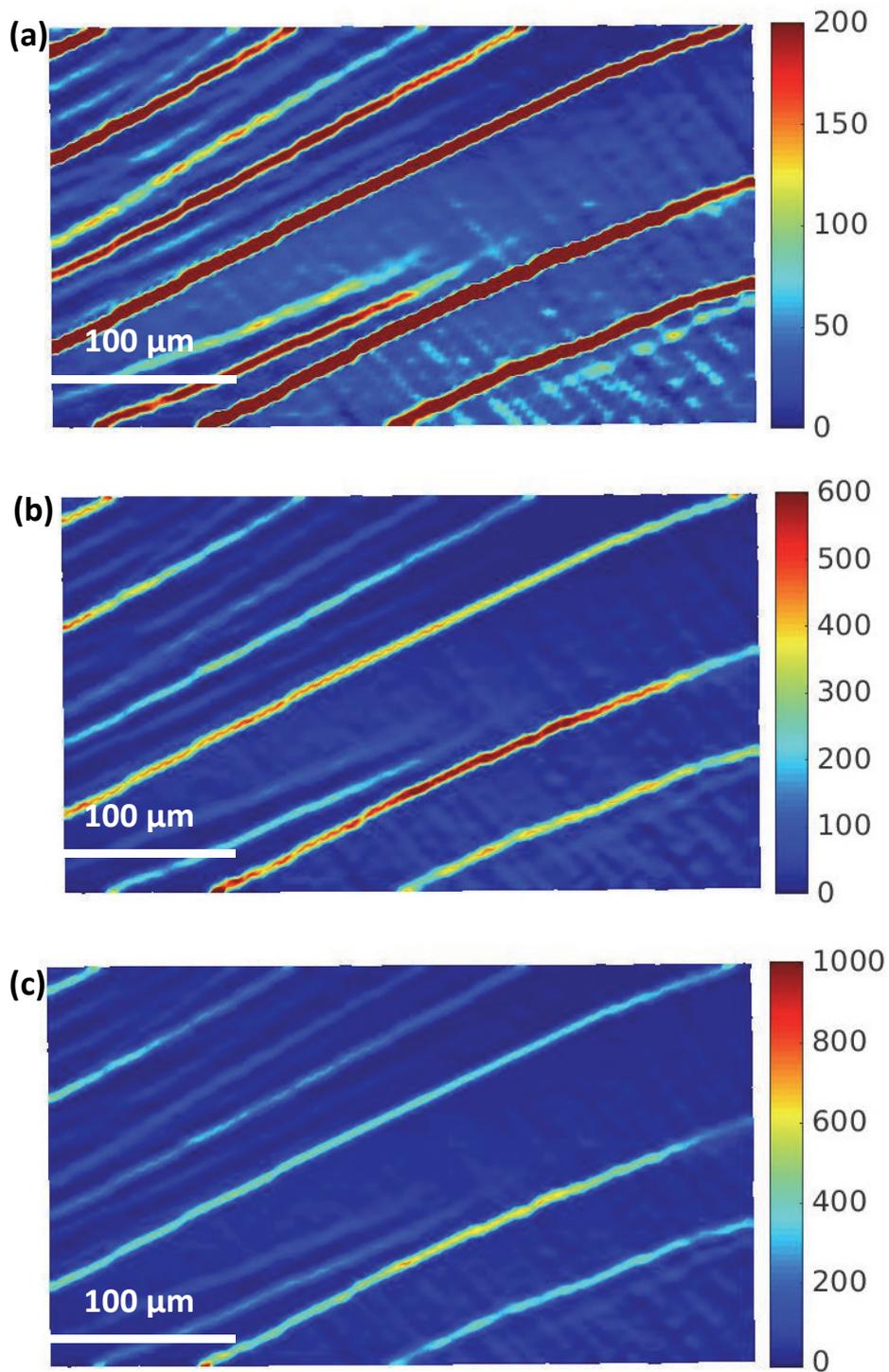


Figure II-55. BMGB-Zr-C4 – Carte de déformation E_{yy} à l'étape 10 (pour le déplacement $\lambda = 10,0 \text{ mm}$) : (a) échelle tronquée à 200%, (b) 600% et (c) non tronquée

Les résultats de travaux de [Brest 2014][Brest et al. 2014], résumés par la Figure II-56-b, sont été obtenus à partir d'essais brésiliens et stéréocorrélation d'images sur un cylindre de diamètre 8mm de même composition. On a, par notre étude, amélioré nettement la résolution spatiale de la corrélation d'images. On passe en effet d'une taille de pixel de 250 μm à une taille de 3 μm , soit une résolution environ cent fois supérieure. A titre de comparaison, la taille des zones corrélées sur nos deux éprouvettes est proche de la taille d'un seul pixel dans les travaux précédents.

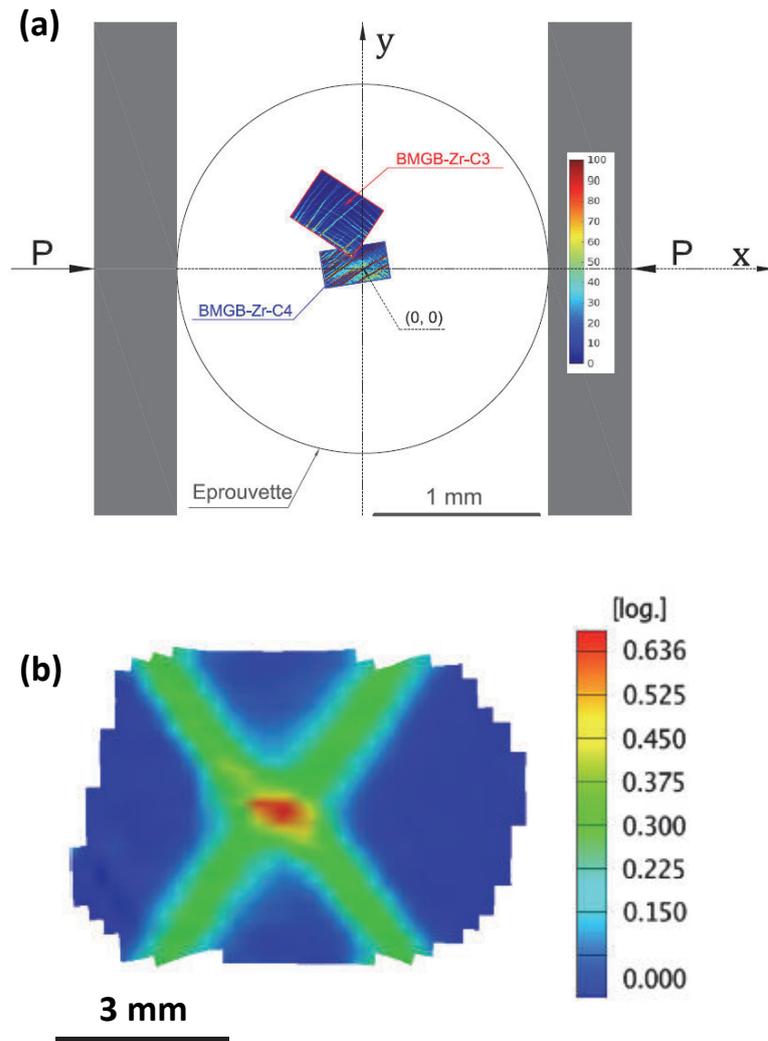


Figure II-56. Carte de déformation : (a) E_{yy} pour BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 à l'étape 10 tronquées à 100%, (b) $\log(1 + \varepsilon_{eq}^{VM})$ issue des travaux de [Brest et al. 2014]

Grace à ce gain, nous observons nettement des bandes de cisaillement, leur apparition, leur propagation, leur intersection, alors que dans les travaux précédents, on observait plutôt des zones de concentration de la déformation. En termes de quantification, les travaux précédents indiquaient des déformations de l'ordre de 1 dans ces zones de plus

fortes concentrations de la déformation. Ici, des valeurs supérieures à 10 sont mesurées. Même si l'on ne peut connaître la valeur des déformations dans une bande, qui est encore 100 fois plus fine que notre résolution, nous avons largement affiné cette (mé)connaissance.

L'essai brésilien possède donc le double avantage de générer des niveaux de déformation plastique extrêmes dans notre verre métallique, tout en étant très reproductible à l'échelle macroscopique et, dans une moindre mesure, à l'échelle microscopique (car la localisation ne suivra pas des motifs rigoureusement identiques d'un essai à l'autre). Cet essai semble donc tout indiqué pour caractériser le comportement élastoplastique du matériau. C'est justement l'objet de la partie suivante.

3. Extraction des propriétés élastoplastiques des verres métalliques massifs par des essais simples

3.1. Introduction

3.1.1. Constats

Les parties précédentes de ce chapitre ont montré que l'essai de compression diamétrale permet d'obtenir de grandes déformations d'origine plastique. On se propose dans ce paragraphe d'utiliser les deux essais hétérogènes d'indentation et de compression diamétrale pour extraire le plus d'informations quantitatives sur la réponse mécanique de notre verre métallique.

Les essais uni-axiaux homogènes sur les verres métalliques massifs permettent d'observer un comportement fragile en traction et compression. Dans ce dernier cas, certains travaux ont présenté de grandes malléabilités sur certaines compositions mais le doute est permis concernant le déroulement de l'essai. En effet, la non orthogonalité stricte entre les surfaces comprimées et la chaîne cinématique de compression peut engendrer une flexion locale (donc une hétérogénéité) qui peut, pour certaines compositions générer des déformations plastiques, que l'on prend à une échelle plus globale pour de la malléabilité. Le papier de [\[Wu et al. 2008\]](#) est emblématique sur ce point.

Quant aux essais hétérogènes, celui de flexion est intéressant pour discriminer un verre 'fragile' d'un verre 'ductile', par exemple un verre base fer par rapport à un verre base

zirconium. Cependant, c'est l'essai d'indentation instrumentée qui reste l'essai hétérogène de référence pour étudier la plasticité de ces matériaux, car il génère de grandes déformations d'origine plastique du fait du confinement de la zone de plasticité par la zone d'élasticité.

L'indentation instrumentée permet d'obtenir une courbe force-déplacement qui est la réponse mécanique de l'essai. La partie chargement correspond au comportement élasto-plastique alors que la partie déchargement est quasiment élastique. La décharge permet d'obtenir le module d'élasticité réduit (ou de déformations planes) $E/(1 - \nu^2)$ si l'on connaît bien l'aire de contact [Oliver & Pharr 2004] [Charleux et al. 2014].

Nous allons dans cette partie utiliser les deux essais hétérogènes d'indentation et de compression diamétrale pour extraire le plus d'informations quantitatives sur le comportement de notre verre métallique.

3.1.2. Hypothèses

On fait l'hypothèse que le comportement du matériau est isotrope. Son élasticité sera supposée linéaire de module de Young E et de coefficient de Poisson ν . La plasticité sera considérée comme parfaite (pas d'écrouissage) avec un critère de limite d'élasticité de Drucker-Prager et un écoulement plastique associé ; on aura donc deux paramètres plastiques à savoir une limite d'élasticité en compression Y_c et un angle de frottement φ .

3.2. Détermination des paramètres d'élasticité

3.2.1. Coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson sera estimé par une loi des mélanges sur les constituants en prenant leur valeur dans une base de données [<http://periodictable.com/Elements/040/data.html>].

Pour le verre $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %), les valeurs pour les constituants sont :

- Zr : 0,34 ;
- Cu : 0,34 ;
- Al : 0,35 ;
- Ni : 0,31.

On estime ainsi $\nu \sim 0,34$ par une loi des mélanges. [Wang 2006] a comparé cette estimation aux propriétés mesurées et constaté qu'elle sous-estimait en moyenne de 8 % la valeur réelle pour de nombreux verres métalliques (Figure II-57). On considèrera donc $\nu = 0,37$.

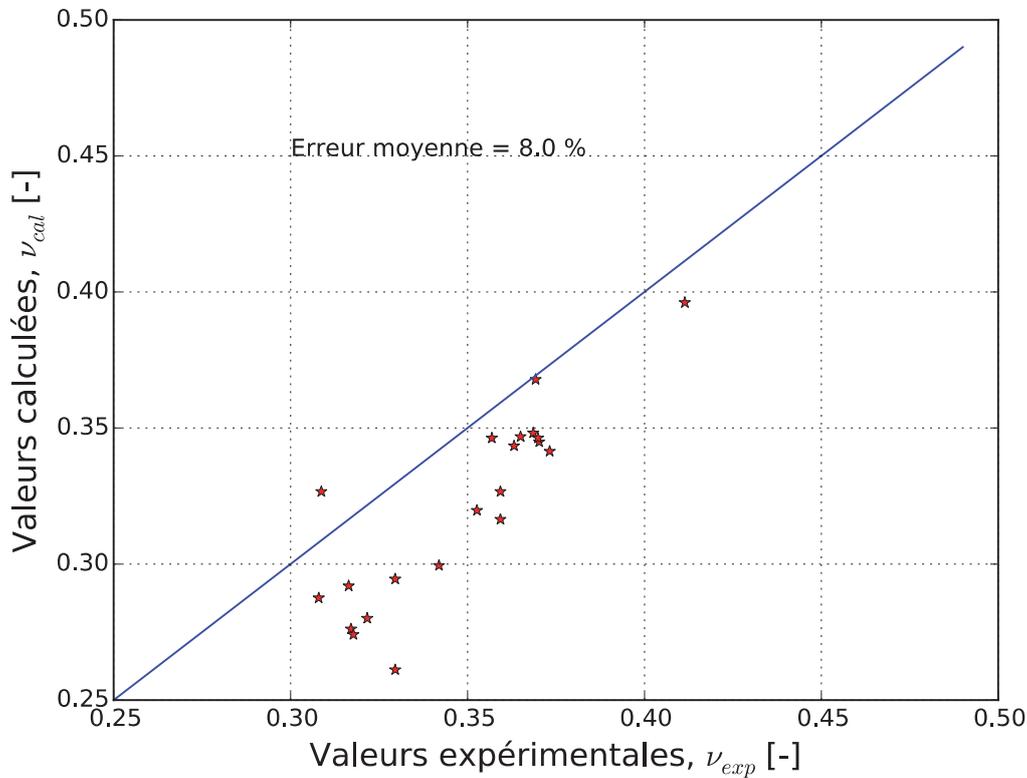


Figure II-57. Comparaison des valeurs du coefficient de Poisson mesurées et estimées par une loi des mélanges

3.2.2. Module de Young

Le module réduit, ou de déformation plane $E/(1 - \nu^2)$, est obtenu en analysant la courbe de décharge d'un essai d'indentation instrumentée (cf. Figure II-58). Celle-ci est lissée par une fonction puissance :

$$P(h) = P_{max} \left(\frac{h - h_f}{h_{max} - h_f} \right)^m, \quad (II-8)$$

où P_{max} et h_{max} sont les valeurs de la force et de la pénétration maximale avant décharge et h_f est la valeur résiduelle de cette pénétration. La pente de décharge est obtenue en dérivant cette fonction et en prenant sa valeur en h_{max} . On a donc :

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{max}} \quad (II-9)$$

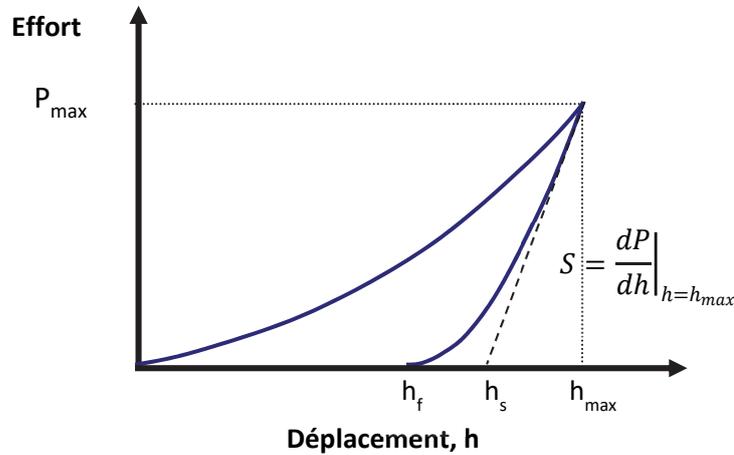


Figure II-58. Détermination du module réduit à partir de la courbe de décharge.

En supposant le début de la décharge élastique, la relation suivante [Oliver & Pharr 2004] permet de relier S avec un module d'élasticité E^* via la connaissance de l'aire de contact A_c par

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E^* \sqrt{A_c}. \quad (II-10)$$

E^* dépend de la rigidité du matériau (E, ν) et de celle de l'indenteur (E_i, ν_i). Ainsi en admettant la relation de Hertz, on a

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}. \quad (II-11)$$

L'indenteur est une pyramide à trois faces de type Berkovich modifié en diamant dont les caractéristiques d'élasticité sont ($E_i = 11000 \text{ GPa}$, $\nu_i = 0,07$).

L'aire de contact A_c peut être estimée, *e.g.* par la méthode d'Oliver et Pharr, mais elle va être sous-estimée du fait de la présence de bourrelets pour ce type de matériau. On peut estimer à 30 % cette sous-estimation [Charleux et al. 2014] pour ce verre métallique. Quant au paramètre $\beta \sim 1,05$, il tient compte de différents facteurs

d'approximation comme l'utilisation d'un indenteur axisymétrique par rapport à une pyramide.

Les résultats d'indentation (BMGI-Zr-1) donnent un module réduit de $98,2 \pm 2,5 \text{ GPa}$ en tenant compte de ces commentaires. En prenant le coefficient de Poisson déterminé précédemment on trouve $84,7 \pm 2,2 \text{ GPa}$ pour le module de Young. On considèrera donc pour la suite $E = 85 \text{ GPa}$.

3.3. Détermination des paramètres plastiques

3.3.1. Modèle élastoplastique de Drucker-Prager

Le critère de limite d'élasticité est isotrope mais dépendant de la pression p . Dans le formalisme introduit dans la documentation du code de calcul par éléments finis Abaqus, utilisé dans ce qui suit, il s'exprime par :

$$F = t - p \tan \varphi - d \leq 0 \quad (\text{II-12})$$

où F est la fonction de charge (d est la cohésion du matériau). Les invariants ou combinaison d'invariants du tenseur des contraintes σ ou de son déviateur $s = \sigma + pi$ s'expriment par

$$t = \frac{1}{2} q \left[1 + \frac{1}{K} - \left(1 - \frac{1}{K} \right) \left(\frac{r}{q} \right)^3 \right], \quad r = \sqrt[3]{\frac{9}{2} \tilde{s} : \tilde{s} : \tilde{s}}, \quad (\text{II-13})$$
$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \tilde{s} : \tilde{s}} \quad \text{et} \quad p = -\frac{1}{3} \text{tr}(\tilde{\sigma})$$

où K est un paramètre permettant de jouer sur la forme du critère dans le plan méridional (perpendiculaire à la trisectrice, dans l'espace de Haigh-Westergaard des contraintes principales). $K = 1$ donne un cercle et dans ce cas $t = q$ (la contrainte de cisaillement équivalente en traction au sens de von Mises).

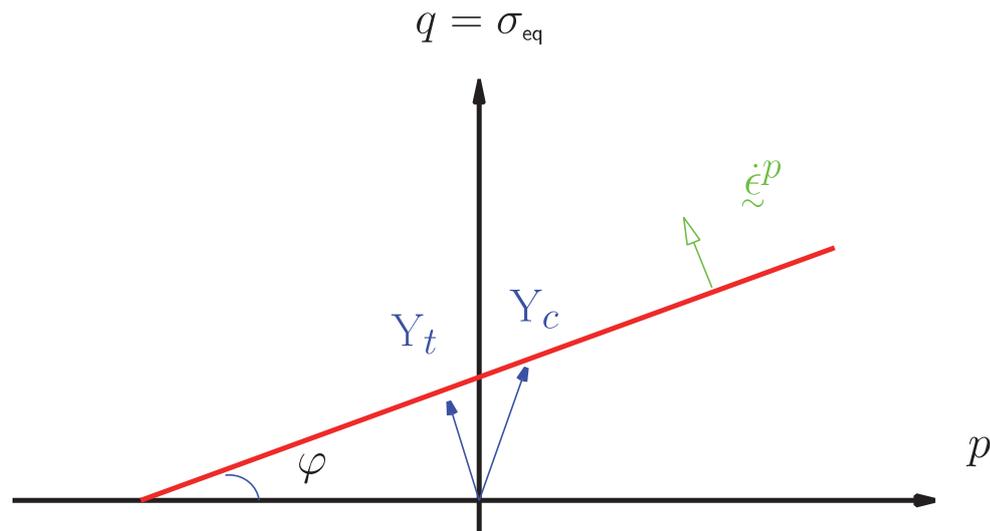


Figure II-59. Modèle élastoplastique de Drucker-Prager dans le plan (q,p)

Dans le plan (q,p) le critère de Drucker-Prager est représenté sur la Figure II-59. L'angle φ est appelé angle de frottement (en référence au frottement de Coulomb) et représente la sensibilité à la pression du critère de plasticité. Un angle nul correspond à une droite horizontale représentant le modèle de von Mises insensible à la pression. Les trajets de chargement en traction et en compression sont également tracés et les limites en traction Y_t et compression Y_c sont figurées. En confondant les axes des invariants du tenseur de contrainte avec ceux du taux de déformation plastique, on représente également l'écoulement plastique pris ici associé (et donc normal à la surface de charge $F = 0$).

3.3.2. Modèles numériques

3.3.2.1. Indentation instrumentée

Le modèle est pris axisymétrique pour des raisons de simplicité et de temps de calcul. De plus, comme on va utiliser comme unique résultat la seule courbe force-déplacement, cela est équivalent à prendre un modèle tridimensionnel en prenant un demi-angle équivalent aux indenteurs pyramidaux Vickers et Berkovich de $70,29^\circ$. Le maillage du matériau indenté a été créé en utilisant un ensemble de routines python rassemblées dans une bibliothèque appelée Abapy [<http://abapy.readthedocs.org>]. Il consiste en une zone fine (bleue) et une zone grossière (rouge), cf. Figure II-60. La zone grossière a une taille suffisamment grande pour rejeter les conditions aux limites à l'infini (en pratique, la courbe force-déplacement n'est plus sensible à son augmentation de taille). La zone fine permet de capter les éléments essentiels du

contact en prenant 16 éléments carrés. Ce choix de 16 éléments est justifié pour des raisons de performance quand on va lancer plusieurs centaines de calculs pendant l'identification des propriétés. La courbe réponse force-déplacement présentera donc des bosses liées au passage d'un élément (ou d'un nœud suivant la méthode de traitement du contact utilisée) à un autre. Les conditions aux limites sont d'encastrement sur la partie basse de la zone grossière et de blocage latéral sur l'axe de symétrie. Le chargement est en déplacement vertical imposé sur l'extrémité haute de l'indenteur. La force est relevée en sommant les efforts verticaux sur la partie basse de la zone grossière.

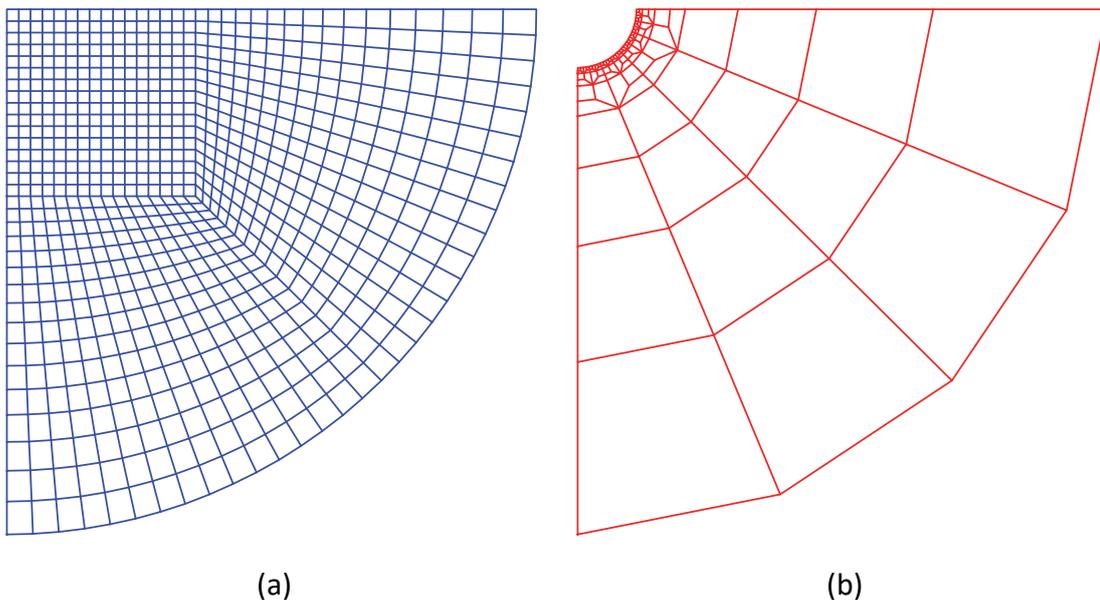


Figure II-60. Maillage retenu pour le matériau indenté : (a) Modèle axisymétrique de la zone fine et (b) de la zone grossière

▪ Choix de la déformabilité de l'indenteur

La **Figure II-61** représente deux simulations : une avec un indenteur rigide, l'autre avec un indenteur déformable considéré élastique et isotrope ($E = 1140 \text{ GPa}$, $\nu = 0,07$ pour le diamant). Le matériau verre métallique étant « dur » (bonne rigidité d'élasticité et surtout grande limite d'élasticité), les deux courbes ne sont pas superposées. Pour l'identification, on utilisera donc un indenteur déformable dont le maillage est le même que celui du matériau indenté avec une transformation géométrique permettant d'en faire un cône.

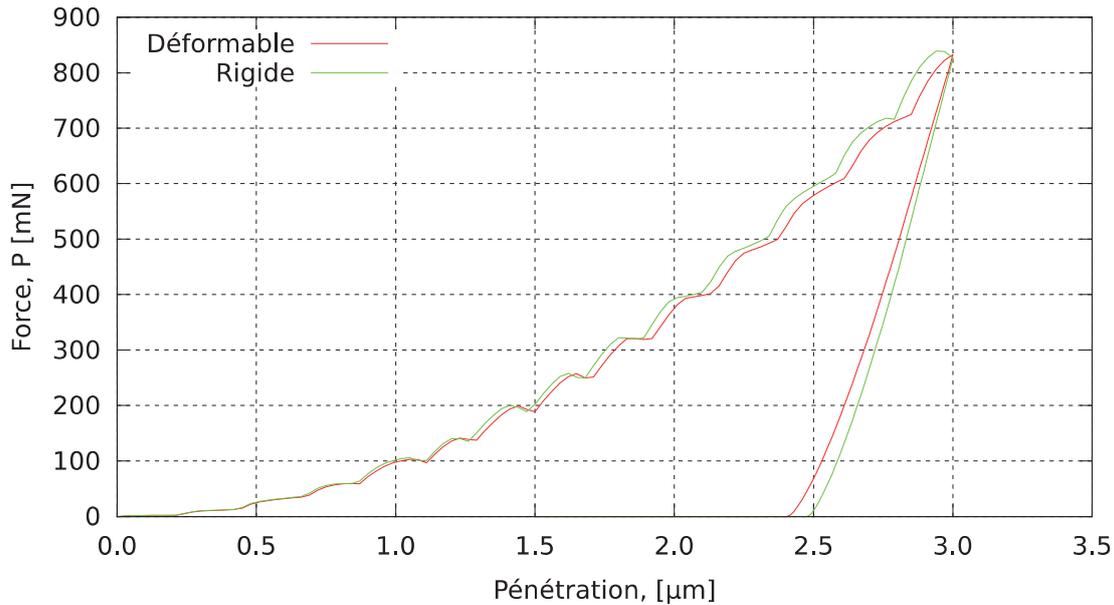


Figure II-61. Comparaison entre une simulation avec un indenteur rigide ou un indenteur déformable

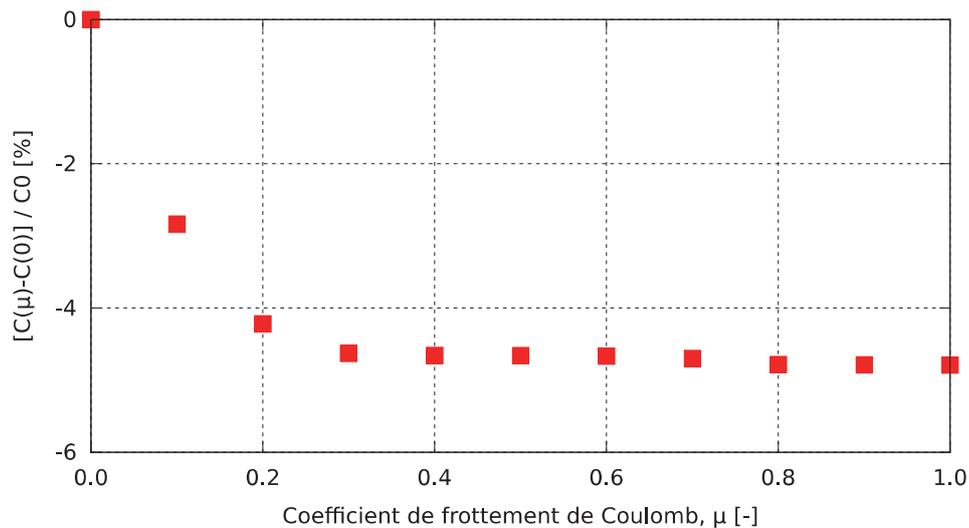


Figure II-62. Variation relative du pré-facteur de charge C suivant le coefficient de frottement μ

▪ **Choix du coefficient de frottement**

Le contact est de type frottant avec un frottement de Coulomb μ . Des simulations faisant varier ce paramètre de 0 (pas de frottement) à 1 ont été effectuées. Le pré-facteur de charge C a été déterminée en lissant la courbe de charge par une parabole ($P = Ch^2$) qui est la courbe attendue par analyse dimensionnelle [Cheng & Cheng 2004]. La Figure II-62 indique une influence de ce frottement de quelques pourcents. On choisit pour la suite $\mu = 0,3$ au-delà duquel les résultats sont très similaires. L'idée est

de dire qu'il y a sûrement du frottement et qu'il joue un rôle mais que sa valeur n'est pas connue. Cette valeur est donc arbitraire mais commode, cohérente et sans doute pas très éloignée de la réalité.

3.3.2.2. Essai Brésilien

La géométrie du cylindre de révolution est représentée par 1/8 de la pièce. Un modèle bidimensionnel est d'abord créé via Abapy. Il consiste à mailler plus finement la zone du quart de disque qui sera en contact et plus grossièrement son centre. Le modèle tridimensionnel consiste lui à extruder le maillage bidimensionnel suivant la direction de l'épaisseur de la pièce. Les conditions aux limites sont de symétrie suivant les deux ou trois directions considérées. Le chargement est en déplacement imposé vertical. La force est relevée en sommant les efforts verticaux sur la partie basse de la géométrie. Comme pour l'indentation, la déformabilité des plateaux de compression est à prendre en compte (du moins la hauteur entre le capteur de déplacement et la zone de contact). Ceux-ci sont donc maillés finement près de la zone de contact et grossièrement loin de celle-ci.

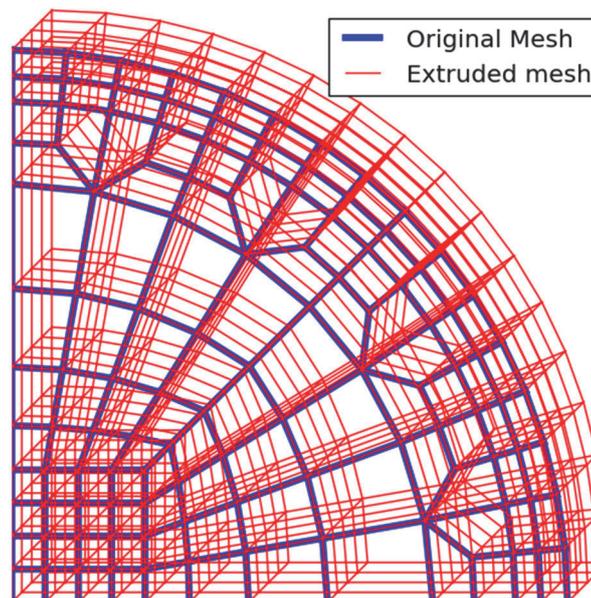


Figure II-63. Maillage retenu pour le disque brésilien en 2D (bleu) et en 3D (rouge)

L'influence du frottement est bien moins marquée que pour l'essai d'indentation. Pour être cohérent, nous prenons donc un coefficient de frottement $\mu = 0,3$.

▪ **Choix du modèle numérique : 2D vs 3D**

Pendant les identifications, avec un modèle bidimensionnel en déformations planes puis en contraintes planes, cela ne convergerait pas vers les résultats expérimentaux. L'épaisseur de l'échantillon étant ni faible ni grande il a fallu créer un modèle 3D par extrusion. Sur la **Figure II-64**, on observe que la prise en compte de l'aspect tridimensionnel permet d'être plus raide que la simulation en contraintes planes (épaisseur faible) dans la première partie du chargement, et plus souple que la simulation en déformations planes (épaisseur élevée) dans la seconde partie.

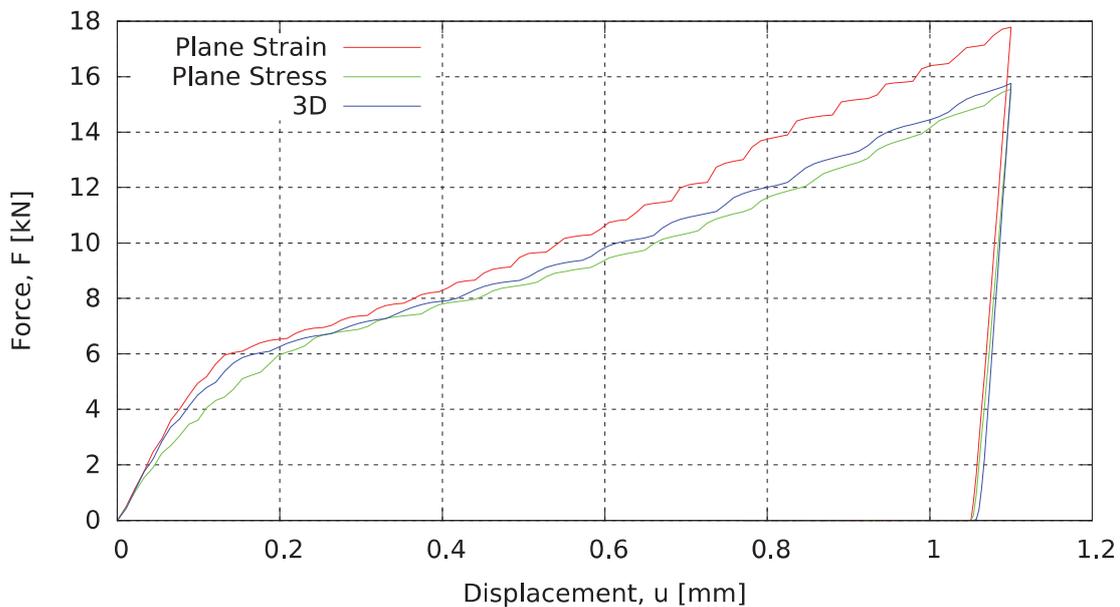


Figure II-64. Comparaison de la réponse de l'essai brésilien en conditions 2D (déformations planes ou contraintes planes) et 3D

3.3.3. Identification

Elle consiste à minimiser une fonctionnelle L par des algorithmes de type Levenberg-Marquardt et gradient conjugué. Celle-ci dépend de la valeur du jeu de coefficients A et est la somme d'une fonctionnelle L_n par essai de la base de données expérimentale. Chaque L_n est la somme (pour l'ensemble des temps t_i) des écarts au carré entre la variable observable simulée Z_s (ici la force) et la variable mesurée Z^* . L'essai se déroule entre les temps t_0 et t_1 . Le logiciel employé, SiDoLo, a été développé par P. Pilvin (UBS, LIMATB).

$$L(A) = \sum_{n=1}^N L_n(A) \tag{II-14}$$

$$\text{avec } L_n(A) = \frac{1}{t_1 - t_0} \sum_{i=1}^{M_n} T(Z_s(A, t_i) - Z^*(t_i)) D_n(Z_s(A, t_i) - Z^*(t_i)),$$

Et D_n une matrice diagonale contenant la pondération pour chaque temps t_i (ici pris uniforme).

3.3.3.1. Identification numérique

Elle consiste à créer des courbes « expérimentales » par simulation directe avec un jeu de paramètres, ici (Y_c, φ) , puis à partir d'un jeu de paramètres initial à tenter de retrouver ce jeu cible. Ceci de façon à tester la robustesse de la procédure d'identification prenant en compte le modèle numérique.

La [Figure II-65](#) représente cette identification numérique. Le jeu cible (croix) est $(1200 \text{ MPa}, 10^\circ)$. Les jeux initiaux (triangles) sont au nombre de 5 pour analyser la présence de minima locaux. Les jeux convergés (ronds) sont représentés avec une couleur qui trahit la valeur du résidu (en échelle logarithmique). Un seul paramètre est variable (ici Y_c), les autres sont fixés (E, ν, φ) . Force est de constater que l'identification fait bien son travail : elle retrouve exactement le jeu cible.

La [Figure II-66](#) représente elle les résultats d'une identification (ici pour l'essai d'indentation) avec deux paramètres variables et 25 jeux initiaux. On constate que la majorité des jeux convergés sont proches ou extrêmement proches du jeu cible. Cependant, un nombre important en est assez ou très éloigné. La [Figure II-67](#) permet de visualiser l'influence de la valeur du résidu représenté sur la [Figure II-66](#). En effet, sont tracées les courbes force-déplacement pour tous les jeux convergés. Seules deux courbes s'écartent notablement : elles correspondent à des angles de frottement supérieurs à 35° . Toutes les autres sont, pour un expérimentateur, pertinentes. Ainsi, il est possible suivant le jeu de départ de tomber sur un minimum local de la fonctionnelle à minimiser sans que l'on puisse rejeter le résultat (à quelques exceptions près comme on l'a vu) et sans bien sûr connaître le résultat (!). On appellera par la suite ce lieu de jeux convergés non discriminables par la courbe force-déplacement, une « banane ».

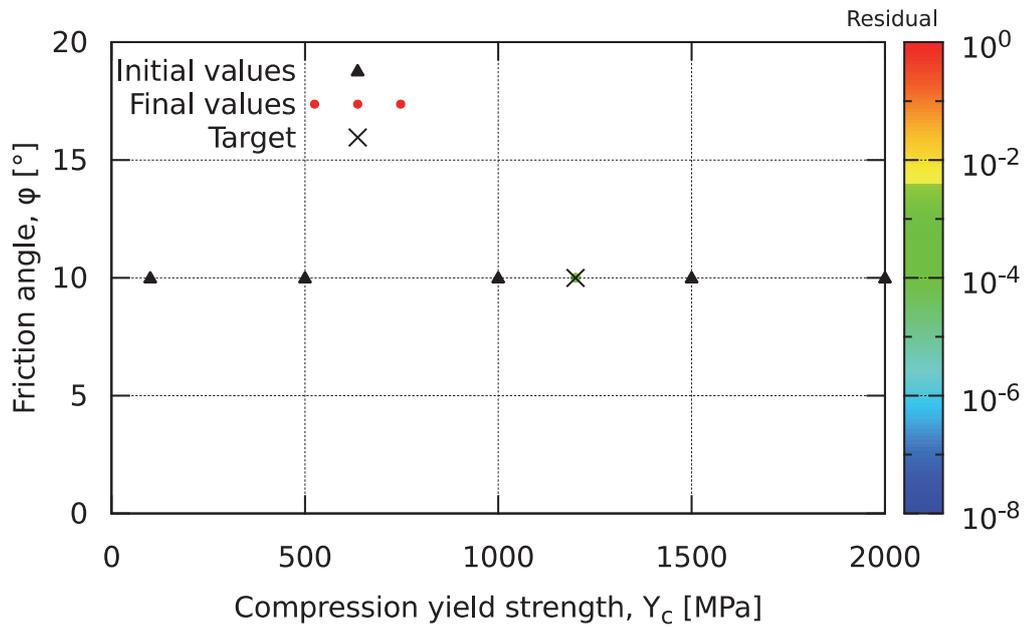


Figure II-65. Résultats d'une identification numérique avec un seul paramètre variable (ici Y_c) pour un essai brésilien

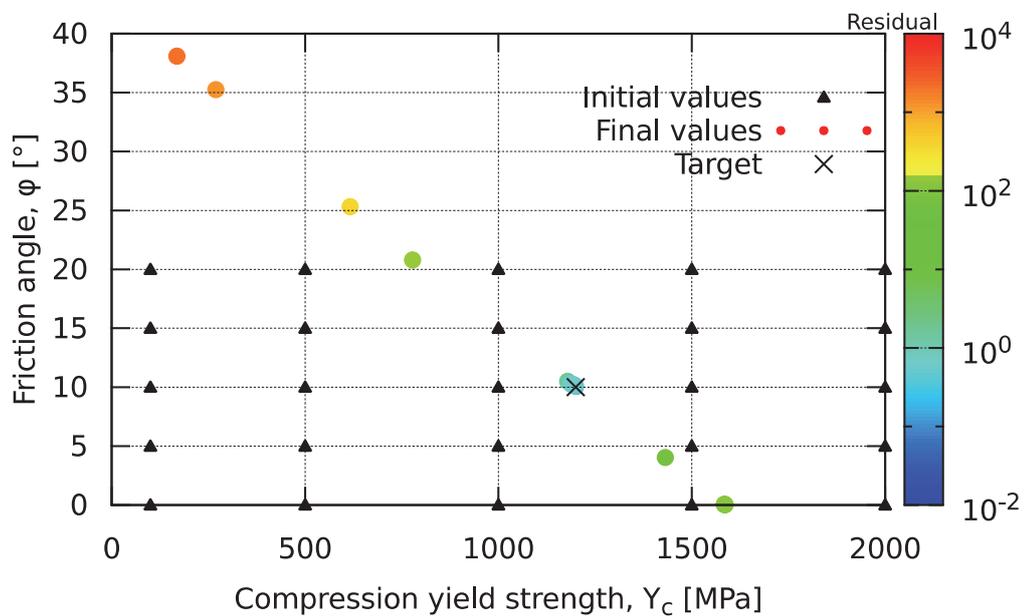


Figure II-66. Résultats d'une identification numérique avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour un essai d'indentation

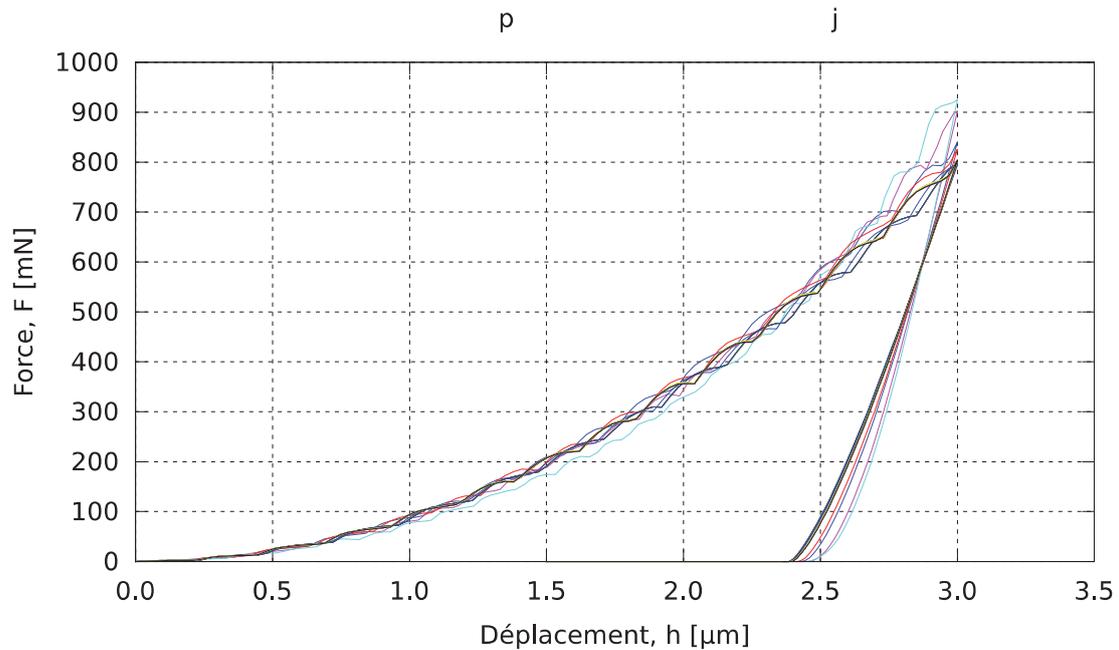


Figure II-67. Courbes force-déplacement correspondant aux résultats convergés de l'indentification numérique à deux paramètres variables

La **Figure II-68** permet d'établir le même constat pour l'essai brésilien (la **Figure II-69** indique que tous les résultats se valent). Néanmoins, pour ce dernier, on constate que l'essai est très sensible à Y_c et peu à φ . De plus, la « banane » présente une position très différente de celle de l'essai d'indentation. On est donc tenté comme représenté sur la **Figure II-70** de les comparer et de se poser la question d'une identification simultanée avec ces deux essais.

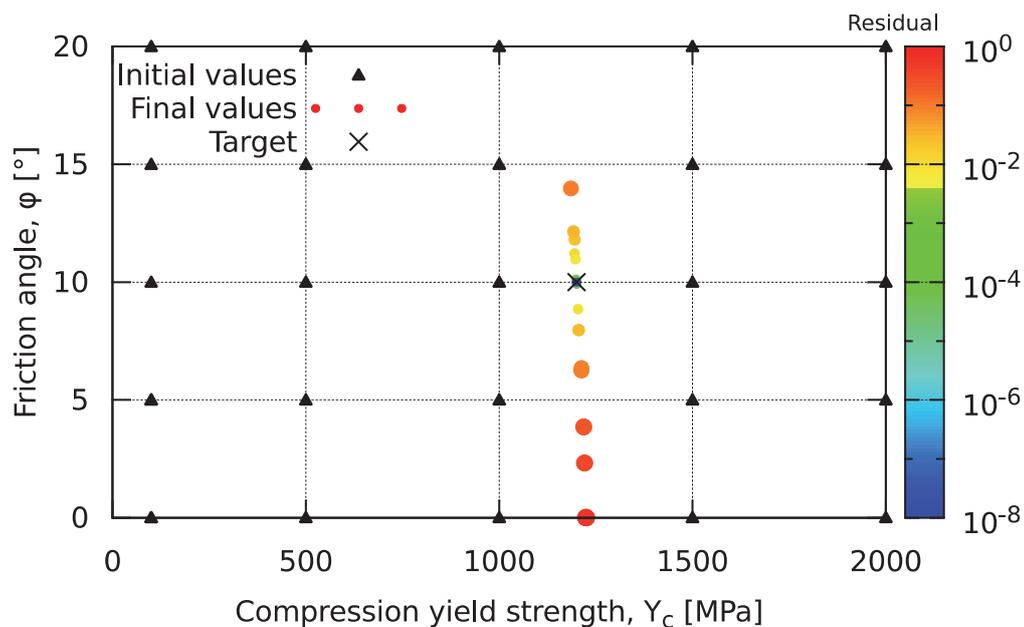


Figure II-68. Résultats d'une identification numérique avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour un essai brésilien

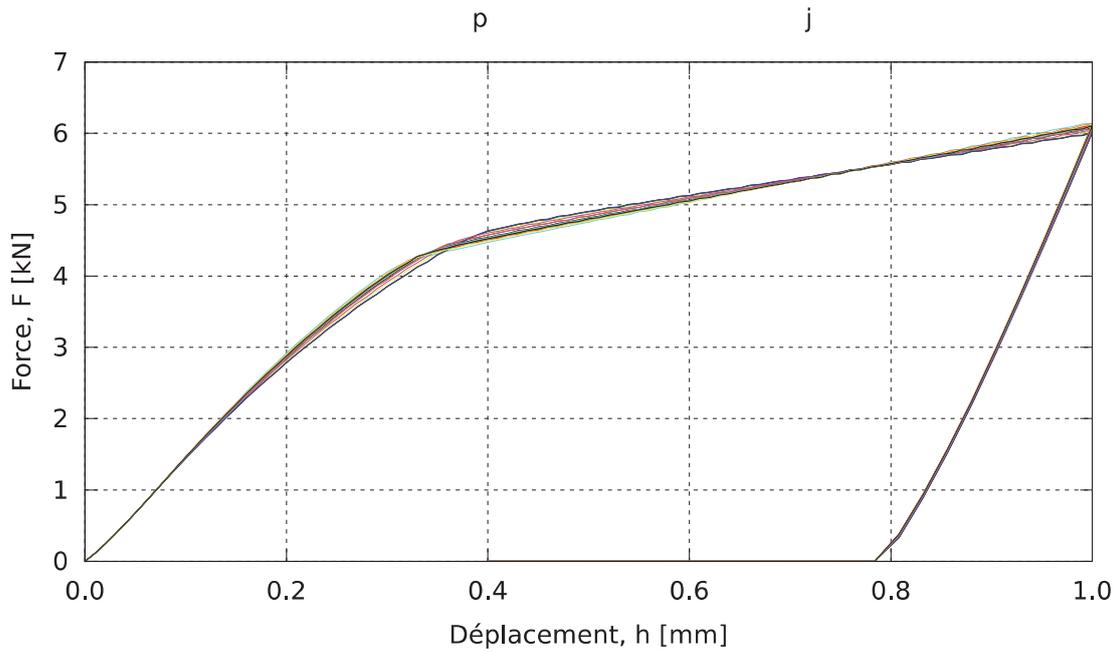


Figure II-69. Courbes force-déplacement correspondant aux résultats convergés de l'identification numérique à deux paramètres variables pour l'essai brésilien

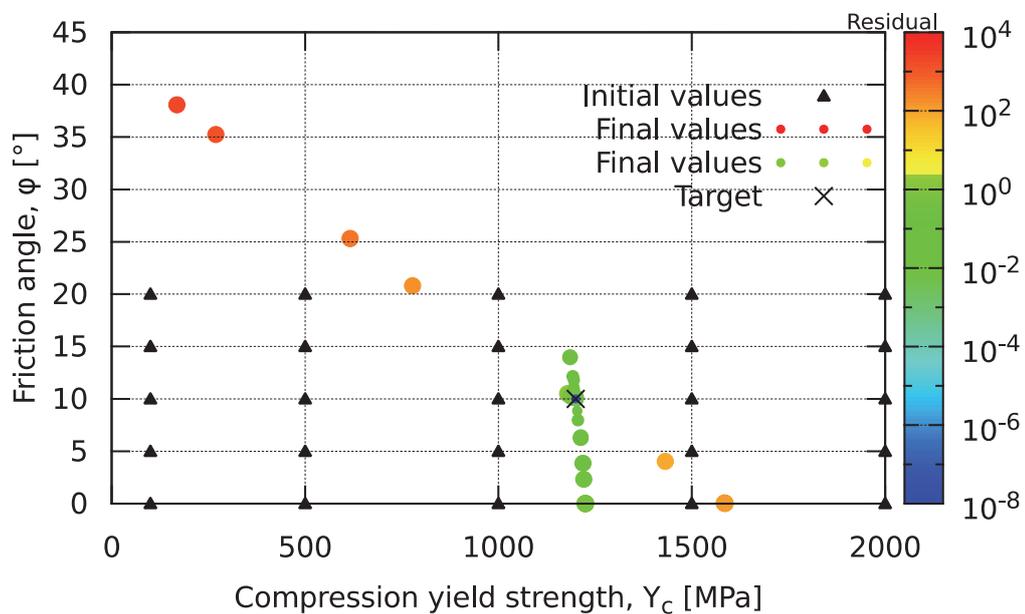


Figure II-70. Superposition des résultats des identifications numériques avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour les essais d'indentation et brésilien

Pour ce faire et pour ne pas donner plus de poids (ou d'importance à un essai plutôt qu'à un autre), on adimensionnalise les résultats des deux simulations (P/P_{max} vs h/h_{max}). Les résultats sont fournis par la **Figure II-71**. A l'exception des jeux initiaux avec un coefficient de frottement nul (modèle de von Mises) qui restent sur un minimum avec le même coefficient de frottement φ , tous les autres jeux convergent vers le jeu cible. C'est pourquoi nous allons effectuer une identification expérimentale à l'aide de ces deux essais.

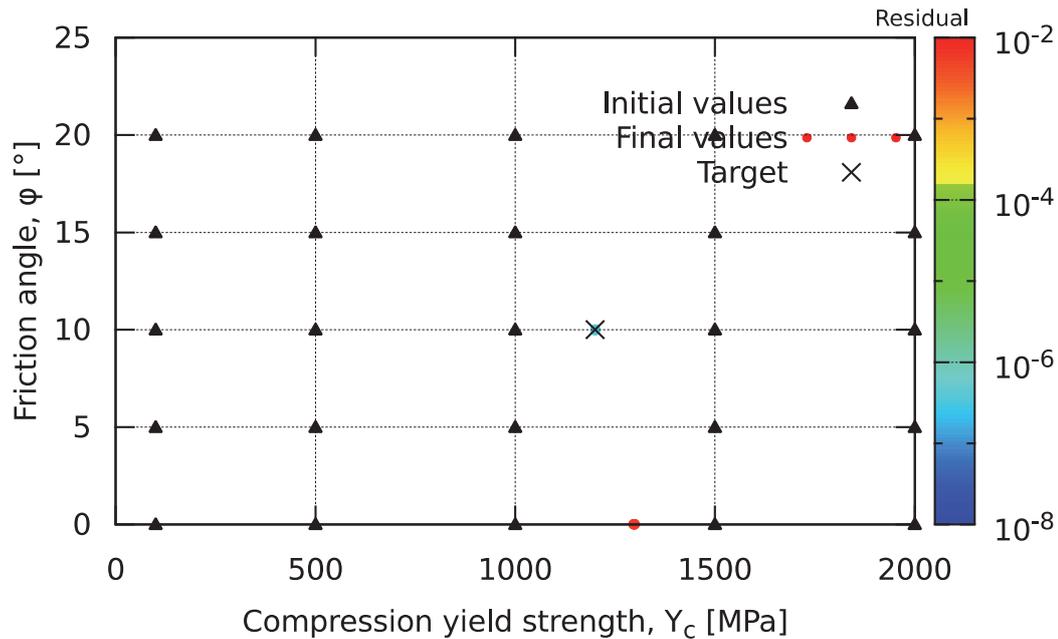


Figure II-71. Résultats des identifications numériques avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour simultanément les essais d'indentation et brésilien

3.3.3.2. Identification expérimentale

- **Conditions expérimentales**

Les conditions d'essais concernant l'essai d'indentation instrumentée ont été décrites au début de ce chapitre. Les résultats liés aux essais brésiliens exploités dans cette partie sont ceux issus de l'essai réalisé ex-situ.

- **Résultats de l'identification**

La **Figure II-72** présente les résultats pour l'essai d'indentation. Cette figure particulière trace le trajet de chargement pour chaque identification. Force est de constater que très rapidement, les jeux actifs se concentrent sur une banane ou bien une vallée de

minima très profonde et à fond assez plat. On retrouve expérimentalement ce que l'on avait observé avec l'identification numérique. La [Figure II-73](#) présente une autre visualisation de cette vallée. La même représentation est utilisée pour l'essai brésilien ([Figure II-74](#)) et pour les deux essais ([Figure II-75](#)).

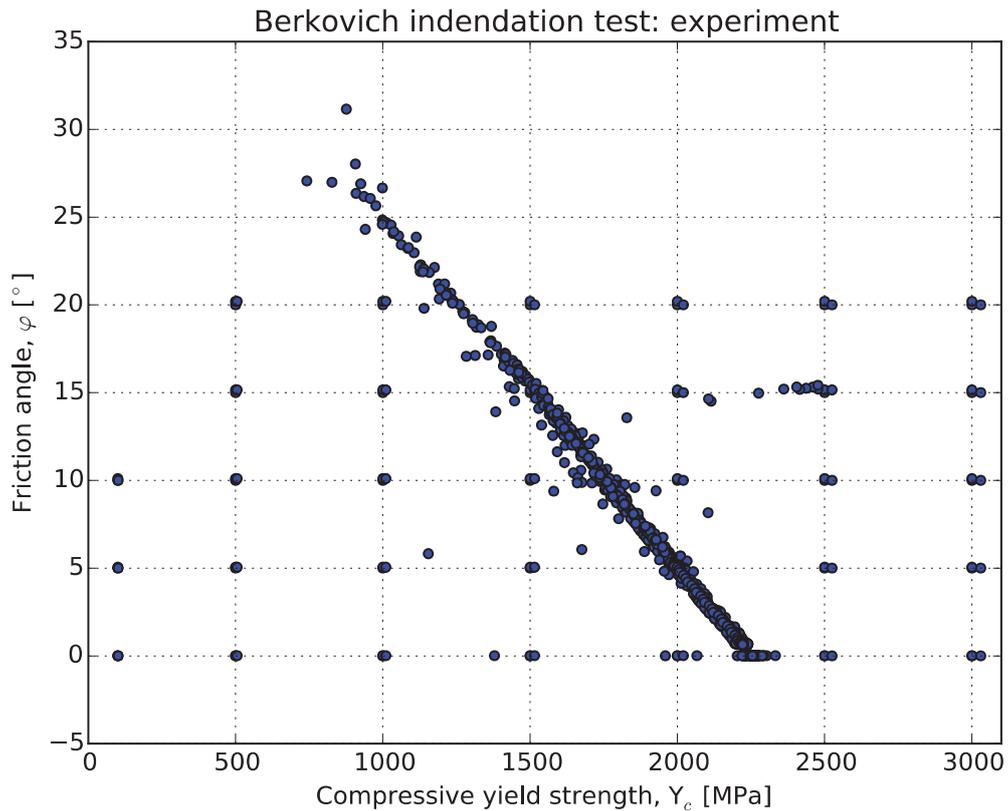


Figure II-72. Résultats d'une identification expérimentale avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour l'essai d'indentation. Dans ce cas, tous les points correspondent à des calculs.

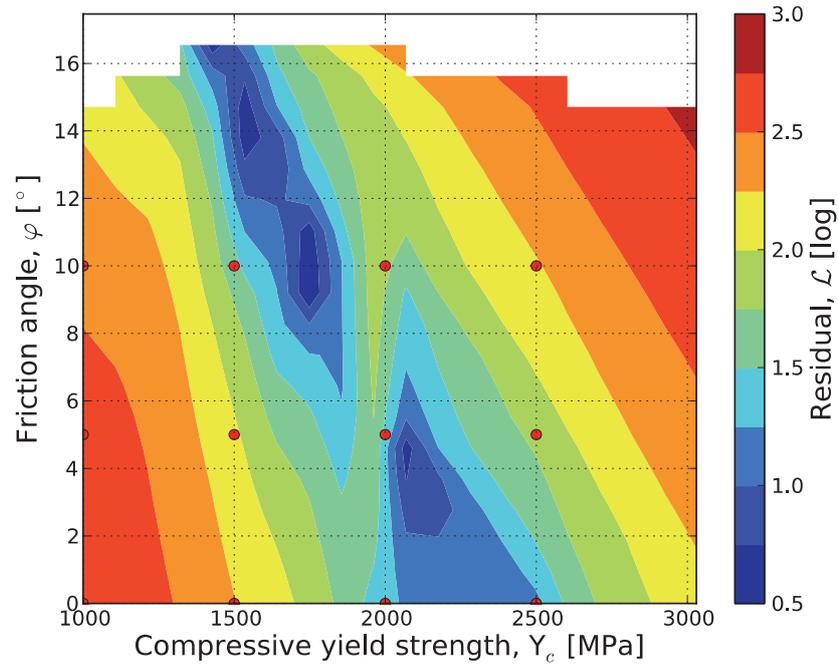


Figure II-73. Résultats d'une identification expérimentale avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour l'essai d'indentation. Les iso-valeurs correspondent au résidu (valeur de la fonctionnelle L).

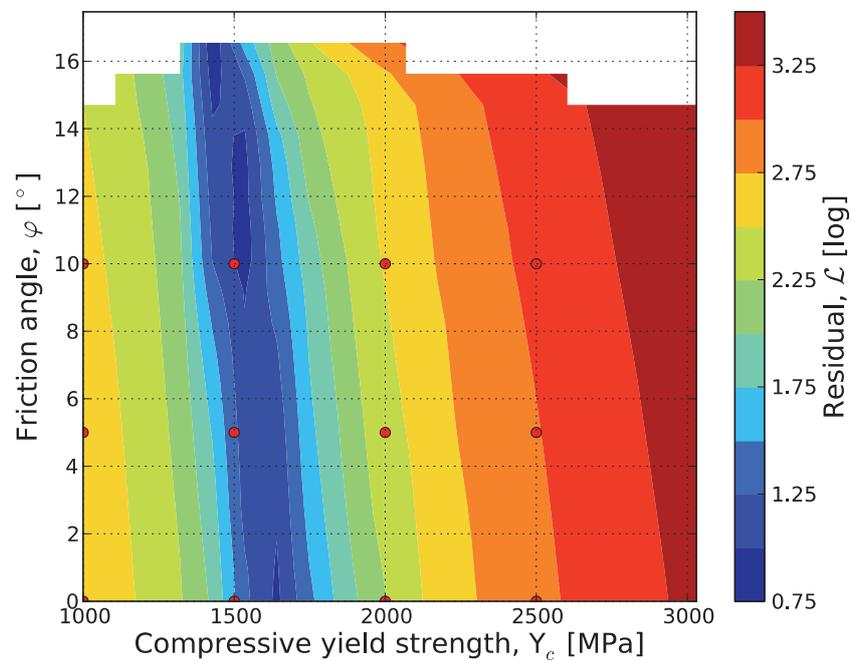


Figure II-74. Résultats d'une identification expérimentale avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour l'essai brésilien. Les iso-valeurs correspondent au résidu (valeur de la fonctionnelle L).

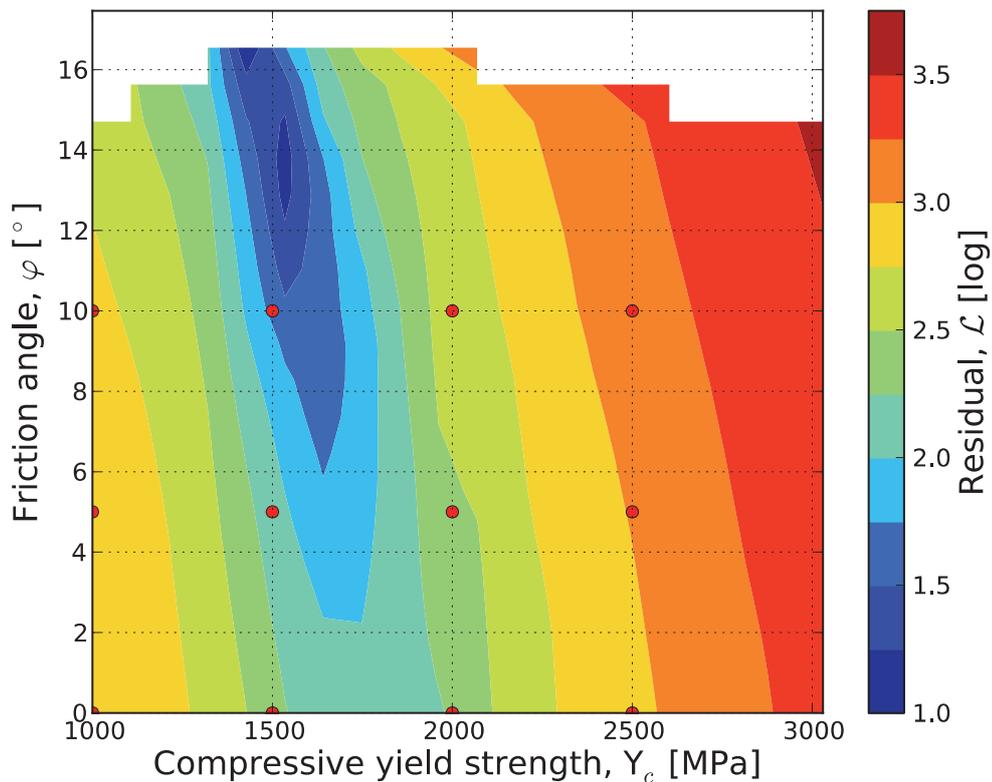


Figure II-75. Résultats d'une identification expérimentale avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour les essais d'indentation et brésilien. Les iso-valeurs correspondent au résidu (valeur de la fonctionnelle L)

La **Figure II-76** qui ne visualise que les jeux convergés permet de repérer trois « paquets ». Un premier (paquet 1) correspondant à un comportement de von Mises et deux à comportement de Drucker-Prager (paquets 2 et 3). Ce sont : Paquet 1 (1780 MPa, 0°, 108.), Paquet 2 (1650 MPa, 7,7°, 39) et Paquet 3 (1450 MPa, 16°, 9.76).

La **Figure II-77** permet de se rendre compte que ces trois paquets offrent une description fidèle de l'essai brésilien. En d'autres termes, comme observé avec l'identification numérique, l'essai brésilien est peu sensible au coefficient de frottement. Par contre, l'essai d'indentation est plus discriminant et permet de sélectionner le paquet 3 comme résultat de l'identification. Il est retracé sur la **Figure II-78**.

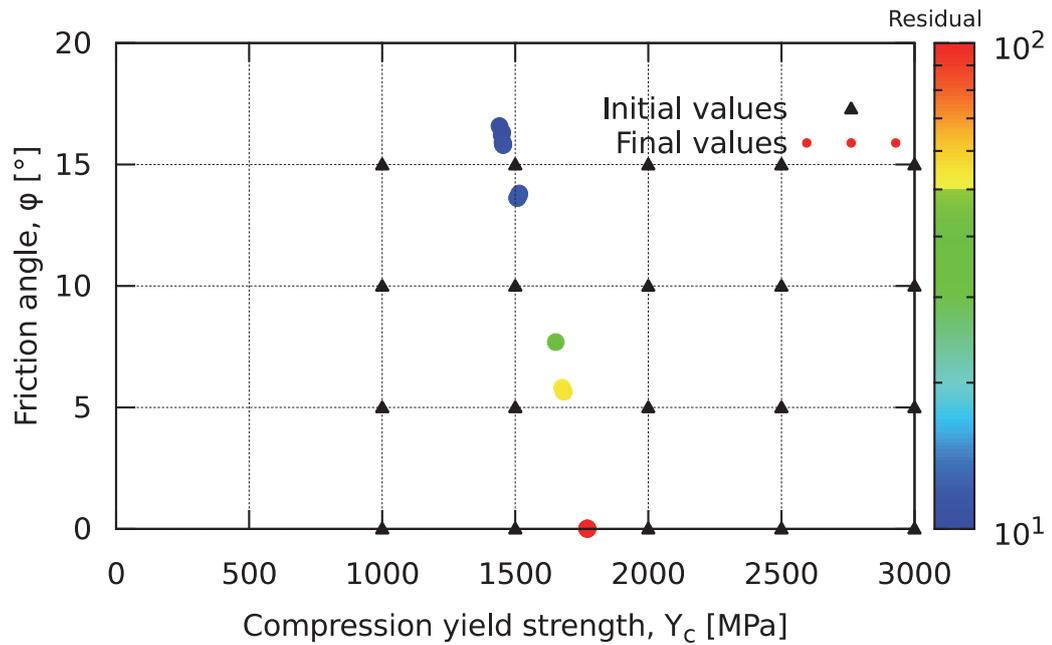


Figure II-76. Résultats d'une identification expérimentale avec deux paramètres variables (ici Y_c et φ) pour l'essai d'indentation. Les iso-valeurs correspondent au résidu (valeur de la fonctionnelle L). On distingue trois « paquets » de jeux convergés

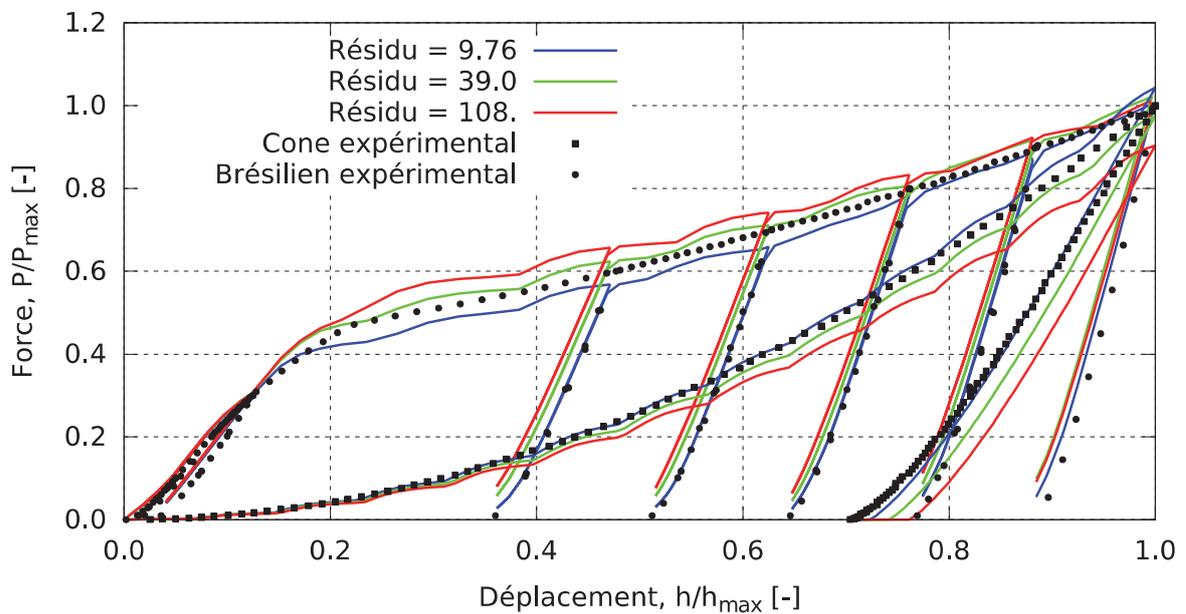


Figure II-77. Comparaison entre les courbes expérimentales des essais d'indentation et brésilien et les résultats de l'identification pour trois valeurs de résidus correspondant aux trois paquets visibles sur la [Figure II-76](#)

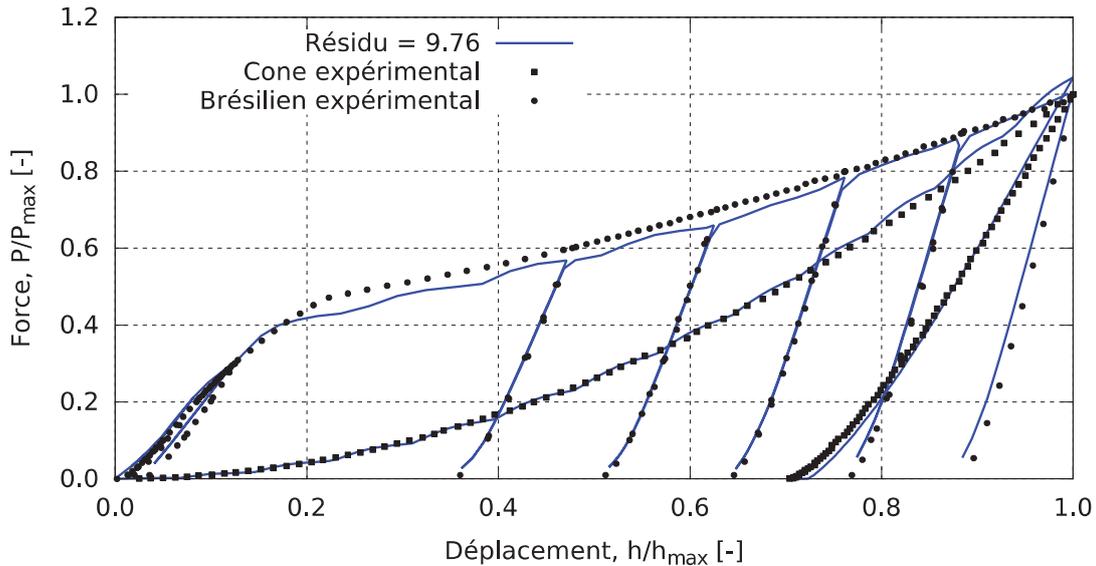


Figure II-78. Comparaison entre les courbes expérimentales des essais d'indentation et brésilien et les résultats de l'identification (paquet 3)

3.4. Discussion

L'identification a été menée à bien. La loi de comportement permet de représenter fidèlement les résultats expérimentaux de compression diamétrale et d'indentation instrumentée. La solution n'est pas unique comme pressenti, cependant le jeu de coefficients (1450 MPa, 15°) est un candidat respectable.

Cela nous permet de conclure que ce verre métallique n'est pas un matériau de von Mises et qu'il peut être un matériau de Drucker-Prager. Ce dernier résultat est à nuancer car de simples essais de compression [Keryvin, Eswar Prasad, et al. 2008] indiquent que $Y_c \sim 1,7$ GPa.

A titre de curiosité, nous avons procédé alors comme suit en fixant Y_c à 1,7 GPa :

- Une identification sur le seul essai brésilien
- Une validation sur l'essai d'indentation instrumentée

Le meilleur résultat trouvé est alors un matériau de von Mises ($\varphi = 0$) comme observé sur la Figure II-79. L'identification est bonne. Quant à la validation, elle montre un fait connu : qu'un matériau de von Mises ne peut décrire la réponse de l'essai d'indentation [Keryvin 2007].

On réalise alors l'opération inverse consistant en :

- Une identification sur le seuil essai d'indentation instrumentée
- Une validation sur l'essai brésilien

Le meilleur résultat trouvé est alors $\varphi = 11,2^\circ$. L'identification est très bonne. La validation n'est par contre pas excellente sur l'essai brésilien.

L'hétérogénéité par localisation de la déformation dans des bandes de cisaillement de très faible épaisseur conduit à obtenir un comportement de type adoucissant. C'est une piste à explorer pour proposer une loi de comportement élastoplastique macroscopique des verres métalliques.

En ce sens, l'essai brésilien semble plus sensible au caractère adoucissant généré par la multitude de bandes de cisaillement dans le volume de l'échantillon. Ceci est à mettre en perspective avec l'essai d'indentation où le comportement est très majoritairement élastique avec une zone plastique de très faible volume. Cet essai semble donc moins à même de discriminer une loi de comportement.

C'est en tout cas un apport important de cette partie utilisant des techniques d'identification de paramètres d'une loi de comportement élastoplastique.

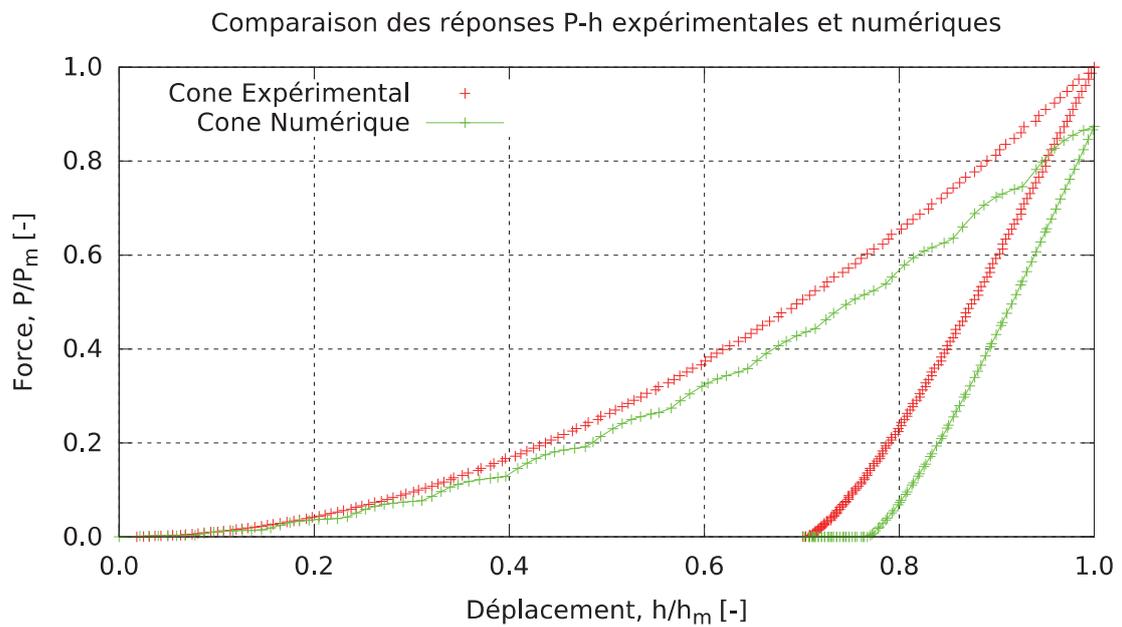
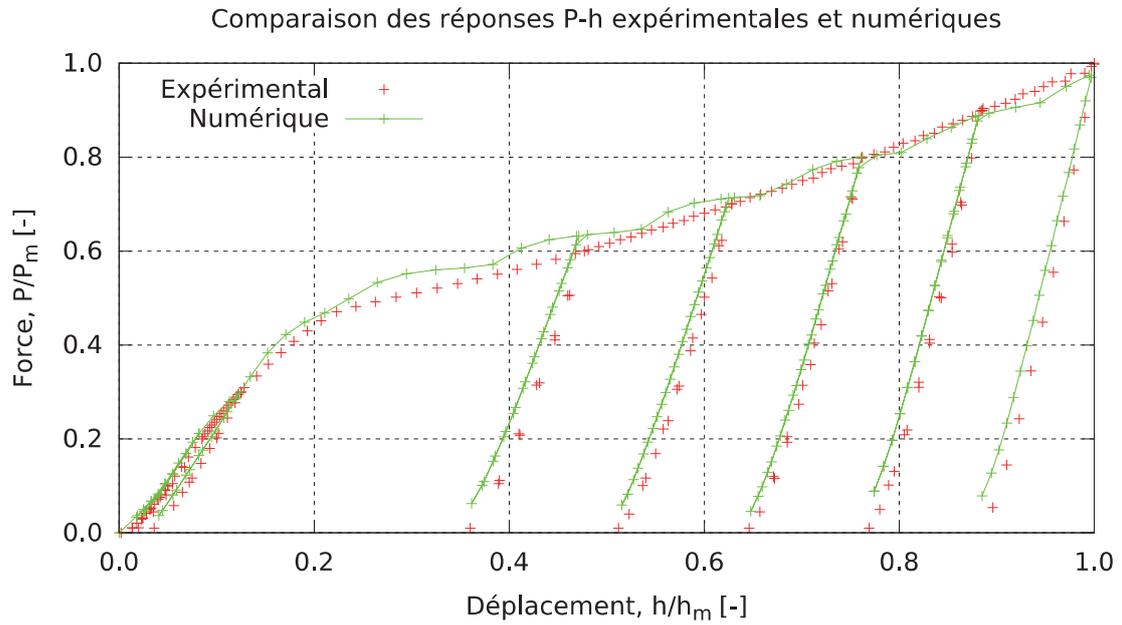


Figure II-79. Résultats de l'identification à un seul paramètre sur l'essai brésilien et validation sur l'essai d'indentation instrumentée

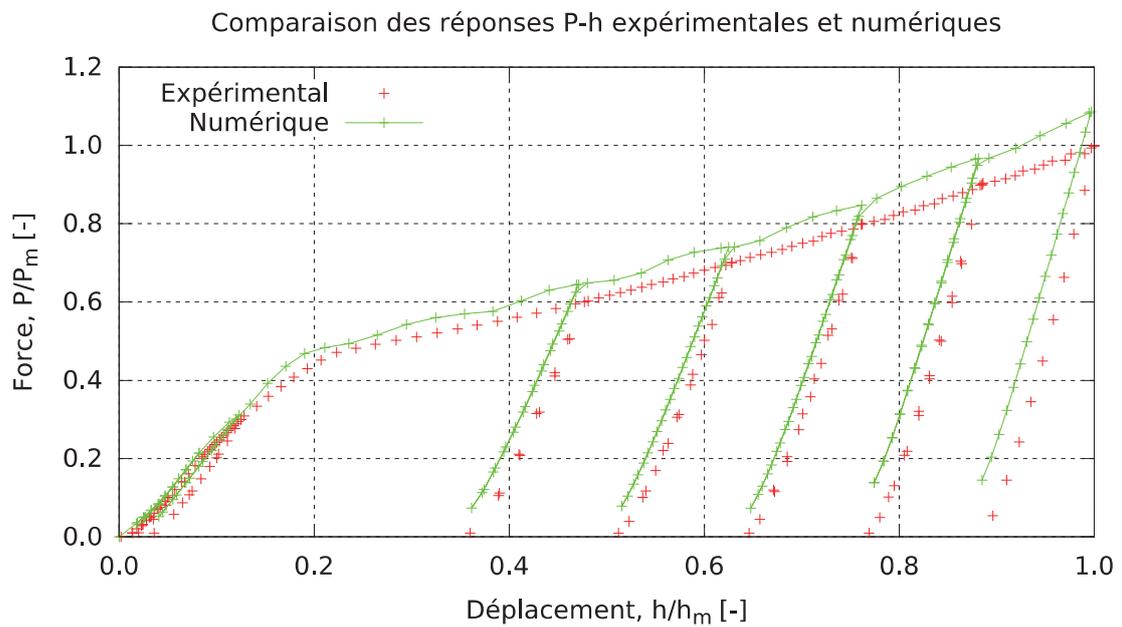
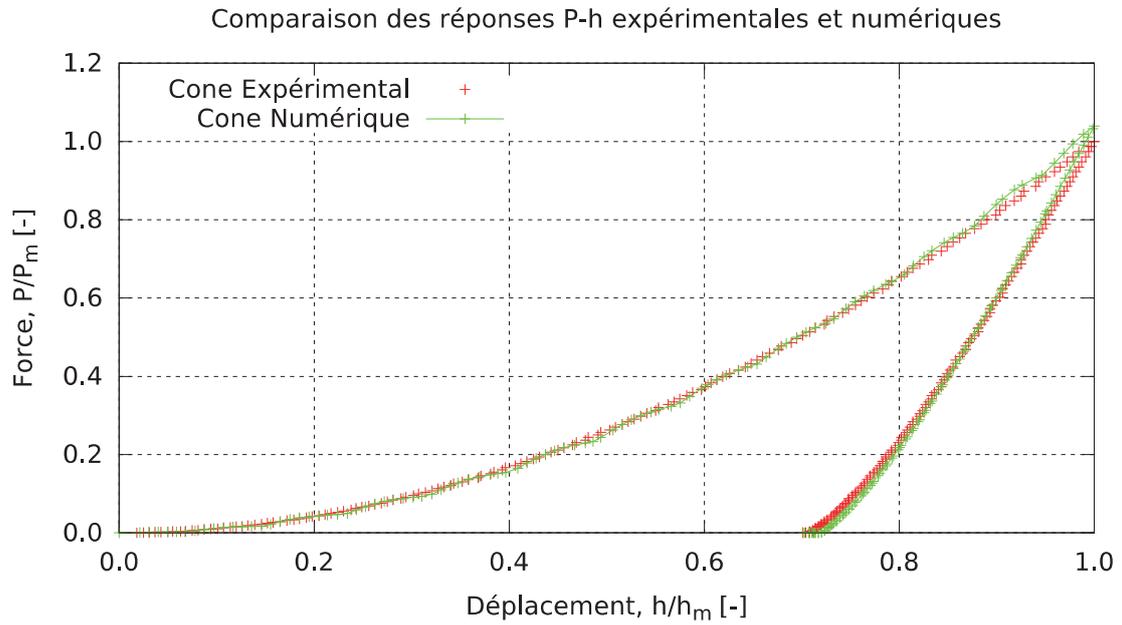


Figure II-80. Résultats de l'identification à un seul paramètre sur l'essai d'indentation instrumentée et validation sur l'essai brésilien

4. Conclusion

La plasticité de verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) fabriqués par Y. Yokoyama a été abordée dans ce chapitre en utilisant des essais de compression diamétrale (essais brésiliens).

Au cours des essais, nous avons observé la formation de bandes de cisaillement ainsi que leur propagation. Ces bandes de cisaillement visibles sur les faces de l'éprouvette s'amorcent au niveau des contacts dès le début du chargement en raison de fortes concentrations de contrainte. Celles-ci se multiplient avec l'augmentation de la charge et se propagent vers le centre dans les deux directions différentes et se croisent au final en formant une sorte de croix ou de χ . La propagation est identique pour toutes les éprouvettes. De plus, les traitements des données expérimentales montrent la reproductibilité de nos essais puisque les courbes charge linéique-déplacement des éprouvettes de même diamètre sont bien superposées. Les courbes présentent en effet la même allure générale et un caractère dentelé à partir d'une charge critique.

Une quantification des déformations plastiques via les essais brésiliens a été également menée. Par une technique de corrélation d'images, les champs de déplacements dans la zone au cœur de l'éprouvette ont été mesurés et les déformations planes déduites. Les cartes de déformations indiquent un niveau de plasticité locale est très élevé, les déformations pouvant même dépasser 10 dans ces verres métalliques à base de Zr.

Les données macroscopiques des essais brésiliens (courbes force-déplacement), combinées à celles d'essais d'indentation instrumentée ont permis de mener une identification des paramètres élastoplastiques d'une loi de comportement élastique-parfaitement plastique avec un critère de limite d'élasticité de type Drucker-Prager et une loi d'écoulement associée. Les résultats de cette identification indiquent clairement qu'un comportement de type von Mises (cas dégénéré de Drucker-Prager) n'est pas pertinent. Les paramètres optimaux (limite d'élasticité en compression, angle de frottement interne) déterminés ne semblent cependant pas conformes à d'autres résultats expérimentaux (compression simple). La recherche d'une loi de comportement adéquate est donc une perspective de ce travail.

Chapitre III

FISSURATION ET RUPTURE

1. Introduction

La ténacité est la résistance à la propagation de fissure. Un nombre relativement limité de recherches a été mené sur ce thème pour les verres métalliques. Certains verres métalliques possèdent une ténacité qui s'approche de celles des métaux les plus tenaces, malgré leur ductilité macroscopique proche de zéro [Kim et al. 2009]. Pourtant, dans la littérature, la ténacité des verres métalliques massifs peut prendre des valeurs comprises entre $2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les bases fer [Lewandowski et al. 2005] et $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les bases zirconium [Xu et al. 2010]. Autrement dit, elle varie entre celle des céramiques fragiles et celle des métaux tenaces. Le grand écart des valeurs de ténacité mesurées découle non seulement de leurs compositions chimiques, mais aussi des protocoles expérimentaux. En effet, une éprouvette munie d'une simple entaille entrainera une surestimation de la ténacité par rapport à une éprouvette pré-fissurée puisqu'au moment de la rupture, la zone plastique en fond d'entaille sera plus étendue. Une détermination rigoureuse de la ténacité nécessite donc la présence d'une fissure, et la pré-fissuration par fatigue est le moyen classique pour l'obtenir. Toutefois, dans le cadre de verres métalliques à base Zr, l'amorçage et surtout la propagation convenable des fissures par cette technique ne sont pas aisées. Des travaux dans ce sens ont été menés depuis 2003 [Keryvin et al. 2006][Keryvin & Bernard 2007][Keryvin et al. 2007]. La ténacité et le comportement à la pré-fissuration par fatigue sont radicalement changés par la présence de défauts provenant de leur élaboration.

Cette partie a pour objet l'étude des fissures, de leur initiation jusqu'à la rupture, dans des verres à base de zirconium de niveaux de pureté différents. Nous allons nous concentrer tout particulièrement sur une étape indispensable dans la préparation d'éprouvettes destinées à la mesure de la ténacité : la pré-fissuration par fatigue. L'idée est de mettre en place un protocole visant à créer une fissure qui soit conforme aux exigences géométriques des éprouvettes de ténacité, *i.e.* une fissure qui s'amorce et se propage dans le plan d'entaille. Nous procéderons ensuite à des mesures de ténacité sur nos différents verres à base Zr puis à l'observation des faciès de rupture par imagerie MEB. L'analyse et les confrontations de ces différents résultats nous

permettront d'évaluer et de discuter l'influence des procédés de fabrication, mais aussi de la présence et de la nature des défauts cristallins, sur la fissuration, la ténacité et les modes de rupture de ces alliages amorphes. Pour finir nous calculerons, via des outils numériques basés sur la méthode des éléments finis, la ténacité des éprouvettes pourvues de fissures dont la géométrie s'éloigne trop des standards de la norme pour être déterminé par les formules analytiques habituelles.

2. Méthodes expérimentales

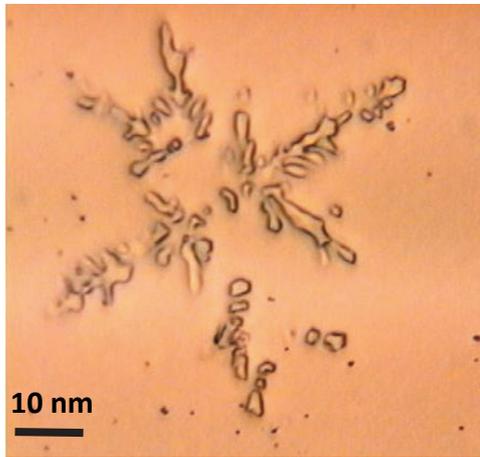
2.1. Microstructure du matériau et méthodes de fabrication

Dans le cadre de cette étude, des verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %), ont été fabriqués par des techniques décrites dans [Yokoyama et al. 2002] [Yokoyama et al. 2004] et [Yokoyama 2015]. Ces verres ne sont toutefois pas identiques car plusieurs méthodes d'élaboration ont été employées. D'autre part, la pureté des métaux servant à fabriquer l'alliage maître varie d'un lot à l'autre. De plus, le zirconium, élément principal utilisé dans la préparation des alliages maîtres, n'a pas toujours la même teneur en oxygène. Pour ces deux raisons (méthode de fabrication et pureté des métaux de base de l'alliage maître), les verres métalliques massifs obtenus ne possèdent pas la même microstructure. En effet, on observe plus ou moins de défauts dans la matrice amorphe des verres synthétisés. Ces défauts se présentent sous différentes formes, à savoir celle de dendrites micrométriques (Figure III-1-a) ou celle de sphérulites (agrégats sphériques de cristaux en aiguilles orientés radialement) (Figure III-1-b).

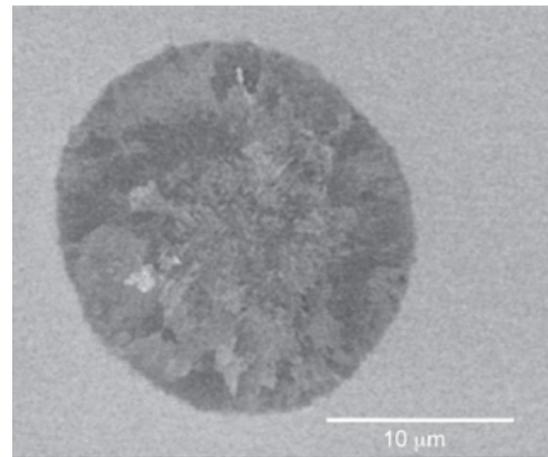
Cela nous conduit à grouper les éprouvettes en 3 lots selon le type de défaut présent.

- Le premier lot, appelé A, qui contient 1000 ppm d'oxygène, est fabriqué en coulage par inclinaison (tilt casting method), en utilisant un zirconium pur. Il présente des défauts cristallins sous forme de dendrites micrométriques ayant capté tout l'oxygène de la matrice lors de leur formation (contamination par l'oxygène lors de la synthèse) [Vaillant et al. 2003] (Figure III-1-a).
- Le deuxième, nommé lot B, qui contient environ 300 ppm d'oxygène, est obtenu par un système de fabrication automatisé (automatic arc-tilt casting machine), et utilise un zirconium pur affiné à l'iode (iodine-refining-processed Zr). Il présente des défauts cristallins sous forme de sphérulites [Yokoyama 2015] (Figure III-1-b).

- Le troisième lot, nommé C, qui contient environ 300 ppm d'oxygène, est aussi fabriqué par la technique de coulage en inclinaison (tilt casting method) avec un zirconium dont la teneur en oxygène est inférieure à 40 ppm. Il ne présente pas de défaut cristallin [Yokoyama et al. 2002].



(a) Défaut dendrite



(b) Défaut sphérulite

Figure III-1. Observation au MEB des défauts présents dans les verres $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) : (a) Défaut dendrite [Keryvin et al. 2006], (b) Défaut sphérulite [Yokoyama 2015]

Tableau III-1. Propriétés élastiques du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) à température ambiante (293 K)

| Masse volumique ρ ($g \cdot cm^{-3}$) | Module d'Young E (GPa) | Module de cisaillement μ (GPa) | Module de compressibilité B (GPa) | Coefficient de Poisson ν (—) | Références |
|--|--------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| $6,83 \pm 0,01$ | $84,4 \pm 0,8$ | $30,9 \pm 0,3$ | $103,5 \pm 1,16$ | $0,364 \pm 0,007$ | [Keryvin, Rouxel, et al. 2008] |
| $6,774 \pm 0,007$ | $87,8 \pm 0,9$ | $32,1 \pm 0,4$ | $110,4 \pm 1,00$ | $0,367 \pm 0,002$ | [Yokoyama 2015] |

Les propriétés élastiques des verres étudiés ont été déterminées par une technique d'échographie ultrasonore par [Keryvin, Rouxel, et al. 2008] et par [Yokoyama 2015]. Ces propriétés, mesurées à température ambiante, sont réunies dans le **Tableau III-1**.

2.2. Mise en forme des éprouvettes

Les bruts des différents lots sont usinés par électro-érosion et scie diamantée pour obtenir des éprouvettes de flexion entaillées de type SENB, *i.e.* Single Edge Notch Beam (Figure III-3). Sur chaque éprouvette, une entaille est usinée par électroérosion à fil tout d'abord, puis prolongée par abrasion. Cette deuxième étape consiste à faire glisser au fond de l'entaille le fil d'une lame de rasoir enduite de pâte diamantée afin d'en diminuer le rayon (Figure III-3-c). Le fond d'entaille est droit pour les lots A et C et sous forme de chevron pour le lot B. Les deux grandes faces de chaque éprouvette sont polies jusqu'à un état miroir de manière à bien observer l'amorçage et la propagation des fissures lors des futurs essais. On utilise pour cela une polisseuse manuelle STRUERS DAP-7 avec des papiers de polissage en carbure de silicium (SiC) dans l'ordre de granulométrie suivant : P#220, P#1200, P#2500 puis P#5000. La préparation des faces se termine par un polissage avec une suspension diamantée de $1 \mu\text{m}$ au moyen d'une polisseuse automatique STRUERS TEGRAFORCE-5 munie d'un disque de polissage à feutre. Le contrôle de l'état de la surface après chaque étape de polissage se fait à l'œil nu et au microscope optique. Les caractéristiques des éprouvettes de chaque lot sont réunies dans le Tableau III-2.

Tableau III-2. Dimensions des éprouvettes de flexion

| Lot | Teneur en oxygène (ppm) | Défauts | Dimensions | | |
|------|-------------------------|-------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | | | a_0 (mm) | B (mm) | W (mm) |
| A | 1000 ppm | Dendrites | $1,60 \pm 0,02$ | $3,80 \pm 0,02$ | $5,40 \pm 0,02$ |
| B | 300 ppm | Sphérulites | $1,90 \pm 0,02$ | $3,60 \pm 0,02$ | $5,20 \pm 0,02$ |
| C-I | 300 ppm | Sans défaut | $1,60 \pm 0,02$ | $3,80 \pm 0,02$ | $5,40 \pm 0,02$ |
| C-II | 300 ppm | Sans défaut | $2,00 \pm 0,02$ | $4,00 \pm 0,02$ | $5,50 \pm 0,02$ |

a_0 : Longueur initiale de l'entaille mesurée sur les faces de l'éprouvette par microscopie optique avant les essais de fatigue
 B : Epaisseur de l'éprouvette
 W : Hauteur de l'éprouvette
 Les notations introduites sont visibles sur la Figure III-2.

Il faut noter que selon la méthode de pré-fissuration utilisée, certains lots peuvent également présenter des sous-lots, par exemple C-I (respectivement C-II) correspond au lot C avec une pré-fissuration en mode I (respectivement mode II).

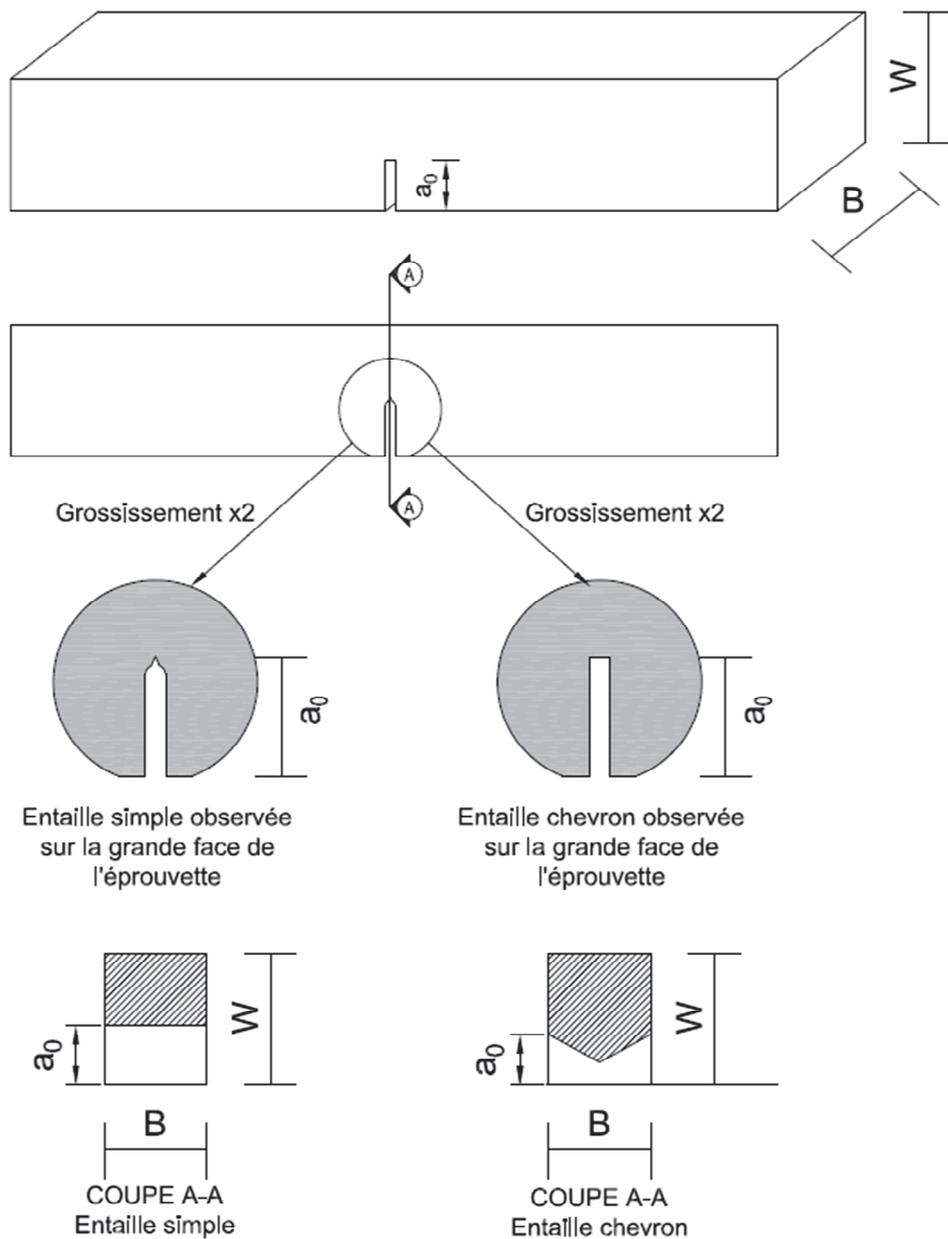
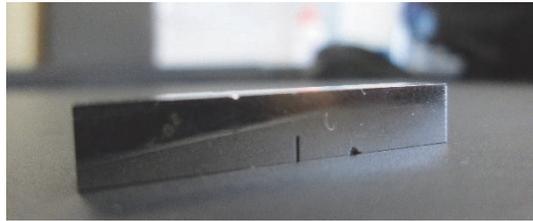
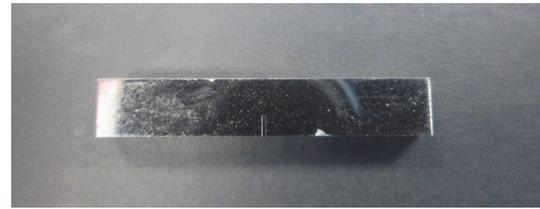


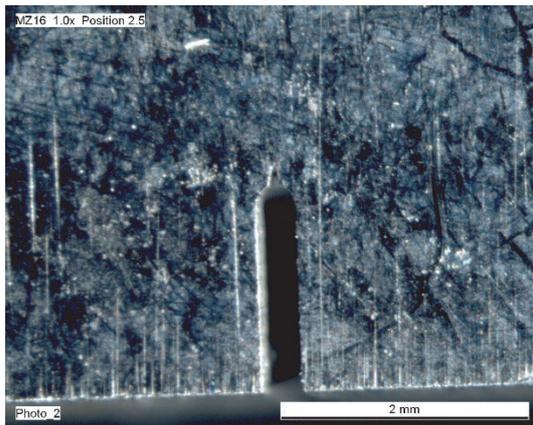
Figure III-2. Dessin technique des éprouvettes SENB



(a)



(b)



(c)



(d)

Figure III-3. Éprouvette de flexion SENB en verre $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) :
(a) éprouvette entière, (b) Une face de l'éprouvette, (c) entaille simple affinée par une lame de rasoir enduite de pâte diamantée, (d) entaille chevron observée de côté

2.3. Principe et protocole des essais

Les essais de flexion sur éprouvette SENB permettent, bien évidemment, de mesurer la ténacité. Mais ils peuvent aussi être utilisés dans un premier temps pour amorcer et propager des fissures. Les essais de flexion symétrique sur 3 ou 4 appuis permettent de solliciter l'entaille en mode I, alors que la flexion dissymétrique sur 4 appuis génère du mode II. Les deux méthodes employées dans notre étude sont la flexion 3 points symétrique (Figure III-4) et la flexion 4 points dissymétrique (Figure III-5). Nous les présenterons plus en détail par la suite.

Le protocole de nos essais se divise en 2 étapes principales :

- la pré-fissuration par fatigue en flexion 3 points symétrique ou 4 points dissymétrique ;
- la rupture par chargement monotone en flexion 3 points symétrique.

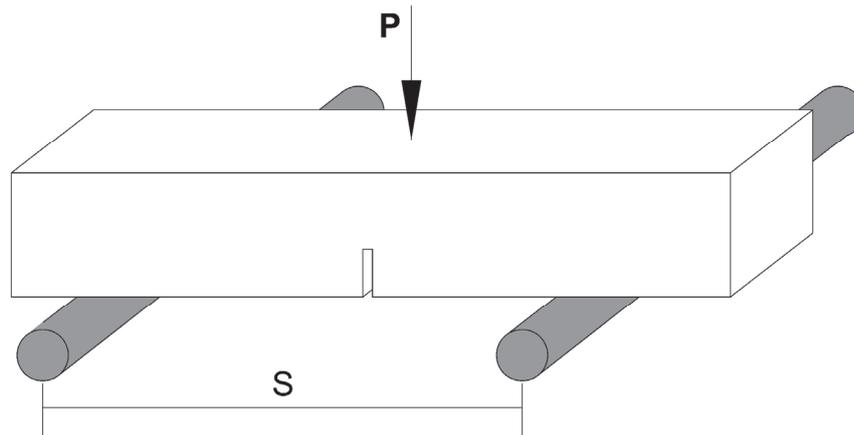


Figure III-4. Principe des essais de flexion 3 points

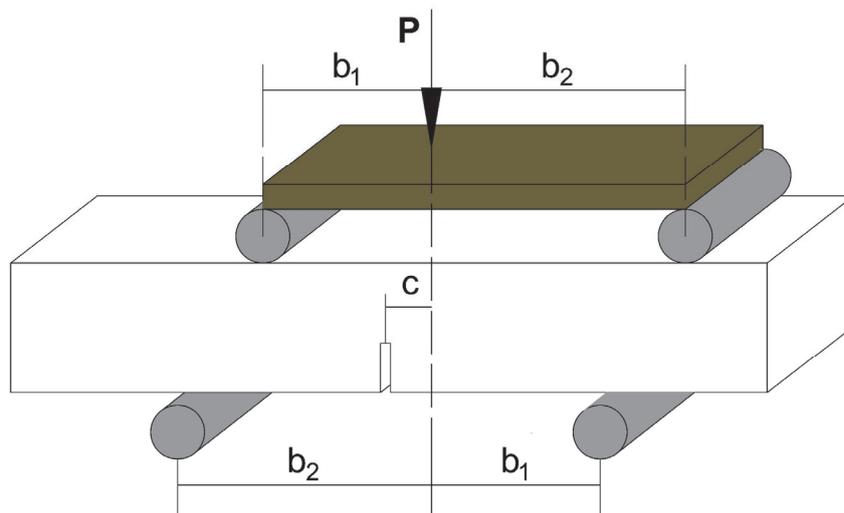


Figure III-5. Principe des essais de flexion 4 points dissymétriques

2.3.1. Pré-fissuration

La pré-fissuration consiste à initier et propager des fissures depuis le fond d'entaille de l'éprouvette étudiée en la soumettant à une sollicitation cyclique de flexion. Notre montage de flexion 3 points (Figure III-6-a) permet d'amorcer une fissure en mode d'ouverture (mode I), alors que celui de flexion 4 points dissymétrique (Figure III-6-b) permet d'amorcer des fissures en mode de glissement plan (mode II pur au droit de l'entaille si $c = 0$ sur la Figure III-5) [He & Hutchinson 2000].

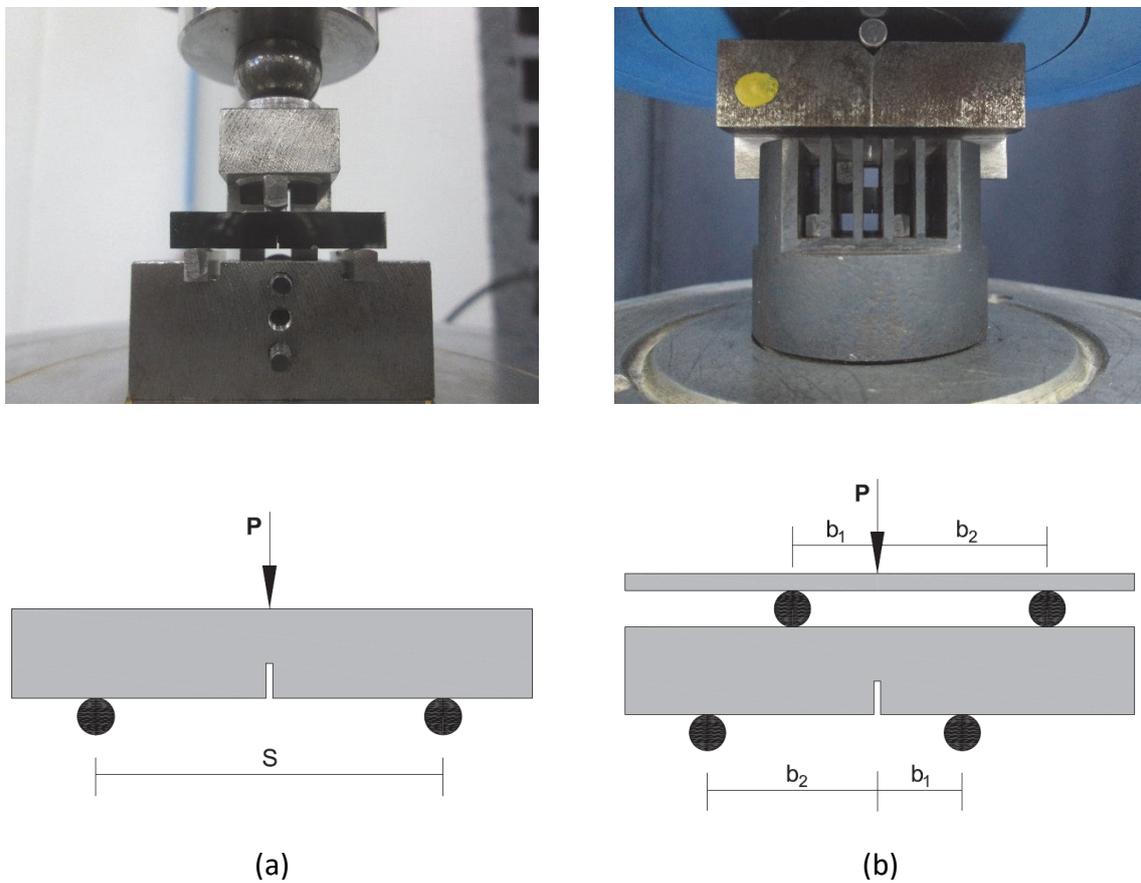


Figure III-6. Montage des essais : (a) Flexion 3 points symétrique pour $S = 20 \text{ mm}$, (b) Flexion 4 points dissymétrique pour $c = 0$, $b_1 = 5 \text{ mm}$ et $b_2 = 10 \text{ mm}$

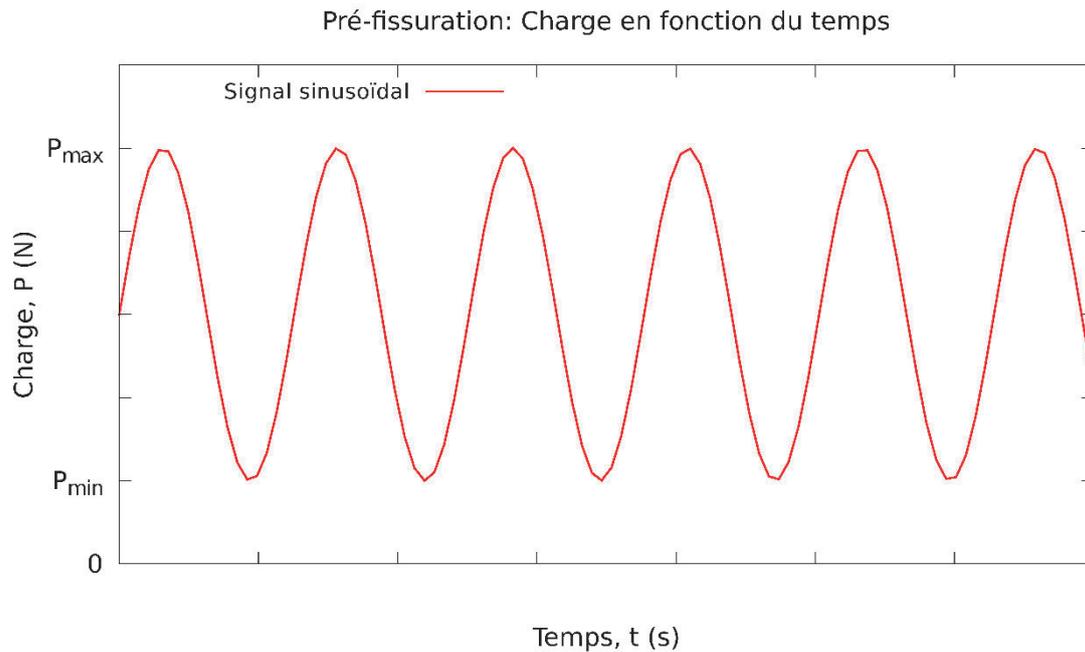


Figure III-7. Signal sinusoïdal des essais de fatigue

Le chargement imposé est une sinusoïde (Figure III-7) comprise entre des valeurs P_{max} et P_{min} , déterminées pour chaque éprouvette par des formules analytiques dépendant de certaines conditions que nous détaillerons par la suite. Les fréquences varient en fonction des possibilités des machines d'essais utilisées. On appelle « rapport de charge » le quotient $R = P_{min}/P_{max}$.

Les éprouvettes des lots A et C-I ont été sollicitées en flexion trois points (mode I) par fatigue sur un vibrophore ($R=0.33$, $f=57$ Hz). Celles du lot B-I l'ont été sur une machine de fatigue Instron ElectroPuls E10000.

Les éprouvettes des lots B-II et C-II ont été en premier lieu pré-fissurées par fatigue ($R=0.14$, $f=50$ Hz) en mode II par flexion 4 points dissymétrique sur la machine de fatigue Instron ElectroPuls E10000. Toutefois, cette pré-fissuration en mode II n'est pas entièrement satisfaisante. En effet, pendant la propagation en mode II, les lèvres de la fissure glissent et frottent l'une contre l'autre, générant ainsi une zone plastique très allongée dans le plan de fissure (Figure III-8-b) [Anderson 2005] et des contraintes résiduelles susceptibles de perturber la mesure ultérieure de K_I . Pour cette raison, les éprouvettes des deux lots sont ensuite sollicitées en flexion 3 points pour propager les fissures en mode I par fatigue ($R=0.5$, $f=50$ Hz) pour « oublier » les effets du mode II. En d'autres termes, on propage la fissure au-delà de la zone plastique créée par le mode II.

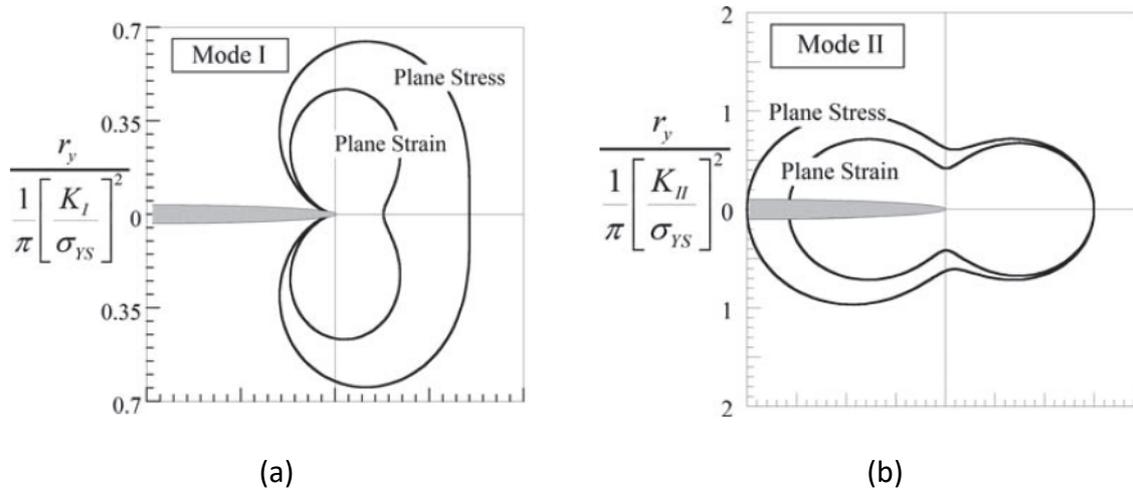


Figure III-8. Forme des zones de plasticité en pointe de fissure : (a) en mode I, (b) en mode II [Anderson 2005]

Pour la flexion 3 points sur les éprouvettes de type SENB, plusieurs formules analytiques permettent le calcul de K_I , le facteur d'intensité de contrainte en mode I. L'Equation (III-1) présente la formule recommandée par la norme [ASTM E 399-12 2013], l'Equation (III-2) est la formule issue des travaux de [Wakai et al. 1985]. Quant à celle établie par [Fett 2008], elle est présentée par l'Equation (III-3). Les trois formules sont de moins en moins restrictives sur la géométrie des éprouvettes. Par exemple, pour appliquer la norme ASTM, il faut impérativement que la condition $S/W = 4$ soit respectée.

Dans un premier temps, ces trois formules ont permis d'estimer la charge maximale à imposer lors des essais de fatigue en mode I, pour que l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte en mode I n'excède pas $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($\Delta K_I = K_{I\text{max}} - K_{I\text{min}} < 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). Cette amplitude ΔK_I a été fixée à $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ car il s'agit de la valeur critique de la loi de Paris établie par [Ritchie et al. 2000] sur un verre métallique de base de Zr. Rappelons qu'au-delà de cette valeur critique, la progression de la fissure devient brutale.

Formule de K_I selon la norme [ASTM E 399-12 2013] :

$$K_I = \frac{PS}{BW^{3/2}} f\left(\frac{a}{W}\right)$$

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a}{W}\right)^{1/2} \left[1.99 - \left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)\right] \left(2.15 - 3.93\left(\frac{a}{W}\right) + 2.7\left(\frac{a}{W}\right)^2\right)}{2\left(1 + 2\left(\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}\right)} \quad (\text{III-1})$$

$$\text{Pour } 1 \leq \left(\frac{B}{W}\right) \leq 4 \text{ et } 0.2 \leq \left(\frac{a}{W}\right) \leq 1$$

Formule de K_I selon [Wakai et al. 1985] :

$$K_I = \frac{3PS}{2BW^2} \sqrt{a} Y\left(\frac{a}{W}\right)$$

$$Y\left(\frac{a}{W}\right) = \sum_{k=0}^4 A_k \left(\frac{a}{W}\right)^k \quad (\text{III-2})$$

$$A_k = a_k + b_k \ln\left(\frac{S}{W} - c_k\right)$$

Les valeurs de a_k , b_k et c_k sont données dans le Tableau III-3 [Wakai et al. 1985].

Tableau III-3. Valeurs de a_k , b_k et c_k

| A_k | a_k | b_k | c_k |
|-------|--------|---------|-------|
| A_0 | 1.943 | 0.01468 | 3.434 |
| A_1 | -3.091 | 0.1745 | 3.225 |
| A_2 | 14.46 | -0.5167 | 3.247 |
| A_3 | -24.37 | 0.7781 | 3.278 |
| A_4 | 24.88 | 0.5196 | 3.286 |

Formule de K_I selon [Fett 2008] :

$$K_I = \sigma_0 F_I \sqrt{\pi a}$$

(III-3)

$$\text{avec } \sigma_0 = \frac{3PL}{BW^2} \quad \text{et} \quad F_I = \frac{F'_I \left(\frac{a}{W}, \frac{L}{W} \right)}{(1 - a/W)^{3/2}}$$

Il faut faire attention à la valeur de L , d'après les Figure III-4 et Figure III-6, $S = 2L$.

Tableau III-4. Tabulation de la fonction F'_I [Fett 2008]

| $\frac{a}{W}$ | $\frac{L}{W} = 10$ | 5 | 4 | 3 | 2.5 | 2 |
|---------------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.1 | 0,8964 | 0,8849 | 0,8791 | 0,8694 | 0,8616 | 0,8504 |
| 0.2 | 0,7493 | 0,7381 | 0,7325 | 0,7231 | 0,7156 | 0,7046 |
| 0.3 | 0,6485 | 0,6387 | 0,6337 | 0,6255 | 0,6188 | 0,6091 |
| 0.4 | 0,5774 | 0,569 | 0,5651 | 0,5582 | 0,5527 | 0,5447 |
| 0.5 | 0,5242 | 0,5177 | 0,5145 | 0,5091 | 0,5048 | 0,4985 |
| 0.6 | 0,4816 | 0,477 | 0,4744 | 0,4704 | 0,4672 | 0,4626 |
| 0.7 | 0,4458 | 0,443 | 0,4408 | 0,4381 | 0,4359 | 0,4328 |
| 0.8 | 0,4154 | 0,414 | 0,4124 | 0,4108 | 0,4094 | 0,4076 |

Pour la flexion 4 points dissymétrique, la charge maximale appliquée P_{max} est déterminée à l'aide de la formule analytique donnée par [He & Hutchinson 2000] dans l'Equation (III-4), afin d'appliquer une amplitude de variation du facteur d'intensité de contrainte en mode II proche de $10 MPa\sqrt{m}$ ($\Delta K_{II} = \Delta K_{IImax} - \Delta K_{IImin} \approx 10 MPa\sqrt{m}$). Cette valeur a été fixée à partir de la valeur critique choisie en mode I, car nous n'avons pas trouvé dans la littérature de loi de Paris en mode II pour notre famille de verre. Elle a ensuite été réduite d'un tiers par mesure de sécurité.

Formule de K_{II} selon [He & Hutchinson 2000] :

$$K_{II} = \frac{Q}{W^{1/2}} \frac{\left(\frac{a}{W}\right)^{3/2}}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{1/2}} f_{II} \left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{avec} \quad Q = P \frac{(b_2 - b_1)}{(b_2 + b_1)}$$

$$f_{II} \left(\frac{a}{W}\right) = 7.264 - 9.37 \left(\frac{a}{W}\right) + 2.74 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 1.87 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 1.04 \left(\frac{a}{W}\right)^4 \quad (\text{III-4})$$

$$\text{Pour } 0 \leq \left(\frac{a}{W}\right) \leq 1$$

Précisons que la grandeur P utilisée dans cette formule est une charge linéique (charge par unité d'épaisseur de l'éprouvette en $N \cdot m^{-1}$) [He & Hutchinson 2000].

Les conditions détaillées des deux types d'essais de pré-fissuration sont réunies dans le [Tableau III-5](#).

Tableau III-5. Conditions des essais de pré-fissuration par fatigue

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Méthode de Pré-fissuration | Fréquence $F(Hz)$ | $\frac{a}{W}$ | Charge $P(N)$ | | | Rapport de charge, R | ΔK ($MPa\sqrt{m}$) |
|-----|-------------------|-------------|----------|----------------------------|-------------------|---------------|---------------|-----------|-------|------------------------|---------------------------------|
| | | | | | | | P_{min} | P_{max} | P_m | | |
| A | 1000 ppm | Dendrites | Simple | Mode I | 57 | 0,30 | 150 | 450 | 300 | 0,33 | 6,00 |
| B | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | B-I : Mode I | 50 | 0,36 | 100 | 600 | 350 | 0,16 | 13,36 |
| | | | | B-II : Mode II | | | | | | | |
| C | 300 ppm | Sans défaut | Simple | C-I : Mode I | 57 | 0,29 | 150 | 450 | 300 | 0,33 | 5,99 |
| | | | | C-II : Mode II | | | | | | | |

P_m : Charge moyenne $P_m = \frac{P_{max} + P_{min}}{2}$
 R : Rapport de charge, $R = \frac{P_{min}}{P_{max}}$
 ΔK : Amplitude du facteur d'intensité de contrainte, $\Delta K = K_{max} - K_{min}$
 ΔK_I dans ce tableau est obtenu par la formule de la norme [ASTM E 399-12 2013]

2.3.2. Rupture monotone et calcul de ténacité

Une fois qu'une fissure a atteint par fatigue une taille suffisante, l'éprouvette est chargée en flexion 3 points de façon monotone jusqu'à la rupture. Certaines éprouvettes ont été cassées sous vide dans un microscope électronique à balayage (MEB) et d'autres en conditions normales de température et de pression. Pour ce dernier essai, le déplacement relatif entre les plateaux de compression est mesuré par des capteurs LVDT.

La vitesse de chargement est déterminée afin de respecter la norme [ASTM E 399-12 2013], qui préconise une variation du facteur d'intensité de contrainte par rapport au temps en mode I comprise entre $0,55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ et $2,75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$. On détermine ainsi des vitesses de traverse (Tableau III-6) qui, pour chaque lot, vérifient $dK_I/dt = [0,55 : 2,75] \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$.

La ténacité en mode I (K_{IC}) est calculée à l'aide des formules déjà utilisées lors des essais de fatigue pour déterminer K_I , le facteur d'intensité de contrainte en mode I (Equation (III-1), (III-2) et (III-3)). Mais certaines conditions doivent être respectées pour que la valeur obtenue soit pertinente [ASTM E 399-12 2013] :

- Dimensions suffisamment importantes pour satisfaire à la condition de déformation plane : $B \geq 2,5(K_{IC}/\sigma_{YS})^2$ et $a \geq 2,5(K_{IC}/\sigma_{YS})^2$.
- Ecart entre la longueur de fissure (qui peut varier dans l'épaisseur) et la longueur moyenne de fissure inférieur à 10%.
- Rapport de $P_{max}/P_Q \leq 1,10$.

Si ces conditions sont satisfaites, il suffit, pour obtenir la ténacité en mode I (K_{IC}), de remplacer P dans les formules analytiques par P_Q , une charge caractéristique de la courbe force-déplacement, proche de la fin de la partie linéaire de celle-ci (Figure III-9). Si le comportement est parfaitement élastique linéaire alors $P_Q = P_{Rupture}$, comme le montre la courbe de type III sur la Figure III-9. Pour un comportement élastoplastique macroscopique, P_Q correspond au point d'intersection entre la courbe force-déplacement et la droite inclinée de 5% par rapport à la tangente de la partie linéaire de celle-ci (cf. courbe type I de la Figure III-9).

La taille de fissure a utilisée dans ce calcul est mesurée par plusieurs moyens, à savoir, par microscope optique avant rupture (mesure de la longueur de fissure sur les faces de l'éprouvette), par microscopie électronique à balayage JEOL-JSM-6460LV (MEB) avant rupture (mesure de la longueur de fissure sur les faces de l'éprouvette), et par

analyse du faciès de rupture sous MEB (mesure de la longueur de fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette).

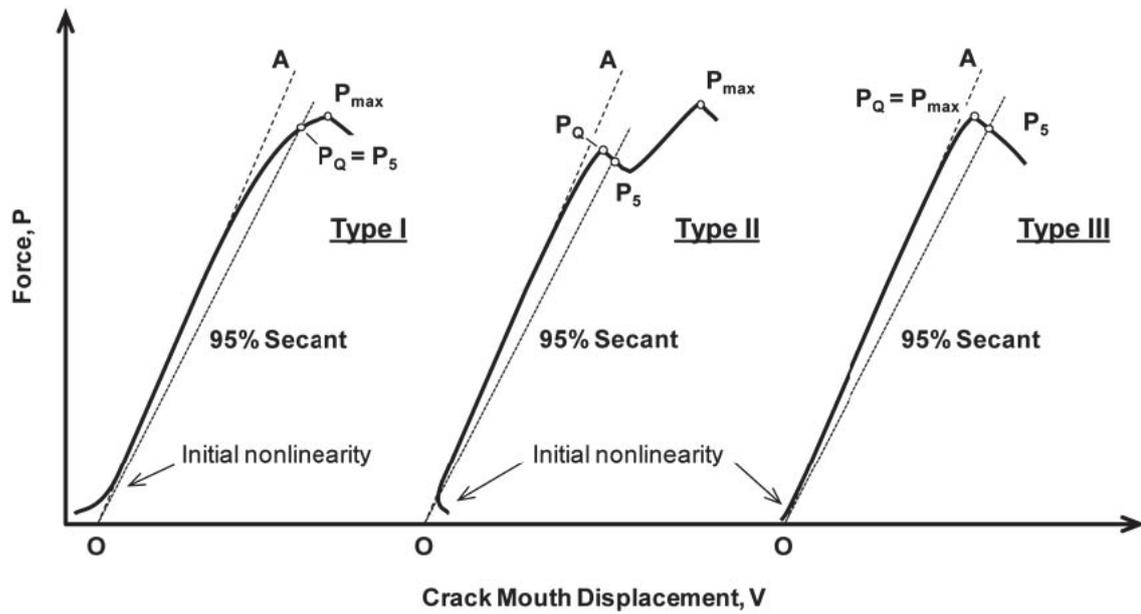


Figure III-9. Allures des principaux types de courbes force-déplacement rencontrés [ASTM E 399-12 2013]

Tableau III-6. Conditions d'essai pour la flexion 3 points monotone

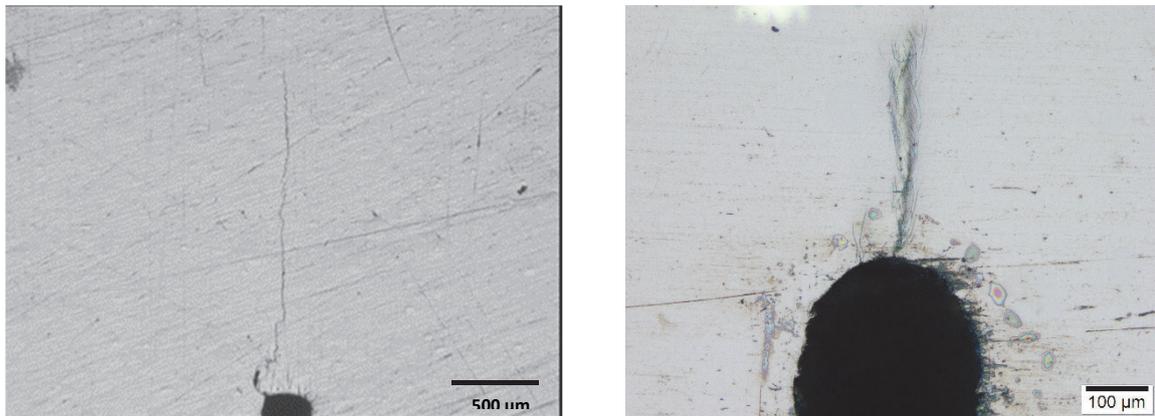
| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Vitesse de traverse a (mm/min) | Distance entre les 2 appuis S (mm) |
|-----|-------------------|-------------|----------|----------------------------------|--------------------------------------|
| A | 1000 ppm | Dendrites | Simple | 0,5 | 20 |
| B | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 0,05 | 20 |
| C | 300 ppm | Sans défaut | Simple | 0,03 | 20 |

3. Résultats et discussion

3.1. Pré-fissuration

Pour les éprouvettes du lot A, contenant les défauts dendritiques, les premières fissures s'amorcent après plusieurs milliers de cycles de flexion trois points en mode I. Ces fissures, observables des deux côtés de l'éprouvette, s'amorcent depuis le fond d'entaille et semblent se propager dans le plan de l'entaille, conformément à nos attentes (Figure III-10-a).

Les faces des éprouvettes du lot C-I (sans défauts) montrent ce même type de fissures débouchant dans le prolongement de l'entaille (Figure III-14-a). Toutefois, l'observation des faciès de rupture des éprouvettes de ce lot montrera une forte déviation de la fissure à cœur (cf. Paragraphe 3.2.4 à la page 186). Cela nous a conduits à envisager un autre moyen de pré-fissuration : la fatigue en mode II. Les éprouvettes A montrent bien, quant à elles, une pré-fissuration dans le plan de l'entaille (cf. Paragraphe 3.2.4 à la page 186).

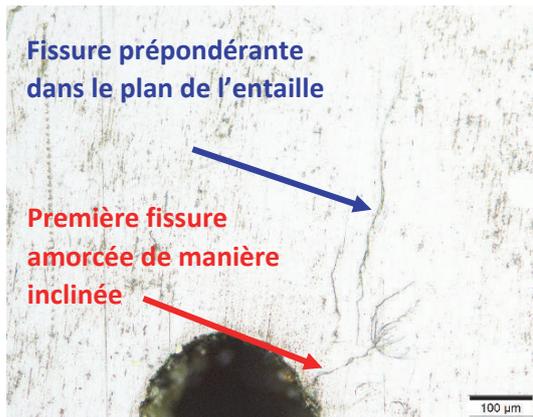


(a) Lot A pré-fissuration en mode I

(b) Lot B-I pré-fissuration en mode I

Figure III-10. Observation des fissures sur les éprouvettes pré-fissurées par fatigue en mode I : (a) Eprouvette du lot A, (b) Eprouvette du lot B-I

La flexion 4 points dissymétrique permet d'imposer un cisaillement pur (*i.e.* moment de flexion nul) au niveau de l'entaille, et ainsi, d'amorcer et de propager les fissures en mode II [He & Hutchinson 2000]. Appliquée aux éprouvettes des lots B-II et C-II, cette technique a généré des fissures débouchant de manière symétrique sur les deux faces de chaque éprouvette. Le point d'amorce est légèrement décalé par rapport au fond de l'entaille, et les fissures partent suivant un angle d'environ 45° par rapport à la direction de charge (Figure III-11, Figure III-12, Figure III-13, Figure III-14-b).

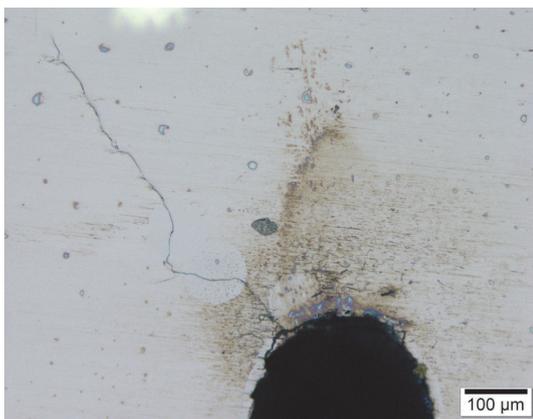


(a) B-II-1

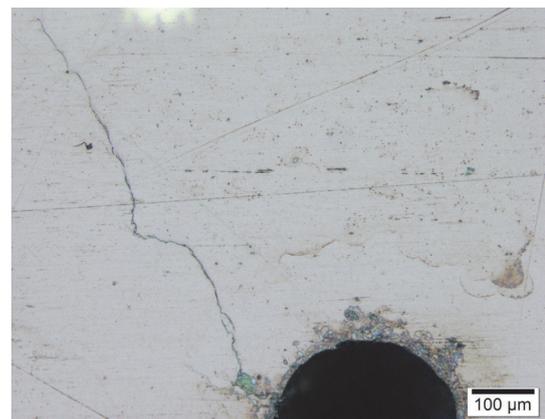


(b) B-II-2

Figure III-11. Observation des fissures sur les éprouvettes du lot B avec défauts sphérolites pré-fissurées par fatigue en mode II : Fissure prépondérante dans le plan de l'entaille



(a) B-II-3



(b) B-II-4

Figure III-12. Observation des fissures sur les éprouvettes du lot B avec défauts sphérolites pré-fissurées par fatigue en mode II : Fissure inclinée de $\sim 45^\circ$

Ce phénomène peut s'expliquer, soit par un léger décentrage de l'éprouvette sur ses appuis, entraînant une modification du champ de contrainte en fond d'entaille, soit parce qu'un mode mixte serait plus propice à l'initiation des fissures qu'un mode II pur. Ensuite, le mode II semble devenir prépondérant pour la majorité des éprouvettes puisque seules les fissures revenant vers le plan de l'entaille (fissures principales) continuent à se propager (Figure III-11, Figure III-13-a, Figure III-14-b). Il est remarquable que, pour quelques éprouvettes du lot B-II, la fissure inclinée de $\sim 45^\circ$ continue à se propager suivant cet angle et ne revient pas vers le plan de l'entaille lors de propagation par fatigue en mode II et mode I. Dans ce cas, le décentrage de l'éprouvette

sur ses appuis ou la propension à l'initiation des fissures en mode II pur reste toujours une de nos hypothèses. La Figure III-12 montre une éprouvette présentant une telle propagation.

Parmi les 3 lots, les éprouvettes du lot B-II, présentent des résultats très variés. En effet, trois éprouvettes de ce lot possèdent une fissure prépondérante dans le plan de l'entaille (Figure III-11, Figure III-13) et deux autres possèdent une fissure inclinée de $\sim 45^\circ$ (Figure III-12). Celles-ci feront objet d'études ultérieures. Dans cette optique, nous présentons les 5 éprouvettes de ce lot nommées B-II-1, B-II-2, B-II-3, B-II-4 et B-II-5.

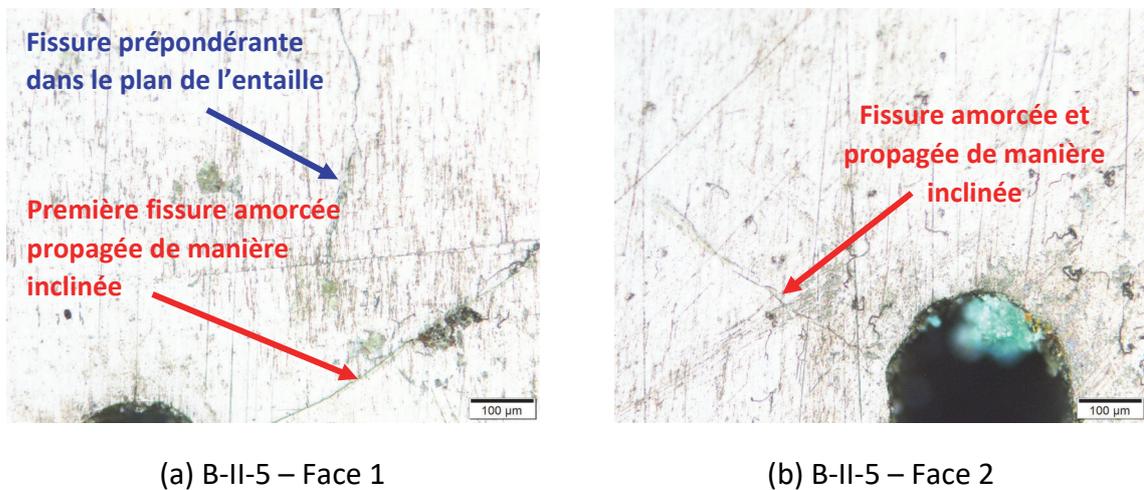


Figure III-13. Observation des fissures sur les éprouvettes du lot B avec défauts sphérolites pré-fissurées par fatigue en mode II : (a) Fissure prépondérante dans le plan de l'entaille, (b) Fissure inclinée de $\sim 45^\circ$

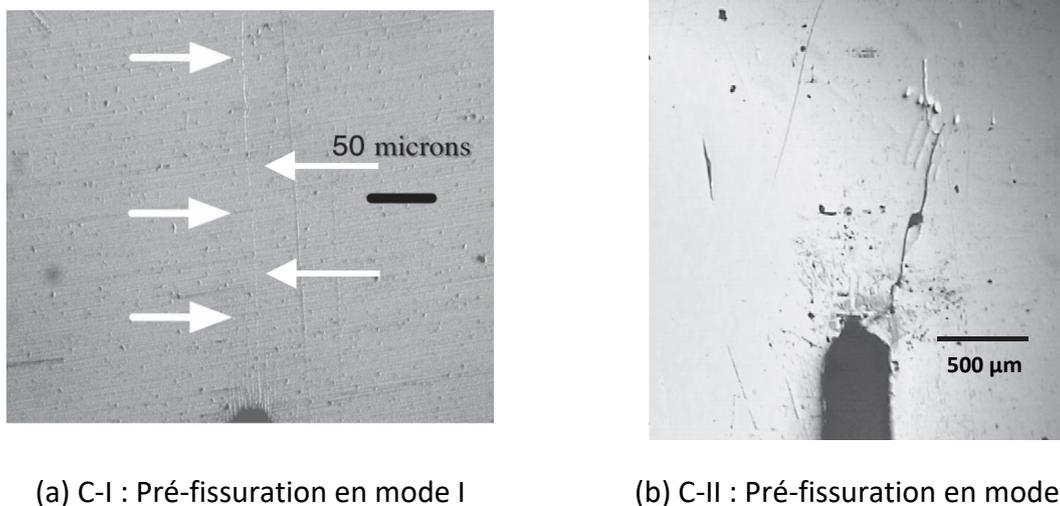


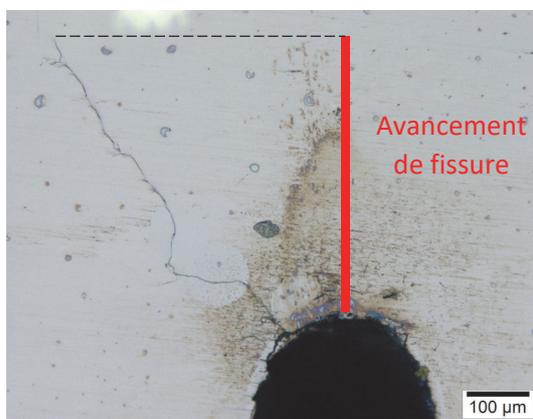
Figure III-14. Observation des fissures sur les éprouvettes C sans défaut : (a) pré-fissurées par fatigue en mode I, (b) en mode II

Malgré quelques résultats incohérents, ces observations valident la sollicitation cyclique en flexion 4 points dissymétrique comme moyen de création de fissure dans les éprouvettes en verre métallique pur (sans défaut cristallin d'aucune sorte). Toutefois, comme le mode II entraîne un frottement des lèvres des fissures qui affecte le matériau en pointe de fissure, la préparation des lots B-II et C-II se termine systématiquement par quelques milliers de cycles en flexion 3 points (mode I) pour que la zone plastique en pointe de fissure ne perturbe pas la mesure de la ténacité ultérieure (par un dernier chargement monotone en mode I). Les conditions de ces essais de propagation de fissure en mode I sont données dans le [Tableau III-9](#).

Sachant que le lot B comporte des sphérolites, quelques éprouvettes de ce lot ont été pré-fissurées par flexion 3 points (mode I) uniquement. Elles sont regroupées sous la dénomination B-I. Comme pour le lot A, nous avons obtenu un bon amorçage (depuis le fond d'entaille) et une bonne propagation des fissures (dans le plan de l'entaille) ([Figure III-10-b](#)).

Cette observation permet de conclure que la pré-fissuration par fatigue en mode II n'est pas nécessaire pour les verres métalliques qui présentent des défauts, quel que soit leur type : dendrites ou sphérolites.

Les résultats correspondant à chaque mode de pré-fissuration, ainsi que les éprouvettes associées, sont réunis dans les [Tableau III-7](#), [Tableau III-8](#), [Tableau III-9](#), [Tableau III-10](#). La longueur finale des fissures, utilisée pour déterminer les facteurs d'intensité de contrainte (K_I et K_{II}), est mesurée sur la face de l'éprouvette par microscopie optique en supposant que la fissure se propage dans de plan de l'entaille, i.e. projection sur le plan d'entaille, comme illustrée dans la [Figure III-15](#).



Prenons l'exemple de la longueur de fissure de l'éprouvette B-II-3 :

$a = a_0 + \text{avancement de fissure}$,
où a_0 est la longueur initiale de l'entaille

Figure III-15. Illustration de la méthode de détermination de la longueur a d'une pré-fissure obtenue par fatigue

Tableau III-7. Résultats des essais de pré-fissuration par fatigue pour les lots A, B-I et C-I : fissure amorcée et propagée en mode I

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Nombre de cycles | Longueur de fissure projetée $a(mm)$ | $\frac{a}{W}$ | $K_{I_{max}}(MPa\sqrt{m})$ | | | $\Delta K_I(MPa\sqrt{m})$ | | |
|-----|-------------------|-------------|----------|------------------|--------------------------------------|---------------|----------------------------|-------|-------|---------------------------|-------|-------|
| | | | | | | | ASTM | Wakai | Fett | ASTM | Wakai | Fett |
| A | 1000 ppm | Dendrites | Simple | 50 000 | 2,30 | 0,42 | 12,72 | 12,55 | 12,58 | 8,48 | 8,31 | 8,40 |
| B-I | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,35 | 0,45 | 20,45 | 20,31 | 20,29 | 17,04 | 16,92 | 16,91 |
| C-I | 300 ppm | Sans défaut | Simple | 30 000 | 2,10 | 0,39 | 11,47 | 11,31 | 11,34 | 7,64 | 7,54 | 7,56 |

a : Longueur de fissure, $a = a_0 + \text{avancement de fissure}$
 L'avancement de fissure est mesuré sur la face de l'éprouvette par la microscopie optique
 $K_{I_{max}}$ est calculé en utilisant P_{max} selon les lots des éprouvettes donnés par le [Tableau III-5](#)

Tableau III-8. Résultats des essais de pré-fissuration par fatigue pour les lots B-II et C-II : fissure après l'amorçage et la propagation en mode II

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Nombre de cycles | Longueur de fissure projetée a (mm) | $\frac{a}{W}$ | $K_{II} (MPa\sqrt{m})$ | | |
|---|-------------------|-------------|----------|--|---------------------------------------|---------------|------------------------|--------------|-----------------|
| | | | | | | | K_{II-min} | K_{II-max} | ΔK_{II} |
| B-II-1 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,50 | 0,48 | 2.16 | 15.10 | 12.94 |
| B-II-2 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,70 | 0,52 | 2.27 | 15.91 | 13.63 |
| B-II-3 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 70 000 | 2,61 | 0,50 | 2.09 | 14.65 | 12.56 |
| B-II-4 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 70 000 | 2,62 | 0,48 | 1.92 | 13.44 | 11.52 |
| B-II-5 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,80 | 0,54 | 2.83 | 20.08 | 17.21 |
| C-II-1 | 300 ppm | Sans défaut | Simple | 30 000 | 2,98 | 0,54 | 1,43 | 14,85 | 12,73 |
| C-II-2 | 300 ppm | Sans défaut | Simple | C-II-2 été pré-fissurée dans des conditions similaires C-II-1 quelques années plus tôt. On la présente pour étudier la reproductibilité sur les calculs de ténacité du lot C-II. | | | | | |
| <p>a : Longueur de fissure, $a = a_0 + \text{avancement de fissure}$ L'avancement de fissure est mesuré sur la face de l'éprouvette par le microscope optique K_{IImin} et K_{IImax} est calculé en utilisant P_{min} et P_{max} selon les lots des éprouvettes donnés par le Tableau III-5</p> | | | | | | | | | |

Tableau III-9. Conditions de propagation de fissure en mode I pour les lots B-II et C-II : fissure après l'amorçage et la propagation en mode II

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Fréquence f (Hz) | Longueur de fissure projetée a (mm) | $\frac{a}{W}$ | K_I (MPa \sqrt{m}) | | |
|--------|-------------------|-------------|----------|--------------------|---------------------------------------|---------------|-------------------------|-------------|--------------|
| | | | | | | | K_{I-min} | K_{I-max} | ΔK_I |
| B-II-1 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 | 2,50 | 0,48 | 3,80 | 22,85 | 19,05 |
| B-II-2 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 | 2,70 | 0,52 | 4,13 | 24,82 | 20,69 |
| B-II-3 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 | 2,61 | 0,50 | 3,69 | 22,18 | 18,49 |
| B-II-4 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 | 2,62 | 0,48 | 3,20 | 19,15 | 15,95 |
| B-II-5 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 | 2,80 | 0,54 | 5,32 | 31,93 | 26,61 |
| C-II | 300 ppm | Sans défaut | Simple | 5 | 2,98 | 0,54 | 3,75 | 22,51 | 18,76 |

a : Longueur de fissure après les essais de pré-fissuration par fatigue en mode II (cf. [Tableau III-8](#))
 ΔK_I dans ce tableau est obtenu par la formule de la norme [\[ASTM E 399-12 2013\]](#)
 Dans ce cas, la charge $P_{min} = 100 N$, $P_{max} = 600 N$ et le rapport de charge $R = 0,16$.

Tableau III-10. Résultats des essais de pré-fissuration par fatigue pour les lots B-II et C-II : fissure après l'amorçage, la propagation en mode II et la propagation en mode I

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Nombre de cycles | Longueur fissure proj. $a(mm)$ | $\frac{a}{W}$ | $K_{I_{max}}(MPa\sqrt{m})$ | | | $\Delta K_I(MPa\sqrt{m})$ | | |
|--------|-------------------|-------------|----------|------------------|--------------------------------|---------------|----------------------------|-------|-------|---------------------------|-------|-------|
| | | | | | | | ASTM | Wakai | Fett | ASTM | Wakai | Fett |
| B-II-1 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,81 | 0,54 | 27,70 | 26,90 | 27,54 | 23,08 | 22,41 | 22,95 |
| B-II-2 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 3,45 | 0,66 | 42,96 | 42,10 | 42,92 | 35,80 | 35,08 | 35,76 |
| B-II-3 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 000 | 2,81 | 0,53 | 25,12 | 24,99 | 24,95 | 20,93 | 20,82 | 20,79 |
| B-II-4 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 50 000 | 2,90 | 0,52 | 22,48 | 22,21 | 22,26 | 18,73 | 18,51 | 18,55 |
| B-II-5 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | 30 000 | 2,90 | 0,56 | 34,09 | 33,97 | 33,97 | 28,41 | 28,30 | 28,26 |
| C-II | 300 ppm | Sans défaut | Simple | 30 000 | 3,40 | 0,62 | 29,79 | 29,42 | 29,63 | 24,83 | 24,52 | 24,70 |

Pour les deux lots : $P_{min} = 100 N$ et $P_{max} = 600 N$ comme dans [Tableau III-9](#).

a : Longueur de fissure après la propagation par fatigue en mode I, mesurée sur la face de l'éprouvette par le microscope optique

3.2. Rupture

3.2.1. Courbe de charge-déplacement

Après la fissuration, chaque éprouvette est menée à la rupture par un chargement monotone en flexion 3 points. Les courbes de force-déplacement montrent que les éprouvettes des lots A et B suivent un comportement élastique-fragile [Keryvin et al. 2006][Keryvin et al. 2007], alors que les éprouvettes du lot C présentent un comportement élastoplastique macroscopique. Il faut noter que le caractère ductile de ces dernières est suffisamment faible, *i.e.* la plasticité en pointe de fissure est suffisamment confinée selon les critères établis par l'[ASTM E 399-12 2013], pour que le calcul de la ténacité soit valide. Autrement dit, on aura $K_{IQ} = K_{IC}$. La Figure III-16 présente un exemple de chaque type de réponse de chaque lot (ici l'éprouvette A, B-II-1, C-I et C-II-1). Ces résultats mettent en évidence l'influence des défauts sur le comportement mécanique de ces matériaux. En effet, les éprouvettes sans défaut sont ductiles, contrairement à celles qui présentent des défauts dendritiques ou des sphérulites. De plus, les charges à la rupture montrent que les verres à défauts dendritiques sont plus fragiles que ceux à défauts sphérulites et que le verre pur est plus résistant que ces deux derniers.

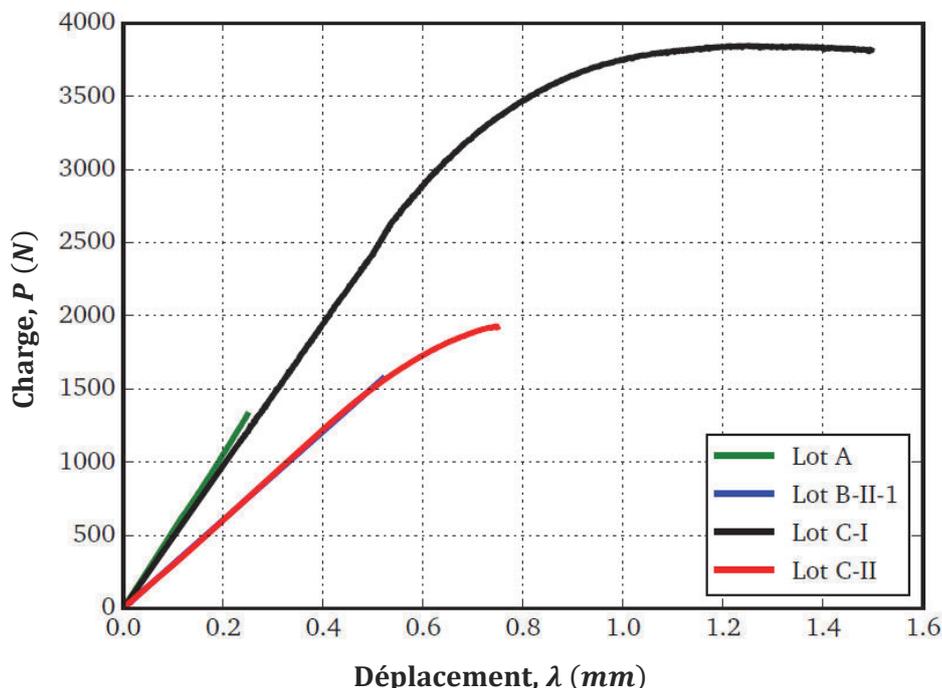


Figure III-16. Exemples de courbe force-déplacement en flexion 3 points pour des éprouvettes des 3 lots

3.2.2. Détermination de la ténacité par les formules standards

Comme les éprouvettes possèdent des dimensions différentes et des tailles de fissure très diverses, il est judicieux de suivre l'évolution du facteur d'intensité de contrainte au cours des essais. En effet cette grandeur, contrairement à la charge, est indépendante de ces variabilités géométriques. Le facteur d'intensité de contrainte a donc été tracé en fonction de déplacement dans la Figure III-17, ce qui permet de s'affranchir des dimensions des éprouvettes. Nous observons que les pentes élastiques des courbes K_I -déplacement des différents lots (représentés ici par les éprouvettes A, B-II-1, C-I et C-II-1) sont très proches. Ce qui suggère que les défauts n'ont pas d'influence sur le comportement de nos verres dans le domaine élastique. La deuxième partie des courbes montre, au contraire, que les défauts ont un effet important sur le comportement à la rupture, comme nous l'avons évoqué précédemment.

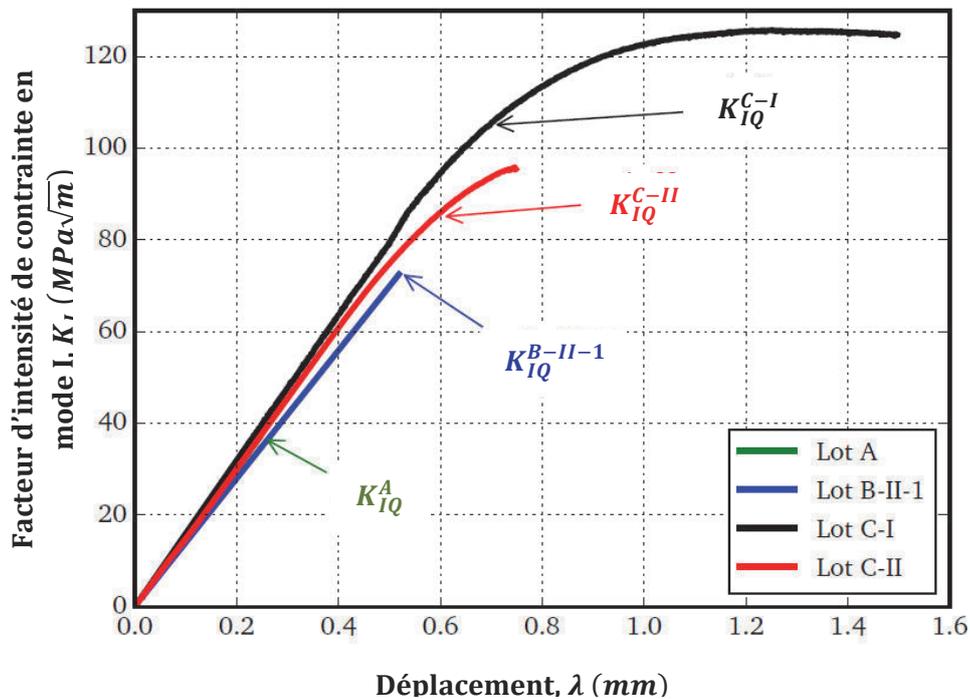


Figure III-17. Exemples de courbe K_I -déplacement en flexion 3 points pour des éprouvettes des 3 lots

A partir de la Figure III-16, on peut déterminer la charge P_Q , qui est la charge à la rupture P_R dans le cadre d'un comportement élastique linéaire, ou la charge obtenue par la construction graphique évoquée plus haut dans le cadre d'un comportement élastoplastique. La dernière grandeur nécessaire au calcul de la ténacité est la longueur de fissure à la rupture, a . Elle est déterminée par une analyse du faciès de rupture que nous détaillerons dans le paragraphe 3.2.4 à la page 186.

En remplaçant ces paramètres dans les formules analytiques données par l'[ASTM E 399-12 2013] (Equation (III-1)), [Wakai et al. 1985] (Equation (III-2)) et [Fett 2008] (Equation (III-3)), on obtient la ténacité des verres métalliques testés (Tableau III-11). Le Tableau III-11 montre que la ténacité des amorphes purs est d'environ $85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, légèrement supérieure à celle des verres avec sphérulites ($\sim 60 - 70 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), et bien plus grande que celle des verres à défauts dendritiques ($\sim 37 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

La ténacité du verre pur (lot C-I), pré-fissuré par fatigue en mode I, n'a pu être déterminée car leurs pré-fissures s'éloignent trop du plan de l'entaille pour que les formules proposées par l'[ASTM E 399-12 2013], [Wakai et al. 1985] ou [Fett 2008] soient encore valides.

Certaines éprouvettes possèdent des géométries ne se conformant aux exigences de la norme et nécessaires au calcul analytique (fissure inclinée, fissure à front non-rectiligne). Le recours à des méthodes numériques pour déterminer la ténacité, telle que la méthode des éléments finis sera exploitée ultérieurement (cf. Paragraphe 4 à la page 197), reste possible.

Nous avons toutefois, comme première approche, déterminé la ténacité de ces éprouvettes avec les formules standards en supposant que la fissure reste dans le plan de l'entaille et que sa longueur a , qui varie dans l'épaisseur, corresponde à la valeur moyenne de celle-ci (basée sur 3 à 5 mesures effectuées dans l'épaisseur de l'éprouvette) (Figure III-18). Les ténacités ainsi calculées sont rapportées dans le Tableau III-12.

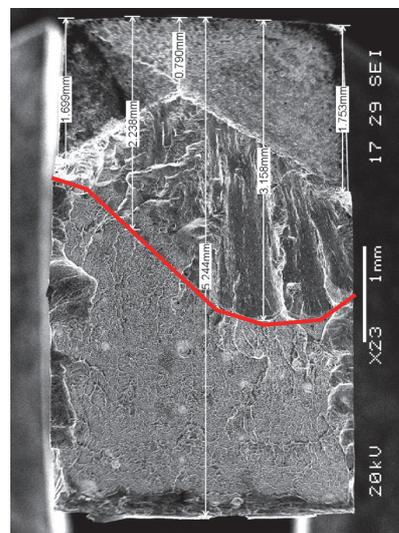
Tableau III-1.1. Ténacité du verre $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ (at %) pour les lots A, B, et C pour les éprouvettes avec fissure dans le plan de l'entaille

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Méthode de Pré-fissuration | Longueur de fissure a (mm) | $\frac{a}{W}$ | P_Q (N) | Ténacité ($MPa\sqrt{m}$) | | |
|------|-------------------|-------------|----------|----------------------------|------------------------------|---------------|-----------|----------------------------|-------|-------|
| | | | | | | | | ASTM | Wakai | Fett |
| A | 1000 ppm | Dendrites | Simple | Mode I | 2,300 | 0,42 | 1324 | 37,43 | 36,93 | 37,02 |
| | | | | | | | | | | |
| B | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | B-I : Mode I | 2,352 | 0,45 | 2100 | 71,59 | 71,08 | 71,03 |
| | | | | B-II-1 : Mode II | 2,809 | 0,54 | 1570 | 72,48 | 72,21 | 72,07 |
| | | | | B-II-2 : Mode II | 3,447 | 0,66 | 1020 | 73,03 | 71,56 | 72,96 |
| C-II | 300 ppm | Sans défaut | Simple | C-II-1 : Mode II | 3,400 | 0,62 | 1754 | 86,62 | 85,66 | 86,64 |
| | | | | C-II-2 : Mode II | 2,548 | 0,48 | 2563 | 85,40 | 84,66 | 84,67 |

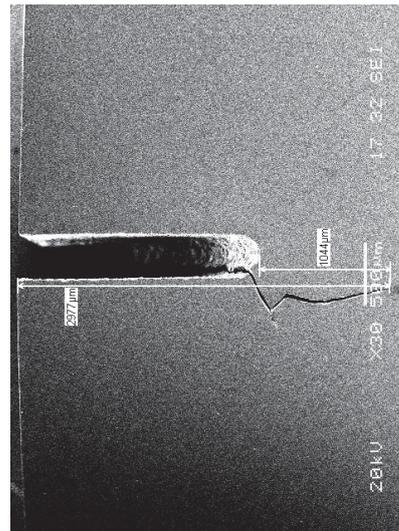
Dans ce tableau, les valeurs de a sont mesurées sur des images de la surface de rupture prises par Microscope Electronique à Balayage (MEB) : distance entre le bord libre entaillé et le front de fissure après fatigue (cf. Paragraphe 3.2.4 page 185). Il faut préciser que, pour la majorité des éprouvettes, cette mesure de a via l'analyse des faciès de rupture est proche de la mesure (moins précise) obtenue par microscopie optique à partir des faces des éprouvettes avant la rupture.

Tableau III-12. Ténacité des éprouvettes du lot B-II dont les fissures ne sont pas normalisées.

| Lot | Teneur en oxygène | Défauts | Entaille | Méthode de Pré-fissuration | Longueur de fissure a (mm) | $\frac{a}{W}$ | $P_Q(N)$ | Facteur d'intensité des contraintes $(MPa\sqrt{m})$ | | |
|--------|-------------------|-------------|----------|----------------------------|------------------------------|---------------|----------|---|--------|--------|
| | | | | | | | | ASTM | Wakai | Fett |
| B-II-3 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | Mode II | 2,680 | 0,51 | 2500 | 96,53 | 95,95 | 95,81 |
| B-II-4 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | Mode II | 2,508 | 0,45 | 3500 | 105,06 | 103,40 | 103,83 |
| B-II-5 | 300 ppm | Sphérolites | Chevron | Mode II | 2,510 | 0,42 | 1400 | 62,22 | 61,81 | 61,74 |
| C-I | 300 ppm | Sans défaut | Simple | Mode I | 2,100 | 0,39 | 3000 | 74,30 | 73,52 | 75,62 |



(a)



(b)

Si la longueur de fissure varie dans l'épaisseur, a correspondra à la valeur moyenne de celle-ci (basée sur 3 à 5 mesures effectuées dans l'épaisseur de l'éprouvette) (Figure III-18-a) en supposant que la fissure est parallèle au plan de l'entaille (Figure III-18-b). Par exemple, pour l'éprouvette B-II-4 :

$$a = \frac{(1,669 + 2,238 + 3,158 + 2,977)mm}{4} = 2,510mm$$

Figure III-18. B-II-5 : Illustration de la méthode de détermination de la longueur de fissure a pour une éprouvette ne répondant pas aux exigences géométriques de la norme [ASTM E 399-12 2013]

3.2.3. Evolution de la fissure au cours de l'essai de flexion monotone

Des essais de flexion monotone jusqu'à rupture ont été réalisés sous Microscope Electronique à Balayage (MEB) au moyen d'une machine de traction miniature Deben (Figure III-19) dans le but d'observer l'évolution de la fissure au cours du chargement sur les éprouvettes du lot B-II.

Cette technique permet de mesurer la longueur de fissure (comme on l'a vu plus haut), mais offre aussi la possibilité d'évaluer l'ouverture en pointe de fissure (CTOD : Crack Tip Opening Displacement) (Figure III-20) ainsi que la taille de la zone de plasticité en pointe de fissure. Cette partie se veut purement exploratoire et qualitative.

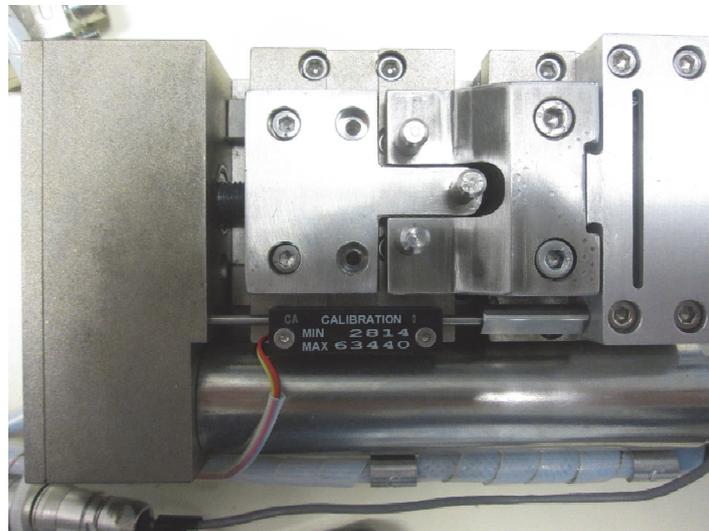


Figure III-19. Montage de flexion 3 points (sans l'éprouvette) associé à une machine de traction miniature Deben

Le CTOD est mesuré ici à titre indicatif car sa connaissance n'est pas indispensable du fait du faible caractère ductile de l'éprouvette au cours de l'essai.

D'après la mécanique linéaire de la rupture, le rayon r_y de la zone de plasticité en pointe de fissure en mode I (Figure III-8-a) est donné, pour un état de contraintes planes, par l'Equation (III-5) :

$$r_y = \left(\frac{1}{\pi}\right) \frac{K_I^2}{\sigma_y^2} \quad (\text{III-5})$$

Même si la notion de zone plastique a été initialement établie dans le cadre des métaux cristallins, matériaux sujets aux créations et mouvements de dislocation, il semble

intéressant d'observer les manifestations de l'écoulement plastique propres aux verres métalliques en pointe de fissure à l'aune de cette grandeur caractéristique r_y .

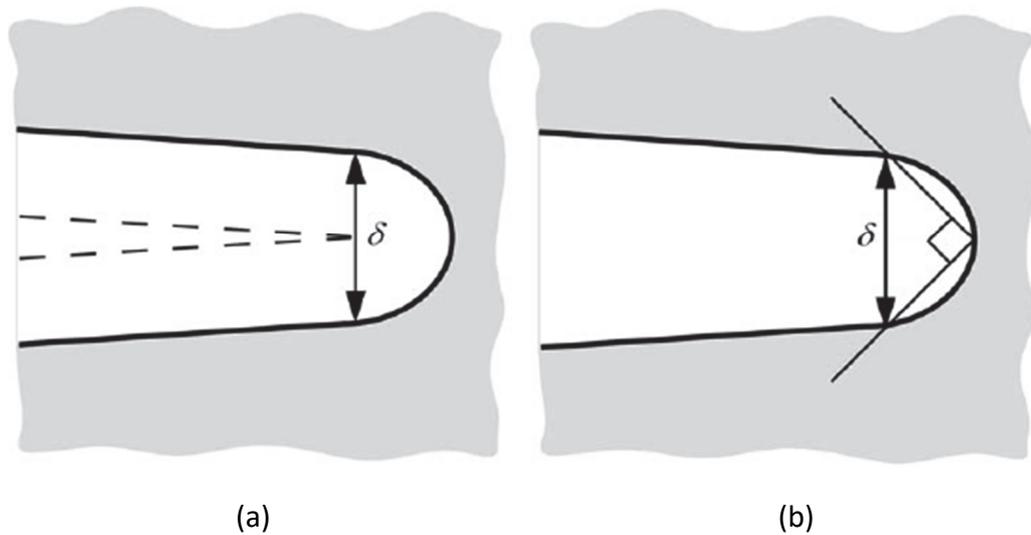


Figure III-20. Définitions possibles du CTOD : (a) Ouverture à la pointe de fissure initiale, (b) Longueur interceptée par un angle de 90° pointant sur le fond de fissure [Anderson 2005]

Première observation : au cours du chargement, les deux lèvres de la fissure s'écartent mais aucune progression de la fissure n'a été observée (Figure III-21).

Compte tenu de la résolution de nos images MEB, il est impossible de distinguer une ouverture en pointe de fissure pour les charges les plus faibles. Même si l'on observe clairement un écartement progressif des deux lèvres à ces mêmes charges. Par contre, à des niveaux de charge proches de la rupture, la mesure directe de CTOD a pu se faire : $P = 1300\text{ N}$ (Figure III-22-a) et $P = 1400\text{ N}$ (Figure III-22-b).

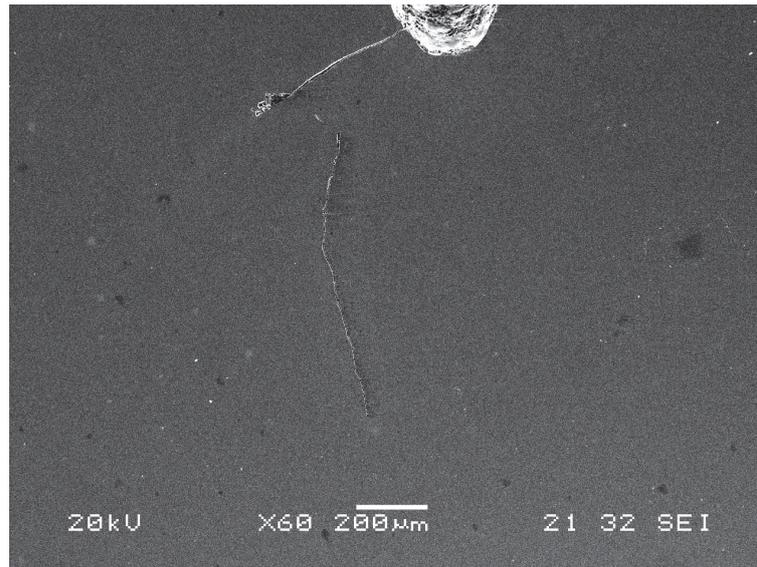
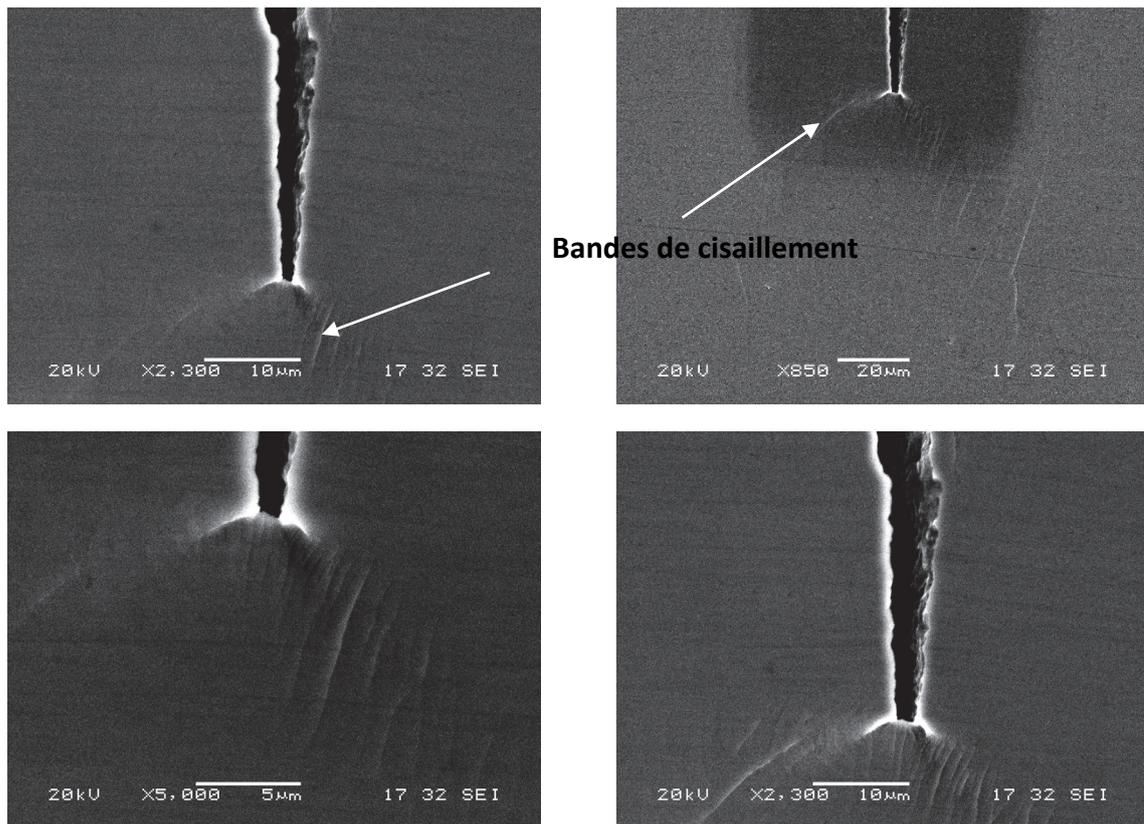


Figure III-21. B-II-5 : Image MEB de la face qui présente la fissure la plus longue, prise avant le chargement

[Xu et al. 2010] ont rapporté que la zone de plasticité, *i.e.* la zone occupée par des bandes de cisaillement nombreuses et très resserrées au voisinage du fond d'entaille, observée sur la face d'une l'éprouvette de verre métallique $Pt_{57.5}Cu_{14}Ni_{5.3}Ni_{22.5}$ (at %) sollicitée en flexion 3 points prend une forme de cardioïde. La taille de cette zone est de l'ordre de $1400 \mu m$. Cette même observation est également relatée par [He et al. 2012] pour des éprouvettes de verres à base Zr pré-fissurées par fatigue cette fois-ci. La zone de plasticité en pointe de fissure était dans ce cas de forme plutôt circulaire ou elliptique et moins étendue que celle en fond d'entaille. Cette zone dense en bandes de cisaillement avait ici une taille de l'ordre du millimètre.

L'éprouvette B-II-5 étant pré-fissurée et non simplement entaillée, il n'est pas étonnant de n'observer que peu de bandes de cisaillement se développer en pointe de fissure. Une zone de plasticité se forme en pointe de fissure pour un niveau de charge proche de la rupture (Figure III-22). Sa forme est proche de celle observée par [He et al. 2012]. Par contre, la taille théorique de cette zone plastique, calculée à l'aide l'Equation (III-5), est de l'ordre de $200 \mu m$ (Figure III-22). Cette valeur est à la fois petite comparée à celle calculée par [He et al. 2012], qui atteint plusieurs millimètres pour un verre de la même famille, le $Zr_{61}Ti_2Cu_{25}Cu_{12}$ (at %), et très grande comparée à la zone réellement occupée par les bandes formées en pointe de fissure, comme l'avait également remarqué [He et al. 2012].



(a) $P = 1300 \text{ N}$, $CTOD \approx 1,2 \mu\text{m}$,
 $K_I = 68,77 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$,
 $r_{y\text{-théorique}} = 220 \mu\text{m}$

(b) $P = 1400 \text{ N}$, $CTOD \approx 2 \mu\text{m}$,
 $K_I = 74,07 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$,
 $r_{y\text{-théorique}} = 255 \mu\text{m}$

Figure III-22. B-II-5 : Investigation de la zone plastique en pointe de fissure. K_I est calculé selon [ASTM E 399-12 2013], en utilisant la valeur de a mesurée sur la face étudiée.

Dans ce contexte, la notion de rayon de la zone plastique, habituellement associée aux matériaux cristallins, ne semble pas avoir le même sens car ces verres quasi-fragiles possèdent des mécanismes de dissipation d'énergie très différents. Une déformation plastique localisée sous forme de bandes de cisaillement se propageant à partir de la pointe d'une fissure n'occupera pas forcément le même volume qu'un écoulement plastique classique, homogène et confiné dans la zone de plasticité, même si ces deux mécanismes dissipent, au final, la même quantité d'énergie. Cela peut expliquer l'écart important entre la taille théorique et la taille réelle de la zone plastique dans notre matériau.

3.2.4. Analyses des faciès de rupture

Les analyses des faciès de rupture visent en premier lieu à mesurer la longueur finale de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette (longueur de fissure après la pré-fissuration), puis à observer sa propagation à travers l'épaisseur de l'éprouvette, et enfin, à étudier le mécanisme d'avancement des fissures en fatigue et l'influence des défauts sur la propagation ainsi que sur la rupture des éprouvettes. Elles permettent donc d'établir l'historique de la rupture.

Les [Figure III-23](#), [Figure III-24](#) et [Figure III-31](#) présentent respectivement les images MEB des faciès de rupture des éprouvettes des lots A, B-I et C-I pré-fissurées par fatigue en mode I. Ces surfaces de rupture se divisent en 3 zones distinctes :

- Zone usinée (en chevron pour B-I et droite pour A et C-I)
- Zone de propagation cyclique en mode I
- Zone de rupture par chargement monotone

Les [Figure III-25](#), [Figure III-26](#), [Figure III-27](#), [Figure III-28](#), [Figure III-29](#), [Figure III-30](#) et [Figure III-32](#) présentent les faciès de rupture des éprouvettes B-II et C-II pré-fissurées en mode II par imagerie MEB. Ces surfaces de rupture se divisent en 4 zones distinctes : les 3 zones citées ci-dessus et une dernière correspondant à la propagation cyclique en mode II.

- Zone usinée (en chevron pour B-II et droite pour C-II)
- Zone de propagation cyclique en mode II
- Zone de propagation cyclique en mode I
- Zone de rupture par chargement monotone

Les deux types de progression de fissure (fatigue en mode I et mode II) sont associés à deux motifs différents : présence de stries d'avancée de la fissure dans la partie de propagation en mode I ([Figure III-24-d](#)) et aucun motif visible à une même échelle pour le mode II. Un agrandissement plus important permet toutefois d'observer le motif de propagation par fatigue en mode II, sous la forme de stries d'avancée également, mais à une échelle plus petite que les précédentes ([Figure III-26-d](#)). Cette différence peut être liée au glissement des lèvres de la fissure l'une contre l'autre lors de la propagation par fatigue en mode II qui semble entraîner un phénomène de dissipation par frottement, contrairement à la fatigue en mode I pour laquelle les lèvres s'écartent. Sur les éprouvettes pures du lot C-II, il est plus difficile de distinguer les motifs d'avancée

correspondant aux deux modes de propagation de fissure et également d'identifier ces deux modes.

Pour tous les lots, le motif veiné, typique de la rupture des verres métalliques, est présent dans la zone de rupture monotone (Figure III-23-e, Figure III-24-f, Figure III-32-e).

Nous observons que le front de fissure est quasi-rectiligne pour les lots A, B-I, B-II et C-II, critère indispensable à une pré-fissure de qualité. De plus, la valeur moyenne de la longueur de fissure (distance entre le bord libre entaillé et le front de fissure) est proche de celle mesurée par microscopie optique sur les grandes faces de l'éprouvette.

Nous constatons que, pour les lots A, B-I, et C-II, les fissures se propagent dans toute l'épaisseur de l'éprouvette suivant le plan de l'entaille. Pour les éprouvettes du lot B-II qui comportent des pré-fissures inclinées, nous avons deux résultats. En effet, pour la majorité des éprouvettes de ce lot, la fissure inclinée, amorcée en fatigue mode II observée sur les grandes faces par microscope optique (Figure III-11-a), tend à revenir vers le plan d'entaille lors de sa propagation. L'analyse de la surface de rupture montre que la progression de la fissure suit la même tendance dans l'épaisseur (Figure III-26-b).

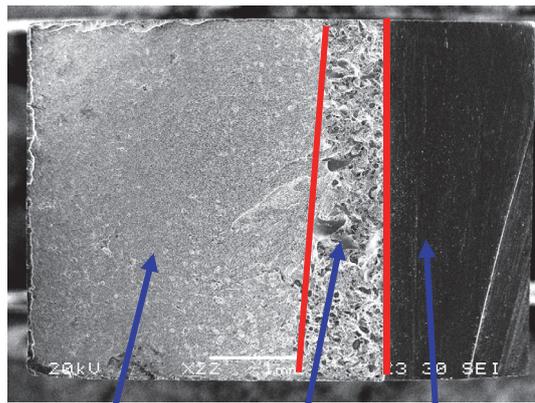
Par contre, on observe sur les faces de quelques éprouvettes de ce lot que la fissure inclinée amorcée par fatigue en mode II ne revient pas vers le plan de l'entaille. L'observation ultérieure des faciès de rupture montrera que cette inclinaison est également présente dans toute l'épaisseur de l'éprouvette (Figure III-28-b). Par contre, pour les éprouvettes du lot C-I, pré-fissurées par fatigue en mode I, la propagation des fissures subit une forte déviation à cœur. Les fissures partent en hélice pour déboucher à la surface [Keryvin & Bernard 2007][Keryvin et al. 2007].

Les Figure III-23-f et Figure III-26-e renforcent l'idée que les défauts jouent un rôle important dans la fragilisation de ces verres. Les dendrites peuvent être observées à une échelle micrométrique (Figure III-23-f). La fissure se propage par fatigue en mode I via des zones où les défauts dendrites, plus fragiles, se microfissent. Les analyses des surfaces de rupture montrent une décohésion entre les dendrites et la matrice vitreuse.

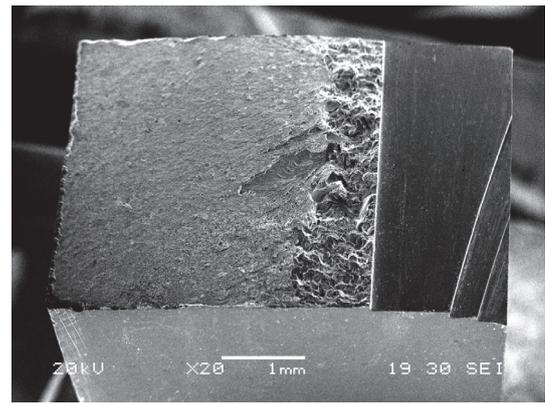
Des sphérulites de taille micrométrique apparaissent clairement sur les faciès de rupture du lot B-I (Figure III-24) ou B-II (Figure III-25, Figure III-26, Figure III-27). Une analyse chimique par EDS (Energy Dispersive Spectrometry) suggère que ces défauts ne sont pas liés à la quantité d'oxygène, contrairement aux défauts dendritiques du lot A [Keryvin et al. 2006], [Keryvin & Bernard 2007], [Keryvin et al. 2007]. Pour le lot B-II, les motifs veinés présents entre deux stries successives (Figure III-26-e) dans la zone

de fatigue en mode I suggèrent que la fissure se propage par à-coups brutaux à plusieurs reprises au cours de cette étape. Ces à-coups semblent, de plus, se produire lorsque le front de fissure rencontre une sphérolite (Figure III-26-e). On constate également que la propagation des fissures se fait à travers les défauts, *i.e.* sans un contournement qui entrainerait une décohésion inclusion/matrice visible, contrairement à ce qui a été observé sur les éprouvettes à défauts dendritiques [Keryvin et al. 2006]. Il s'agit donc de rupture par clivage des sphérolites (Figure III-27-b).

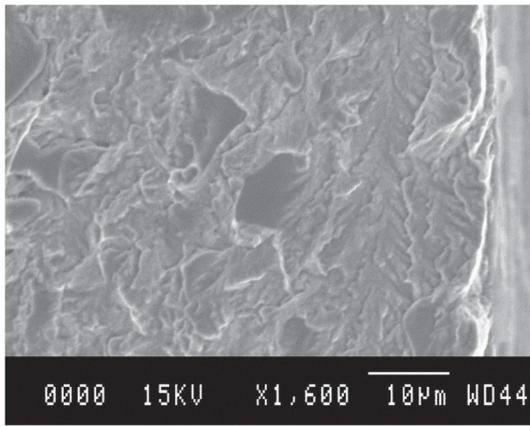
Comme nous l'avons dit précédemment, certaines éprouvettes possèdent des géométries ne se conformant pas aux exigences de la norme, rendant ainsi impossible le calcul analytique de leur ténacité (fissure inclinée, fissure à front non-rectiligne, ...). C'est le cas des éprouvettes B-II-3 (Figure III-28), B-II4 (Figure III-29) et B-II-5 (Figure III-30). Dans la partie suivante, nous allons nous appuyer sur la méthode des éléments finis pour déterminer la ténacité de ces éprouvettes qui restent particulièrement délicates à traiter.



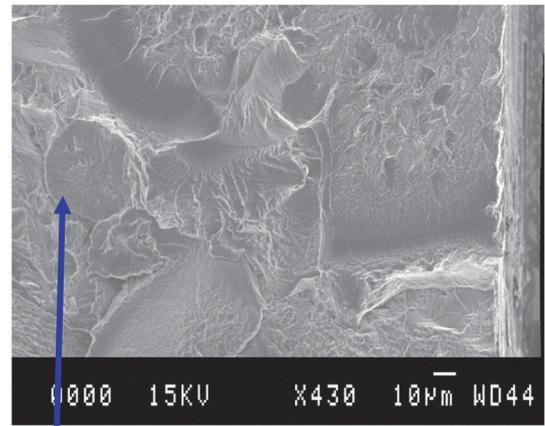
Rupture Mode I Zone usinée
(a) 3 zones distinctes



(b) Vue de ¼

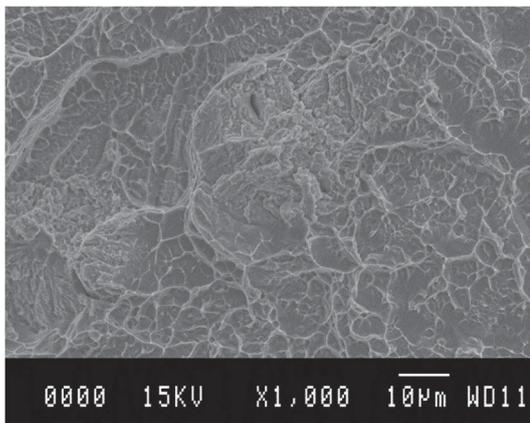


(c) Zone de fatigue en mode I



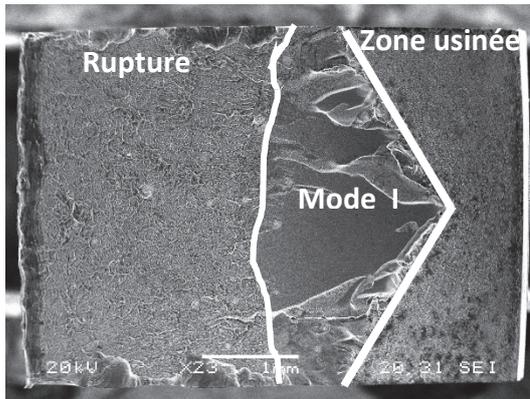
(d) Zone de fatigue en mode I

Rupture par décohesion et par
clivage de ces défauts

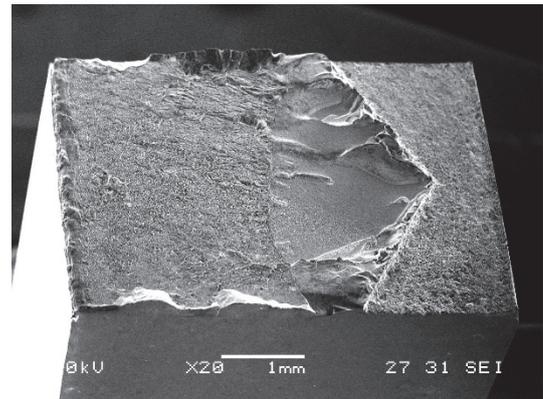


(e) Zone de rupture monotone

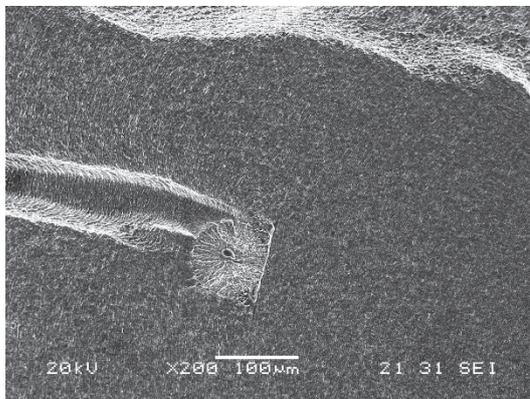
Figure III-23. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette du lot A, pré-fissurée en mode I



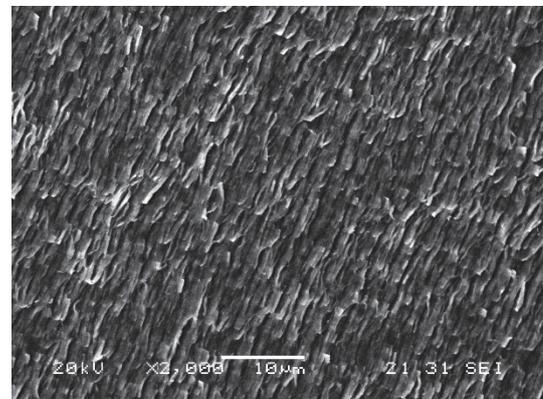
(a) 3 zones distinctes



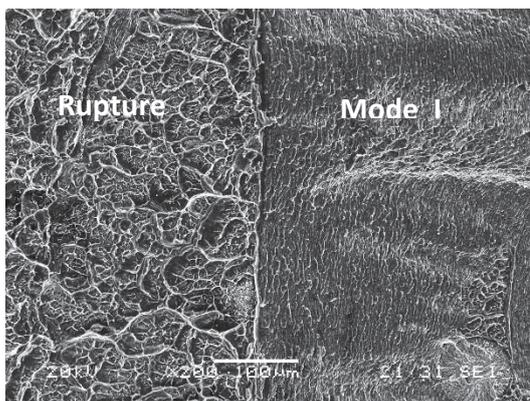
(b) Vue de ¾



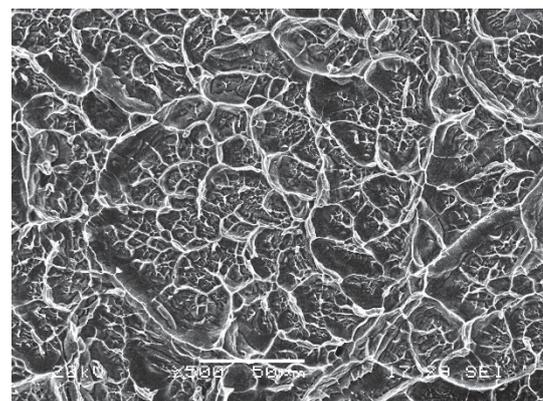
(c) Zone de fatigue en mode I



(d) Stries d'avancement de fatigue mode I

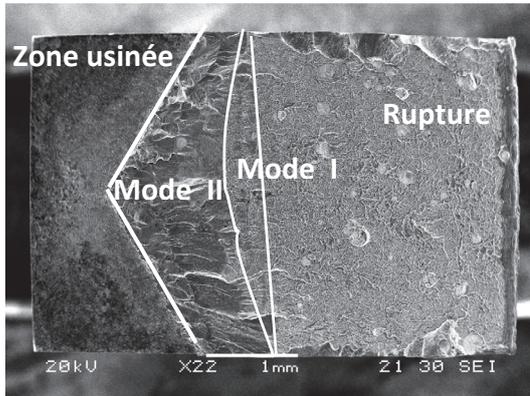


(e) Limite entre fatigue et rupture monotone

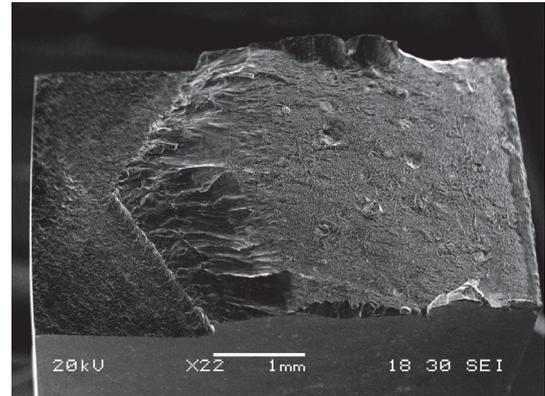


(f) Motifs veinés dans la zone de rupture

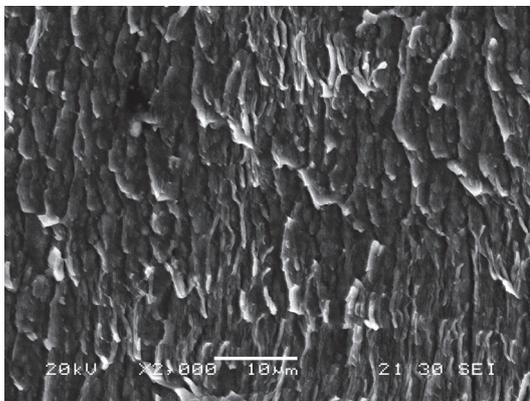
Figure III-24. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette du lot B-I, pré-fissurée en mode I



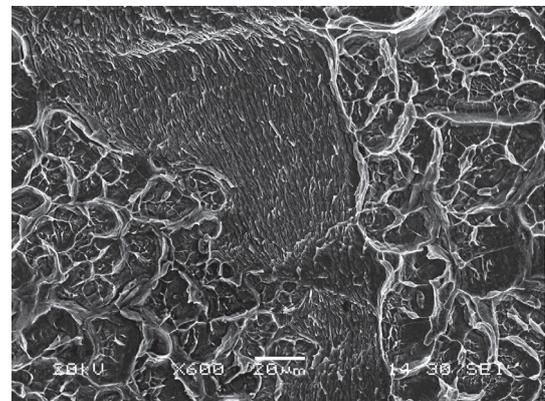
(a) 4 zones distinctes



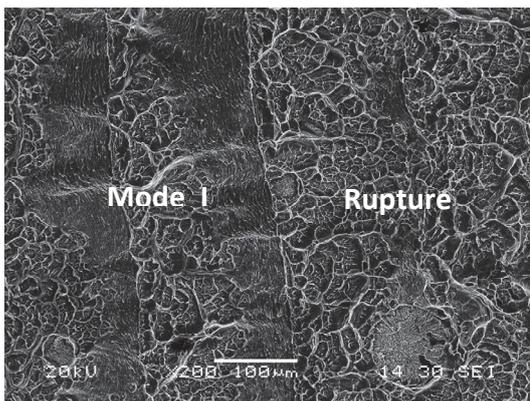
(b) Vue de $\frac{3}{4}$



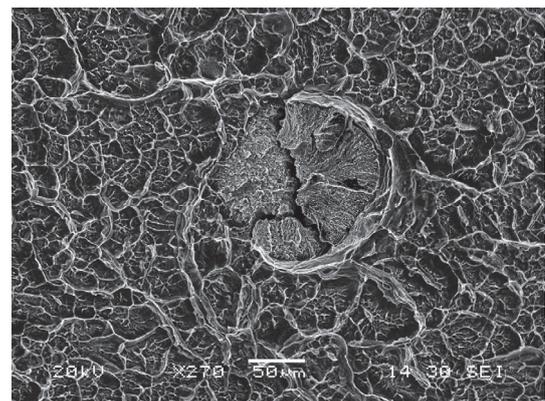
(c) Zone de fatigue en mode II



(d) Stries d'avancement de fatigue mode I

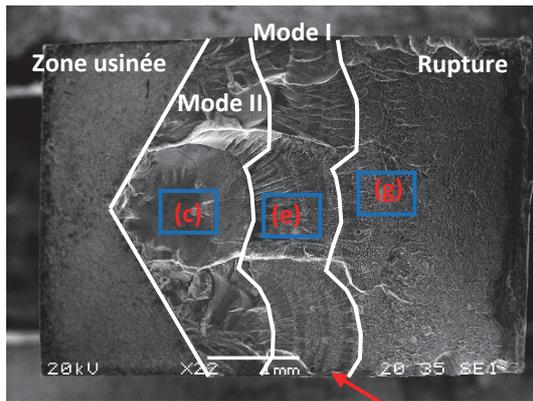


(e) Limite entre fatigue en mode I et rupture monotone

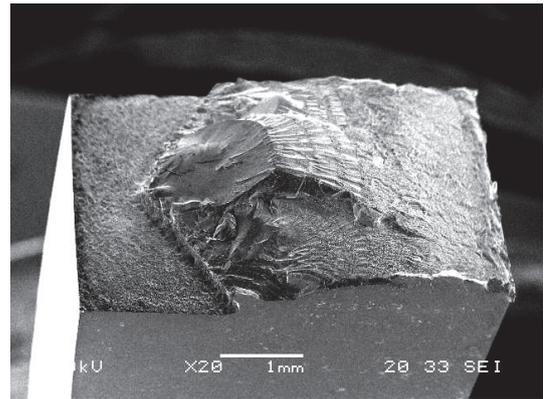


(f) Motifs veinés et défaut dans la zone de rupture monotone

Figure III-25. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-1, pré-fissurée en mode II

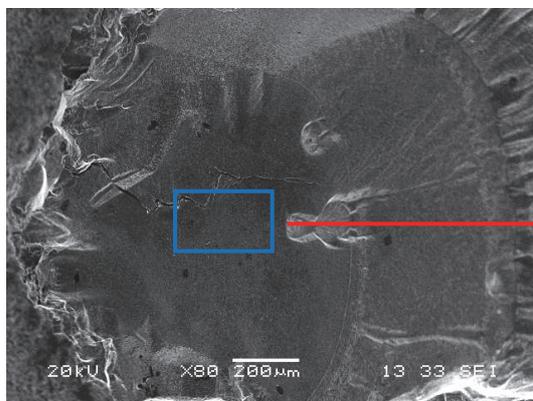


(a) 4 Zones distinctes

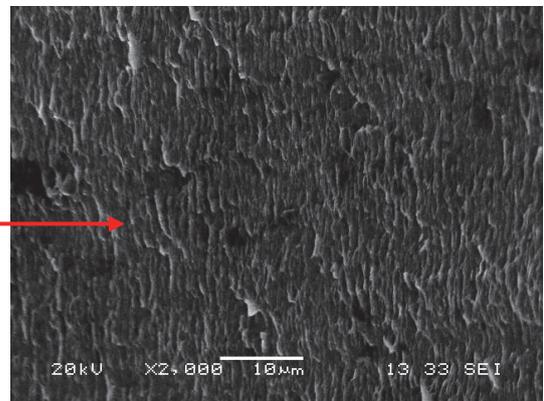


(b) Vue de $\frac{3}{4}$

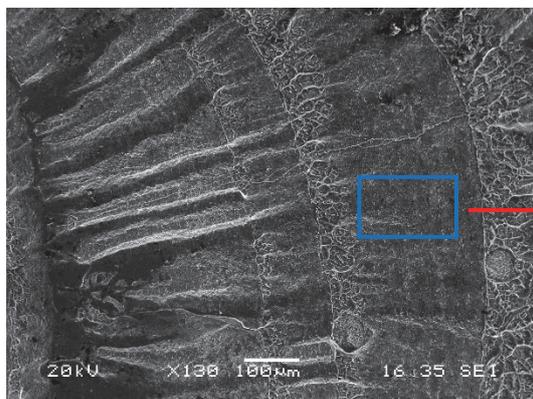
Stries d'avancement de la fissure principale au cours de sa propagation par fatigue



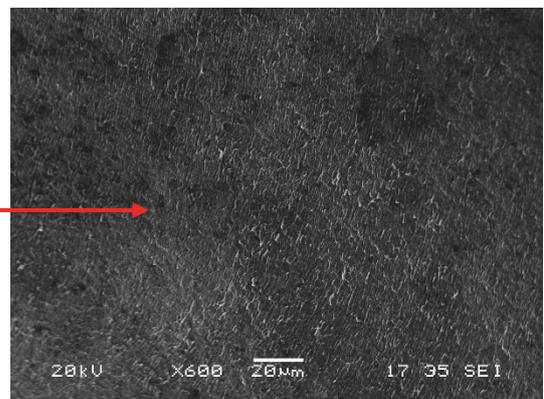
(c) Zone de fatigue en mode II



(d) Stries d'avancement, fatigue en mode II

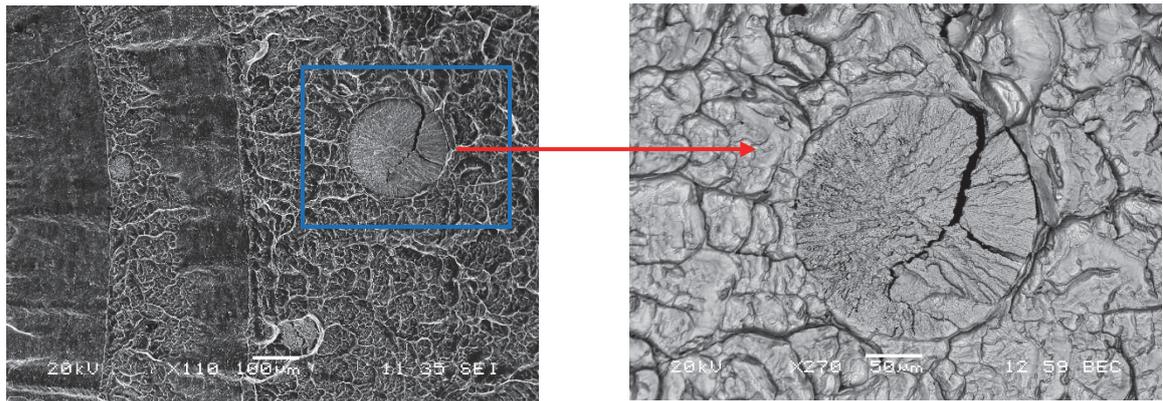


(e) Zone de fatigue en mode I



(f) Stries d'avancement en mode I

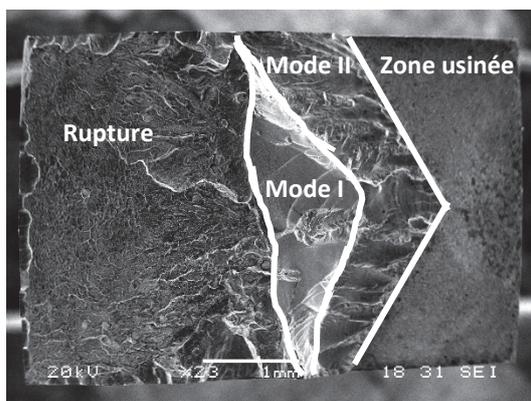
Figure III-26. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-2, pré-fissurée en mode II, dont la fissure revient dans le plan de l'entaille



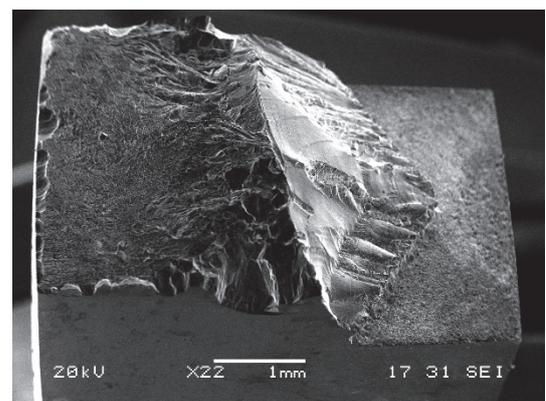
(a) Zone de rupture monotone

(b) Rupture au niveau d'un défaut sphérolite

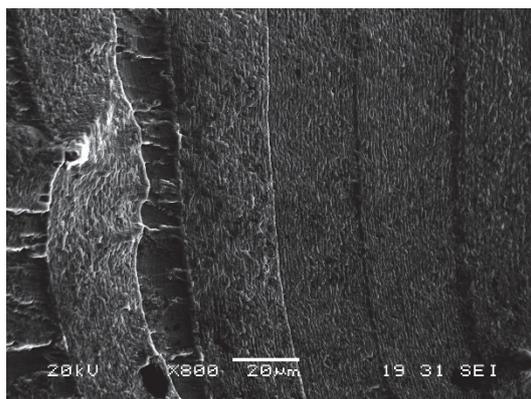
Figure III-27. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-2, pré-fissurée en mode II, dont la fissure revient dans le plan de l'entaille - Influence du défaut sphérolite sur le mécanisme de rupture



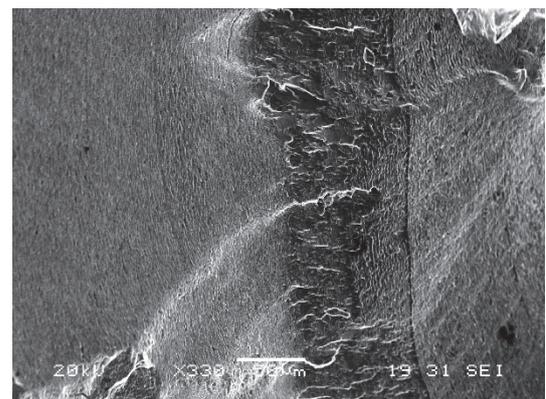
(a) 4 zones observées



(b) Vue de ¾



(c) Zone de fatigue mode II



(c) Zone de fatigue mode I

Figure III-28. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-3, pré-fissurée en mode II, dont la fissure continue à se propager avec un angle $\sim 45^\circ$, *i.e.* ne revient pas vers le plan de l'entaille

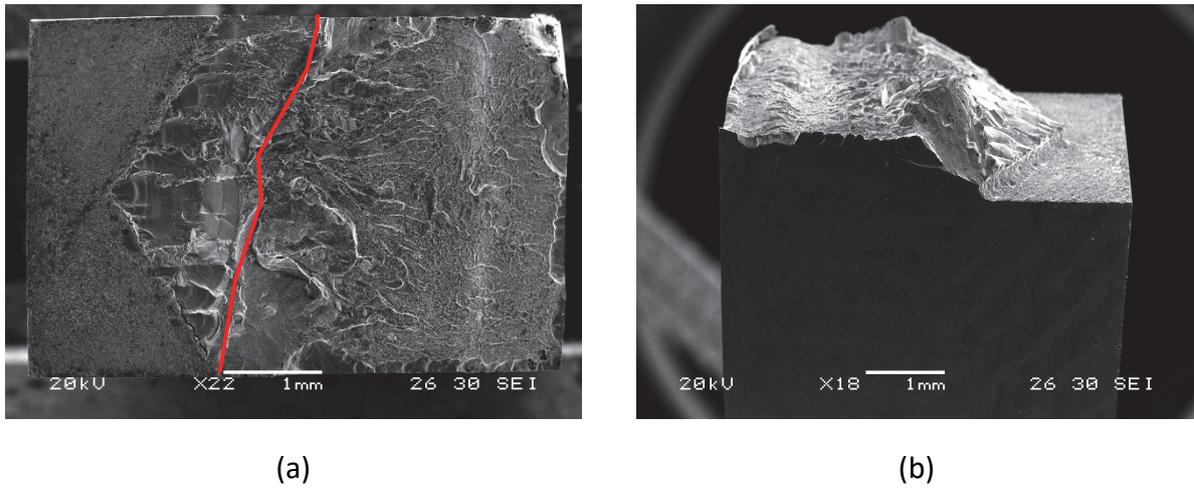


Figure III-29. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-4, pré-fissurée en mode II, dont la fissure continue à se propager avec un angle $\sim 45^\circ$, *i.e.* ne revient pas dans le plan de l'entaille : (a) front de fissure en vue de dessus, (b) mise en évidence du relief par une vue de $\frac{3}{4}$

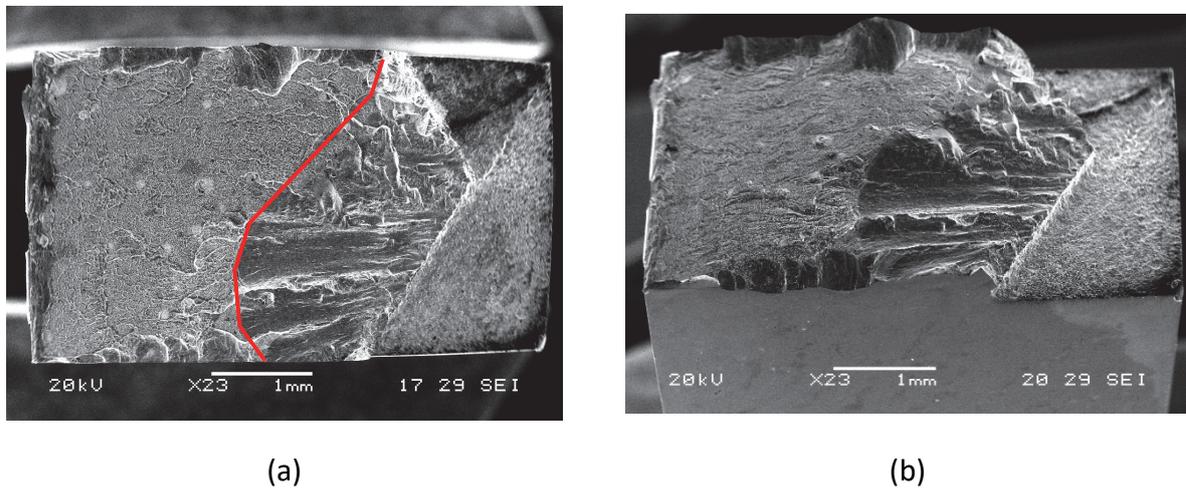
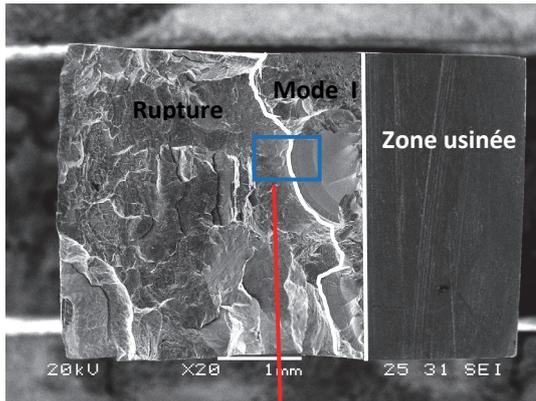
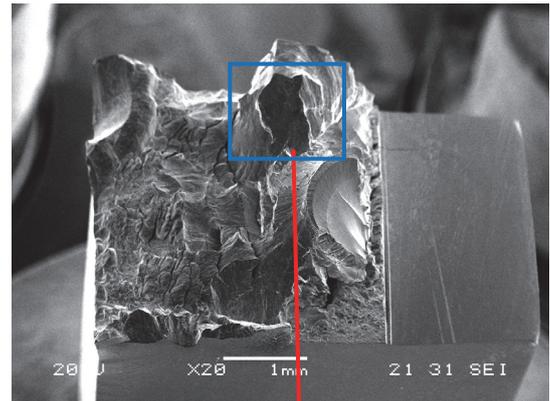


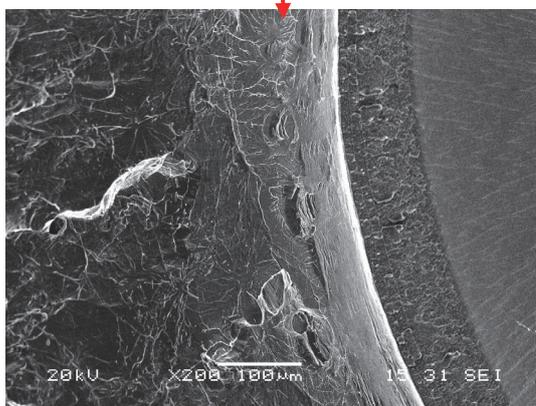
Figure III-30. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-5, pré-fissurée en mode II, illustrant : (a) la fissure dont le front est fortement non rectiligne, (b) la propagation dans le plan de l'entaille



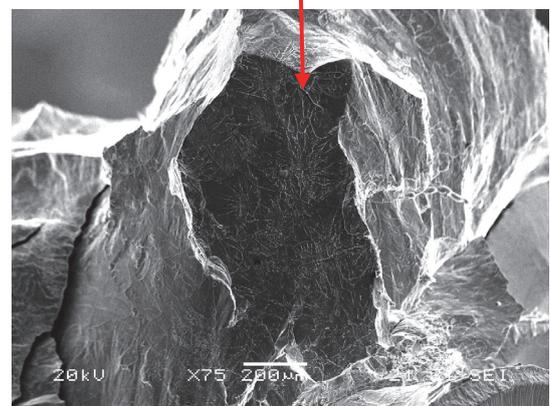
(a) 3 zones observées



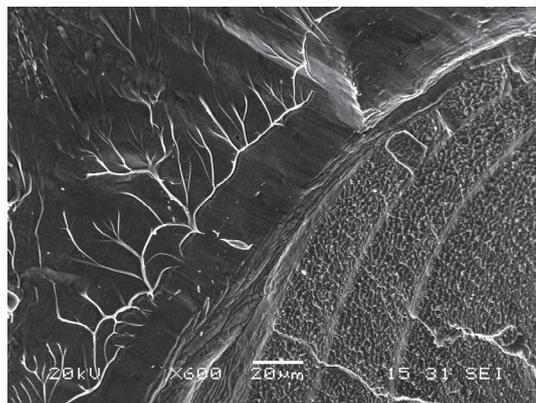
(b) Vue de $\frac{3}{4}$



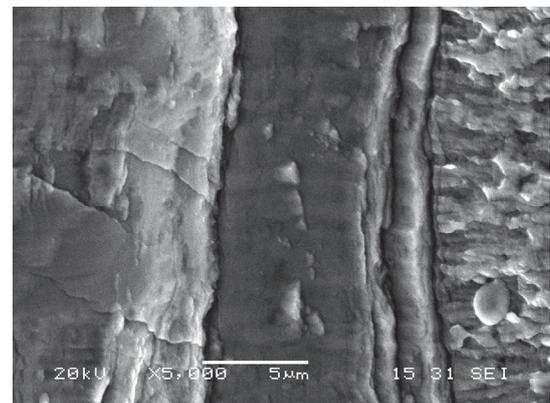
(c) Limite entre fatigue en mode I et rupture monotone – grossissement x100



(d) Motif veiné peu saillant

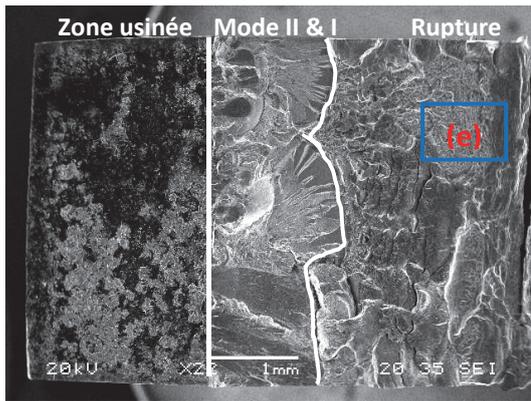


(e) Limite entre fatigue en mode I et rupture monotone – grossissement x600

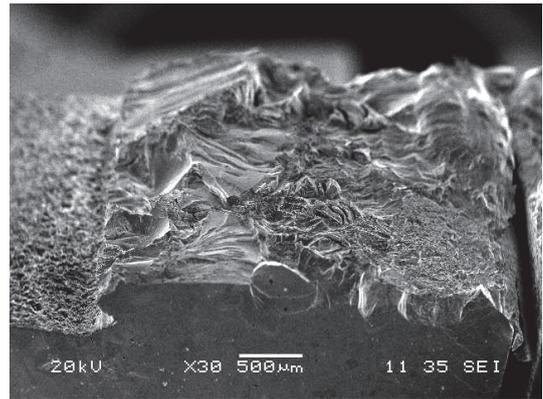


(e) Limite entre fatigue en mode I et rupture monotone – grossissement x5000

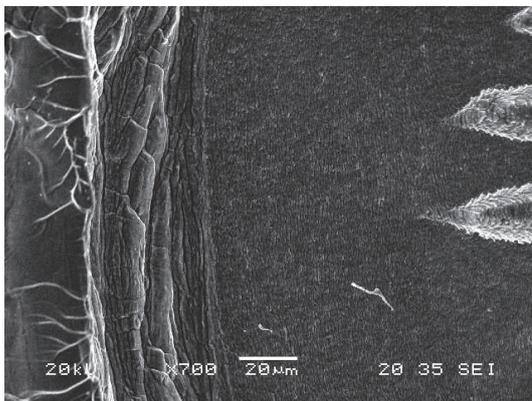
Figure III-31. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette sans défaut du lot C-I, pré-fissurée en mode I



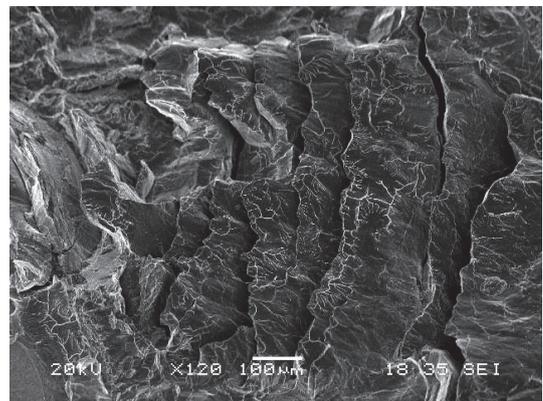
(a) 3 zones observables à cette échelle



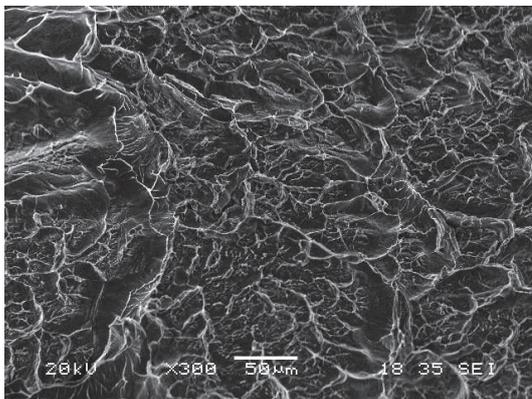
(b) Relief du facies de rupture



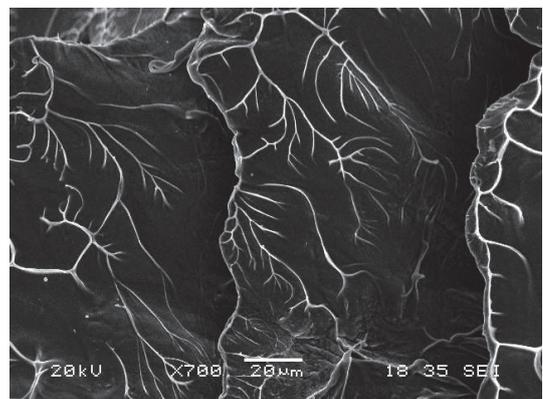
(c) Limite entre de zone de fatigue et zone de rupture



(d) branchements des fissures hors plan pendant la rupture monotone



(e) Zone de rupture monotone



(f) Motifs veinés

Figure III-32. Observation MEB de la surface de rupture de l'éprouvette sans défaut du lot C-II-1, pré-fissurée en mode I

4. Détermination de la ténacité par la méthode des éléments finis

Comme nous l'avons vu précédemment, certaines éprouvettes de flexion SENB ont développé des pré-fissures ne répondant pas aux exigences géométriques de la norme. La ténacité ne peut plus alors être obtenue de manière fiable par les formules standards. Nous allons, dans cette partie, recourir à des méthodes numériques (méthode des éléments finis) pour tenter de déterminer la ténacité pour ces fissures de géométrie non conventionnelle, *i.e.* comportant une fissure déviant du plan de l'entaille et/ou à front de fissure fortement non-rectiligne.

4.1. Introduction

La mécanique linéaire de la rupture fournit, pour des géométries simples et des conditions d'essai bien définies, des solutions analytiques à de nombreux problèmes. Ainsi, pour une poutre munie d'une entaille centrée (SENB) pré-fissurée que l'on sollicite en flexion 3 ou 4 points, la littérature nous apporte des formules permettant le calcul des grandeurs mécaniques en pointe de fissure [Wakai et al. 1985], [Fett 2008], [He & Hutchinson 2000] et [ASTM E 399-12 2013]. Toutefois, ces solutions ne sont plus valides si la géométrie de l'éprouvette s'éloigne du cadre imposé. Le calcul par la méthode des éléments finis constitue alors un moyen d'étudier les phénomènes en pointe de fissure pour des géométries moins conventionnelles.

Cette étude a pour objet la modélisation par éléments finis (MEF) d'un essai de flexion 3 ou 4 points sur une éprouvette SENB pré-fissurée. Le but est de calculer, pour des conditions d'essai données, le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure, sachant que celle-ci ne se situe pas forcément dans le plan de l'entaille. Nous commencerons par présenter les deux principales méthodes éléments finis permettant de décrire numériquement le phénomène de fissuration. Nous validerons ensuite une modélisation par éléments finis pour les géométries d'éprouvettes simples et standards. Nous appliquerons, pour finir, la même méthode à des fissures de géométries moins conventionnelles afin d'exploiter les résultats expérimentaux liés à ce type d'éprouvette.

4.2. Méthodes numériques et fissuration

Modéliser un problème de fissuration nécessite de décrire mathématiquement à la fois la discontinuité que constitue la fissure, et la singularité des champs mécaniques en pointe de fissure (évolution de la déformation en $\frac{1}{\sqrt{r}}$, où r est la distance entre le point considéré et la pointe de fissure). Pour résoudre ce problème, nous avons utilisé deux

méthodes différentes, caractérisées par des éléments particuliers : les éléments aux nœuds au $\frac{1}{4}$ et les éléments finis étendus (XFEM).

4.2.1. Méthode des éléments finis étendus ou XFEM [Moës et al. 1999]

Considérons un domaine maillé par un ensemble de nœuds I sur lesquels s'appuient un ensemble de fonctions de forme Φ_i . L'approximation classique du champ de déplacement \mathbf{u} en MEF est alors décrite par

$$\mathbf{u} = \sum_{i \in I} \mathbf{u}_i \phi_i(\mathbf{X}). \quad (\text{III-6})$$

où \mathbf{u}_i est le vecteur déplacement au nœud i .

La méthode XFEM consiste à enrichir cette approximation par des fonctions permettant de décrire des singularités, *e.g.* contrainte en pointe d'une fissure, ou des discontinuités dans les champs, *e.g.* déplacement aux lèvres d'une fissure. Le maillage 2D simple décrit par la Figure III-33 va nous permettre d'illustrer cette méthode. Il est composé de 12 éléments et d'une fissure dont la pointe se situe dans l'élément central de droite.

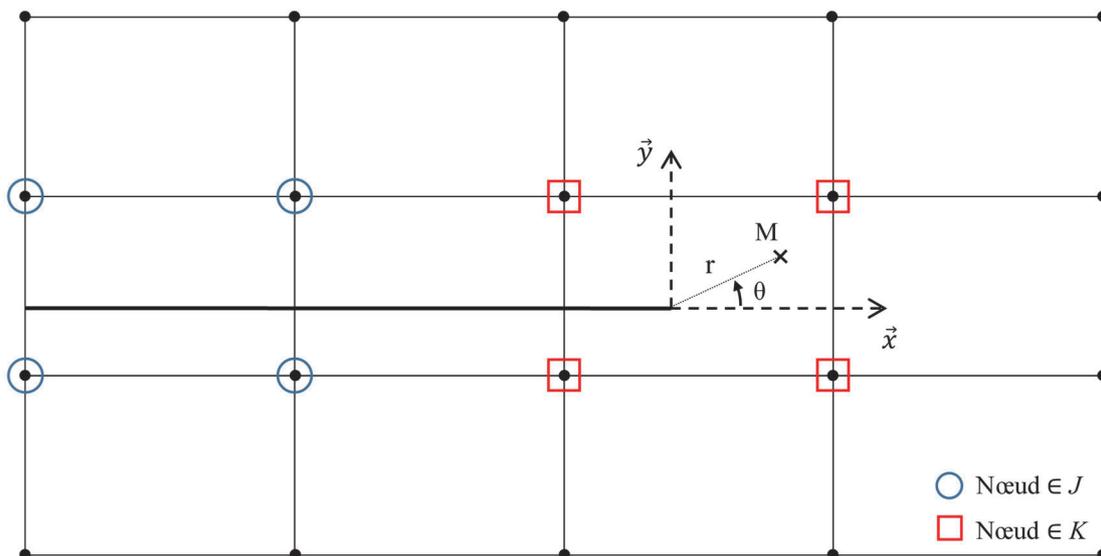


Figure III-33. Maillage 2D constitué de 12 éléments et comportant une fissure horizontale. Le repère local relatif à la pointe de fissure est tel que x soit dans le prolongement de la fissure.

La discontinuité du champ de déplacement au niveau des lèvres de la fissure peut être approchée au moyen d'une « fonction de saut ». Cette fonction H prend les valeurs -1 ou 1 suivant la position du point considéré par rapport à la fissure. Pour le cas simple décrit par la [Figure III-33](#), cela donne (dans le repère local orienté suivant la pointe de fissure)

$$H(\mathbf{X}) = H(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{pour } y > 0 \\ -1 & \text{pour } y < 0 \end{cases} \quad (\text{III-7})$$

où \mathbf{X} est le vecteur position du point M considéré. L'approximation du champ de déplacement près des lèvres de la fissure devient alors

$$\mathbf{u} = \sum_{i \in I} \mathbf{u}_i \phi_i(\mathbf{X}) + \sum_{j \in J} \mathbf{b}_j \phi_j(\mathbf{X}) H(\mathbf{X}) \quad (\text{III-8})$$

où I est l'ensemble des nœuds du domaine et J est l'ensemble des nœuds dont un des supports est coupé par la fissure. Les paramètres \mathbf{b}_j sont les degrés de liberté supplémentaires associés à cet enrichissement.

La singularité en pointe de fissure peut efficacement être modélisée par des fonctions asymptotiques construites à partir des fonctions F_l suivantes, inspirées des solutions analytiques issues de la mécanique linéaire de la rupture

$$\{F_l(r, \theta)\} = \left\{ \sqrt{r} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right), \sqrt{r} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right), \sqrt{r} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin \theta, \sqrt{r} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin(\theta) \right\} \quad (\text{III-9})$$

où r et θ sont les coordonnées polaires dans le repère local en pointe de fissure (cf. [Figure III-33](#)).

En associant ces deux types d'enrichissement, l'approximation du champ de déplacement autour d'une fissure prend alors la forme suivante

$$\mathbf{u} = \sum_{i \in I} \mathbf{u}_i \phi_i(\mathbf{X}) + \sum_{j \in J} \mathbf{b}_j \phi_j(\mathbf{X}) H(\mathbf{X}) + \sum_{k \in K} \phi_k(\mathbf{X}) \left(\sum_{l=1}^4 \mathbf{c}_k^l F_l(\mathbf{X}) \right) \quad (\text{III-10})$$

où les paramètres \mathbf{c}_k^l sont les degrés de liberté supplémentaires associés à l'enrichissement asymptotique. K est l'ensemble des nœuds appartenant aux éléments incluant la pointe de fissure et J est l'ensemble des nœuds dont le support est coupé par la fissure et n'appartenant pas à K . Sur la [Figure III-33](#), J et K sont identifiés respectivement par les nœuds entourés par des cercles et des carrés.

Cette approximation de \mathbf{u} prend en compte à la fois la discontinuité et la singularité propres au champ de déplacement autour d'une fissure, tout en s'appuyant sur un maillage complètement indépendant de la position et de la géométrie de cette fissure.

4.2.2. Méthode des nœuds au quart [Barsoum 1974]

La méthode employée ici pour traiter la discontinuité du champ de déformation est la plus naturelle : créer un maillage qui est, lui aussi, discontinu le long de la fissure. La fissure est alors considérée comme une surface de contact entre deux domaines d'un même solide. Cela implique qu'avant déformation les nœuds définissant cette fissure soient superposés deux à deux, *i.e.* un appartenant à chacun de ces domaines (cf. Figure III-34).

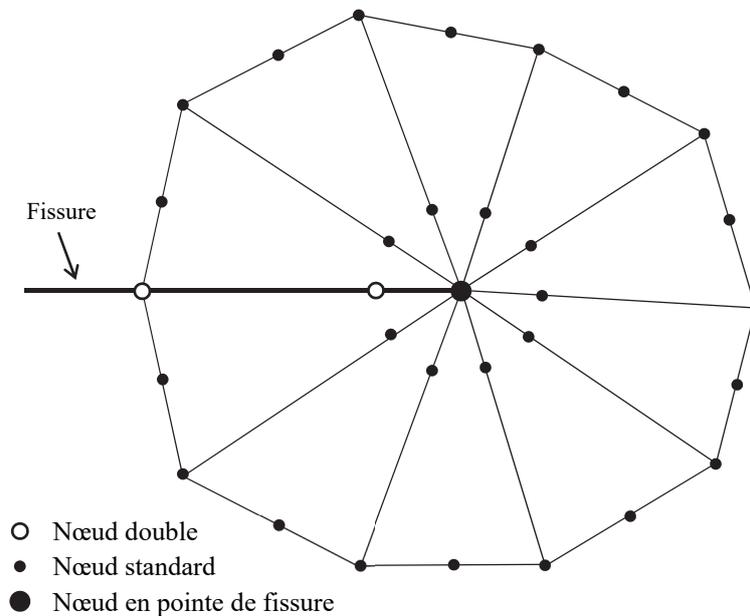


Figure III-34. Maillage par la méthode des nœuds au quart au voisinage de la pointe de fissure. Distribution radiale d'éléments dégénérés tout autour de la pointe de fissure.

La particularité de cette méthode réside dans sa manière d'approcher la singularité en pointe de fissure. Elle se base sur des éléments finis dégénérés. Ces éléments sont construits, par exemple, à partir d'un élément standard du second ordre à 8 nœuds en deux étapes (Figure III-35) :

1. Faire tendre la longueur d'un des côtés vers 0, de manière à superposer les trois nœuds associés (Figure III-35, phases 1 à 3). Ce nœud triple est celui qui sera positionné sur la pointe de fissure.
2. Sur les deux côtés portant ce nœud triple, décaler vers lui les nœuds milieu pour obtenir des nœuds au quart (Figure III-35, phases 4 et 5).

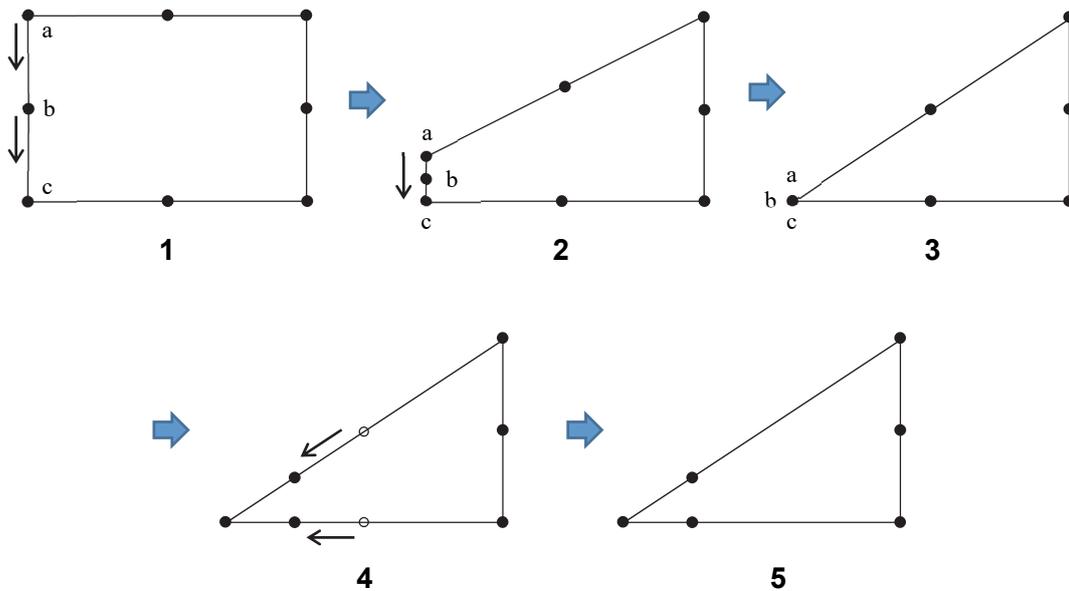


Figure III-35. Construction d'un élément dégénéré à nœuds au quart

Cette procédure permet de créer une singularité en déformation en $r^{-1/2}$ au voisinage du nœud triple, ce qui rend cet élément particulièrement adapté au champ proche d'une pointe de fissure. Toute la zone au voisinage de la pointe de fissure à modéliser doit être maillée par des éléments dégénérés. Ils sont ainsi distribués radialement tout autour de la pointe de fissure qui constitue le nœud triple de chacun d'eux, comme l'illustre la Figure III-34.

Cette méthode des nœuds au $\frac{1}{4}$ permet de traiter les problématiques de singularité et de discontinuité liées à la fissuration, sans faire appel à des fonctions d'enrichissement. Toutefois, elle nécessite un maillage à la fois hétérogène et fortement dépendant de la géométrie de la fissure.

4.3. Modélisation de l'essai

La simulation numérique a été réalisée sur le logiciel de simulation éléments finis Abaqus® 6.13 qui possède ces deux méthodes de maillage spécifiques aux fissures. La méthode des nœuds au $\frac{1}{4}$ requiert un maillage hétérogène et très dépendant de la géométrie de la fissure (Figure III-36). Dans le cas des éléments XFEM, singularités et discontinuités peuvent être localisées en tout point de l'élément (*i.e.* pas forcément sur les nœuds). Ainsi, il n'est pas nécessaire d'affiner le maillage en pointe de fissure. De plus, le maillage peut être construit sans aucune contrainte liée à la position ou la géométrie de la fissure, atout d'autant plus intéressant lorsque la fissure n'est pas droite (ce qui sera parfois le cas dans notre étude). Ainsi, un maillage XFEM simple, régulier et grossier (Figure III-37) suffira, dans la plupart des cas, à obtenir des résultats convenables. Pour des raisons de simplicité et d'efficacité, nous avons donc opté pour les éléments de type XFEM pour modéliser des géométries de fissure quelconques.

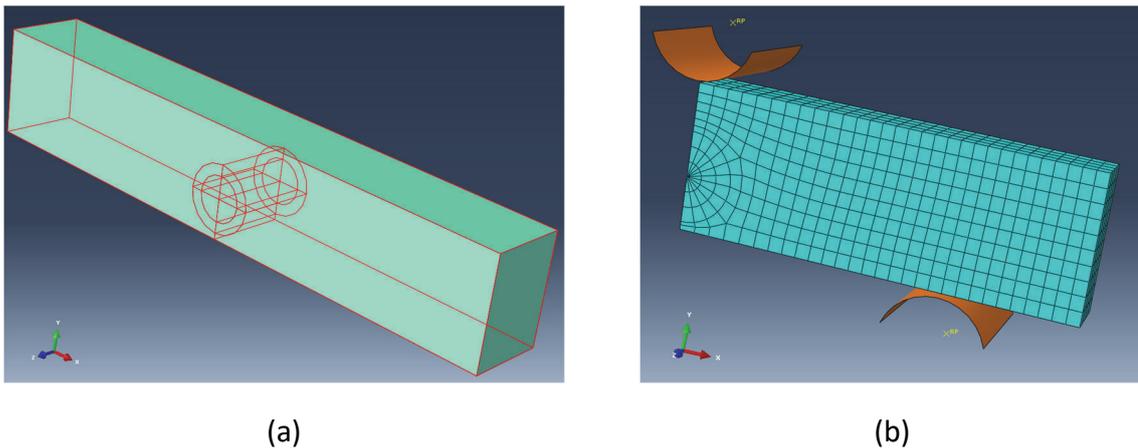


Figure III-36. Exemple de partitions (a) et de maillage (b) nécessaires à la modélisation d'une fissure droite par la méthode « des nœuds au $\frac{1}{4}$ » dans Abaqus®

Le problème est modélisé en 3 dimensions et dans sa totalité, *i.e.* pas de plan de symétrie possible du fait du caractère quelconque de la fissure. Le matériau du modèle suit un comportement proche du verre métallique massif à base Zr étudié : élastique linéaire, isotrope ($E = 816$ GPa, $\nu = 0.37$) et homogène. En effet, compte tenu des dimensions de l'éprouvette (grandes comparées au rayon de la zone plastique r_y) et de la sollicitation de flexion, son caractère plastique est négligeable. Les appuis inférieurs et supérieurs sont construits à partir de surfaces cylindriques rigides. Le frottement aux contacts, qui a peu d'influence sur le résultat, est de type Coulomb avec un coefficient de 0.1. La poutre est un parallélépipède de dimension 30mm x 5.25mm x 3.75mm comportant un maillage régulier (Figure III-37-b) à base d'éléments

parallélépipédiques de type hexaèdre linéaire à 8 nœuds à intégration réduite (C3D8R). Concernant les conditions aux limites, les appuis inférieurs sont encastrés et l'appui supérieur a pour seul degré de liberté la translation verticale (*i.e.* suivant Y). La charge appliquée sur l'appui supérieur est l'effort à la rupture enregistrée lors de l'essai monotone afin d'obtenir la valeur critique des facteurs K_I , K_{II} et K_{III} .

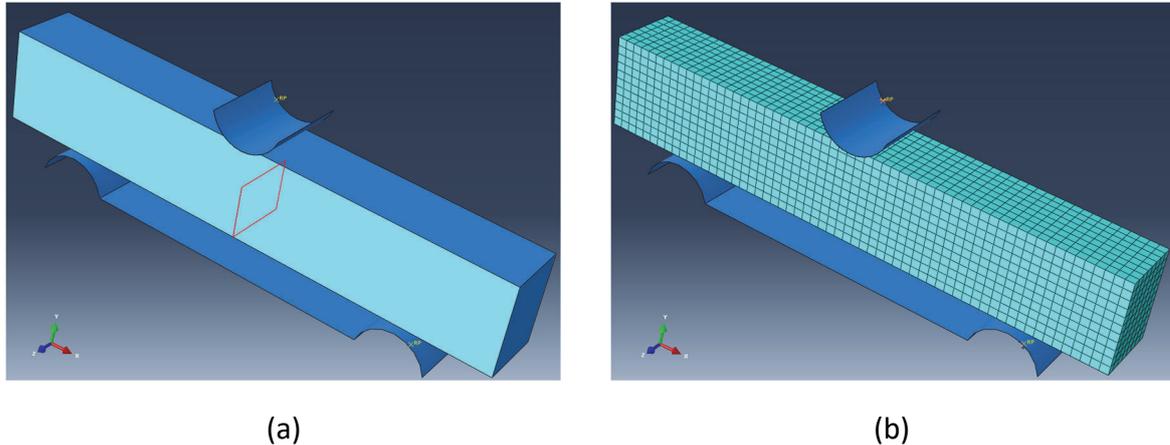


Figure III-37. Exemple de partitions (a) et de maillage (b) nécessaire à la modélisation d'une fissure droite avec des éléments XFEM dans Abaqus®

Pour l'essai de flexion 4 points dissymétrique la poutre a été modélisée de la même manière et pour les deux types de maillage étudiés : méthodes des nœuds au $\frac{1}{4}$ et XFEM (Figure III-38). Seule la géométrie des appuis inférieur et supérieur a été modifiée.

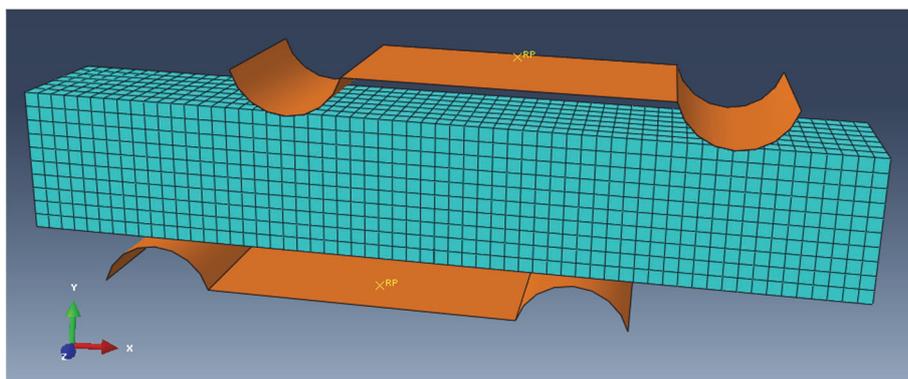


Figure III-38. Modélisation XFEM d'un essai de flexion 4 points dissymétrique sur éprouvette SENB

Comme le présentent les Figure III-39 et Figure III-40, l'ensemble { entaille + fissure } doit être modélisé par une fissure en au moins deux parties. Une première partie dans le plan de l'entaille, correspondant à l'entaille de longueur a_0 , et une seconde partie éventuellement inclinée, correspondant à la pré-fissure proprement dite. Les dimensions de la pré-fissure ont été, d'une part, mesurées par microscopie optique sur

l'éprouvette pré-fissurée, *i.e.* après la pré-fissuration par fatigue mais avant l'essai de rupture monotone et, d'autre part, sur les images MEB après rupture. La modélisation de la partie inclinée sera développée plus loin.

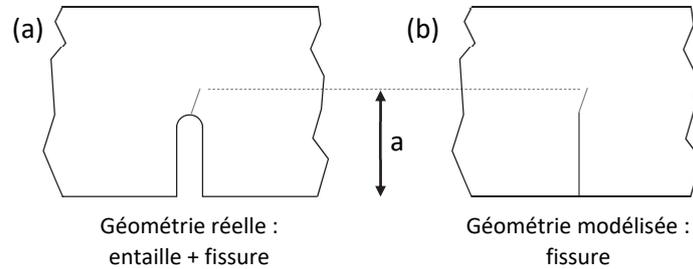


Figure III-39. Partie centrale de l'éprouvette : (a) réelle et (b) modélisée. Pour simplifier la modélisation, l'entaille est modélisée par une fissure (*i.e.* entaille de largeur nulle)

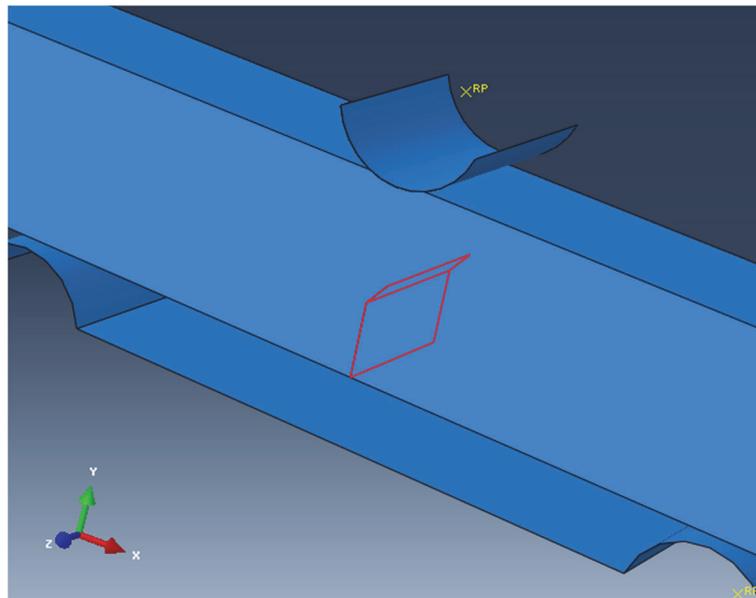


Figure III-40. Exemple de modélisation 3D d'une entaille prolongée par fissure inclinée

Le calcul de facteurs d'intensités de contrainte étant basé sur le calcul de l'intégrale-J au voisinage du front de fissure, il convient de définir le domaine sur lequel les éléments seront enrichis, et le nombre de contours sur lesquels cette intégrale sera calculée. Le nombre de contours est fixé à 6.

La base de données résultats fournie par Abaqus® est post-traitée via un script python qui en extrait deux informations principales :

- les valeurs de K_I , K_{II} et K_{III} sur chaque contour ;
- la moyenne de K_I , K_{II} et K_{III} sur l'ensemble des contours.

Les intégrales-J calculées sur les contours les plus proches du front de fissure sont erronées du fait de leur géométrie fortement distordue sous charge. De la même manière, les intégrales-J basées sur les nœuds ou éléments sur les surfaces libres de l'éprouvette sont à écarter. Ces contours ne seront donc pas pris en compte dans le calcul des moyennes.

4.4. Résultats

4.4.1. Validation pour une fissure droite à front droit

Dans un premier temps, des essais sur des éprouvettes munies d'une fissure dans le plan de l'entaille à front droit ont été simulés en flexions 3 points et 4 points dissymétriques. Ces problèmes simples ont l'avantage d'être décrits par des solutions analytiques (cf. Chapitre III, paragraphes 2.3.1 et 2.3.2) qui, dans l'optique de valider notre modélisation, peuvent ensuite être comparées aux résultats numériques.

Sur un même essai de flexion 3 points, la modélisation XFEM a été confrontée, d'une part, aux solutions analytiques citées précédemment (cf. Paragraphe 3.2.2- Page 178) et, d'autre part, à un calcul Abaqus® basé sur la méthode des nœuds au $\frac{1}{4}$ (éléments de 0.33 mm de taille moyenne). La [Figure III-41](#) présente les valeurs de K_I , obtenues par ces différentes méthodes, en fonction de la taille de la fissure. On remarque qu'en dessous de $a/w = 0.6$, les résultats sont tous très proches. Au-delà, les solutions numériques (nœuds au $\frac{1}{4}$ et XFEM) restent proches entre elles, mais divergent des solutions analytiques jusqu'à une erreur relative de 8%. Concernant les résultats XFEM, on remarque que la taille des éléments a une forte influence sur la courbe solution XFEM, qui se stabilise à partir d'éléments de 0.25 mm de côté.

Sur une même éprouvette, mais soumise à un essai de flexion 4 points dissymétrique, la modélisation XFEM a été confrontée à la solution analytique de [\[He & Hutchinson 2000\]](#) et à un calcul Abaqus® basé sur la méthode des nœuds au $\frac{1}{4}$. Les résultats du modèle XFEM ([Figure III-42](#)) montrent une très bonne correspondance avec les résultats issus des deux autres méthodes sur l'ensemble de la plage $a/w = 0$ à 1. La sensibilité à la finesse du maillage est de nouveau démontrée (pour des éléments de 0.33 mm de côté, l'erreur relative est inférieure à 2%).

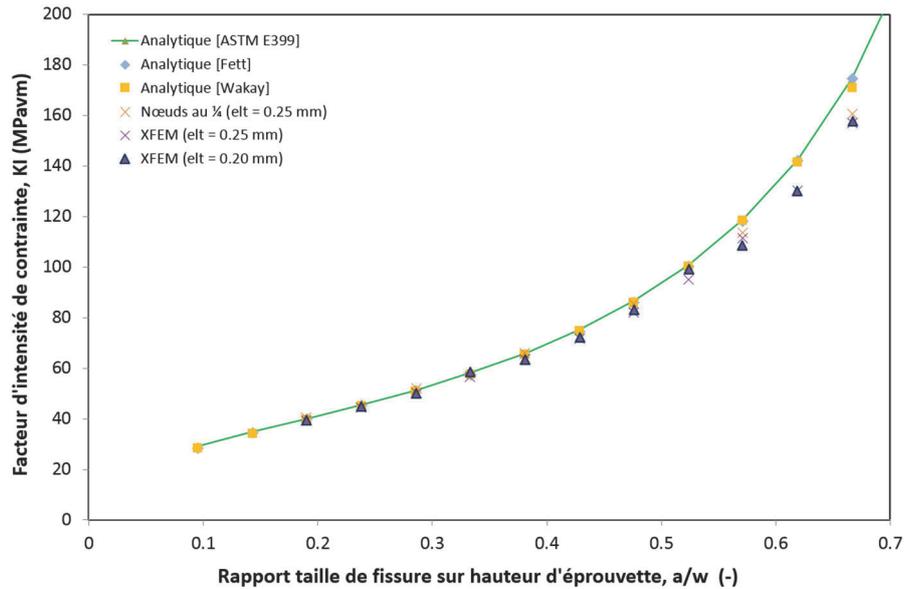


Figure III-41. Calcul du facteur d'intensité de contrainte en mode I (flexion 3 points) en fonction de la taille de la fissure. Résultats issus de formules analytiques (symboles pleins) et de calculs Abaqus® (symboles fins)

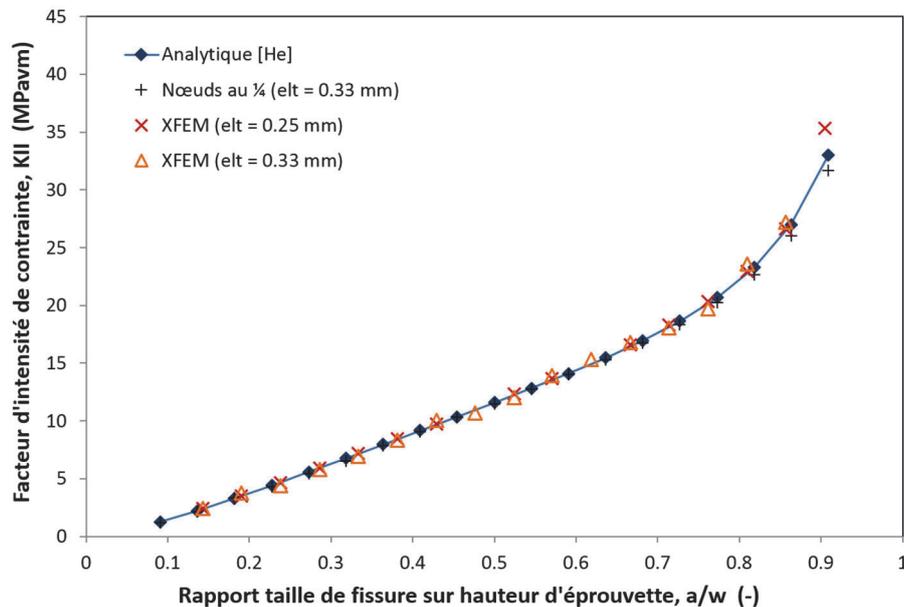


Figure III-42. Calcul du facteur d'intensité de contrainte en mode II (flexion 4 points dissymétrique) en fonction de la taille de la fissure - Résultats issus de la formule analytique de [He & Hutchinson 2000] et de calculs Abaqus (symboles fins)

Il est intéressant de remarquer que, si les courbes analytiques et numériques divergent clairement sur la [Figure III-41](#), elles sont au contraire quasiment superposées sur la [Figure III-42](#). Cette différence peut s'expliquer par les conditions aux limites de l'essai. En effet, en flexion 4 points dissymétrique, les appuis supérieurs sont suffisamment éloignés de la pointe de fissure (cf. [Figure III-43](#)) pour que les fortes hétérogénéités qu'ils engendrent dans le champ de contraintes ne perturbent pas le voisinage de celle-ci. A contrario, en flexion 3 points, une fissure suffisamment longue verra sa pointe s'approcher suffisamment de la zone de contact de l'appui central pour que les contraintes de son voisinage en soient perturbées (cf. [Figure III-44](#)). La similitude des réponses obtenues par les méthodes des nœuds au $\frac{1}{4}$ et XFEM prouve que cette divergence n'est pas imputable à l'enrichissement XFEM. De son côté, la méthode employée pour établir les formules analytiques (Boundary Collocation Method) implique une hypothèse forte : les appuis sont assimilés à des efforts ponctuels [[Fett 2008](#)]. Compte tenu de cette forte différence dans la modélisation des appuis, il n'est pas étonnant de voir diverger les résultats pour des configurations où le champ mécanique au voisinage de l'appui central interagit fortement avec celui du front de fissure.

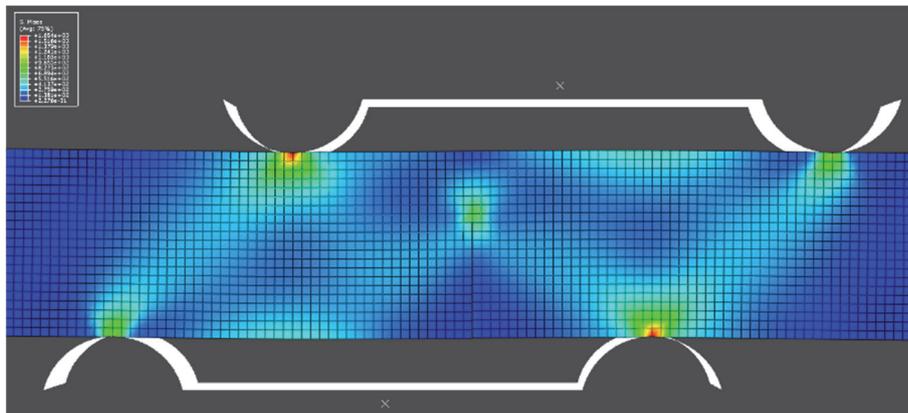


Figure III-43. Champ de contraintes (eq. VM) pendant un essai de flexion 4 points dissymétrique. La zone contact et le front de fissure génèrent de fortes hétérogénéités du champ de contrainte dans leur voisinage. Mais, du fait de leur éloignement, ceux-ci ne se perturbent pas entre eux quel que soit la taille de la fissure (ici $a=3.25\text{mm}$).

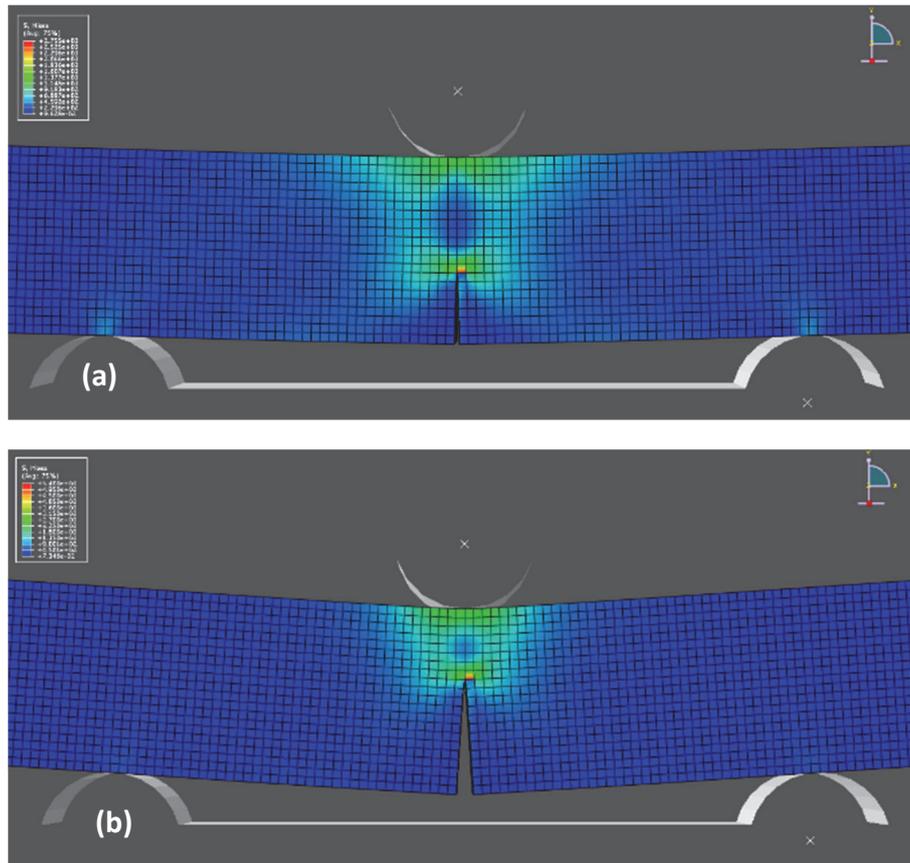


Figure III-44. Champ de contraintes (eq. VM) pendant un essai de flexion 3 points. La zone contact et le front de fissure génèrent de fortes hétérogénéités du champ de contrainte. Ces deux hétérogénéités : (a) se perturbent peu lorsque la fissure est courte ($a=2\text{mm}$), (b) se perturbent mutuellement au-delà d'une certaine taille (ici $a=3.25\text{mm}$)

Ces résultats nous permettent de valider notre modélisation par la méthode XFEM des essais de flexion 3 points (jusqu'à $a/w=0,6$) et de flexion 4 points dissymétriques (pour toute longueur de fissure) pour un maillage de dimension élémentaire inférieure à 0.25 et 0.33 mm respectivement.

4.4.2. Calcul pour une fissure quelconque

L'objectif de cette partie est de déterminer, via une simulation numérique XFEM, l'état critique en pointe de fissure (*i.e.* la valeur des facteurs d'intensité de contrainte en mode I et II) pour une fissure quelconque dans une éprouvette sollicitée en flexion 3 points. Nous allons pour cela nous appuyer sur des éprouvettes dont le calcul de K_{Ic} n'a pas été possible dans la partie précédente, en raison de la géométrie non conventionnelle de leur fissure.

4.4.2.1. Calcul de la ténacité de l'éprouvette B-II-3

Le premier essai pris comme modèle, et qui servira de base pour les suivants, est l'essai réalisé sur l'éprouvette B-II-3, car sa pré-fissure n'est pas dans le plan de l'entaille et son front est à la fois incliné et non rectiligne. En effet, les dimensions des fissures débouchant sur chaque face de l'éprouvette, qui ont été mesurées avant rupture via un microscope optique équipé d'une caméra, n'ont pas les mêmes valeurs sur les faces A et B (la Figure III-45-a regroupe les dimensions principales de l'éprouvette et la Figure III-45-b celles relative à la fissure). De plus, les facies de rupture sur les images MEB de la Figure III-46 montrent également que la fissure ne se propage pas uniformément dans l'épaisseur.

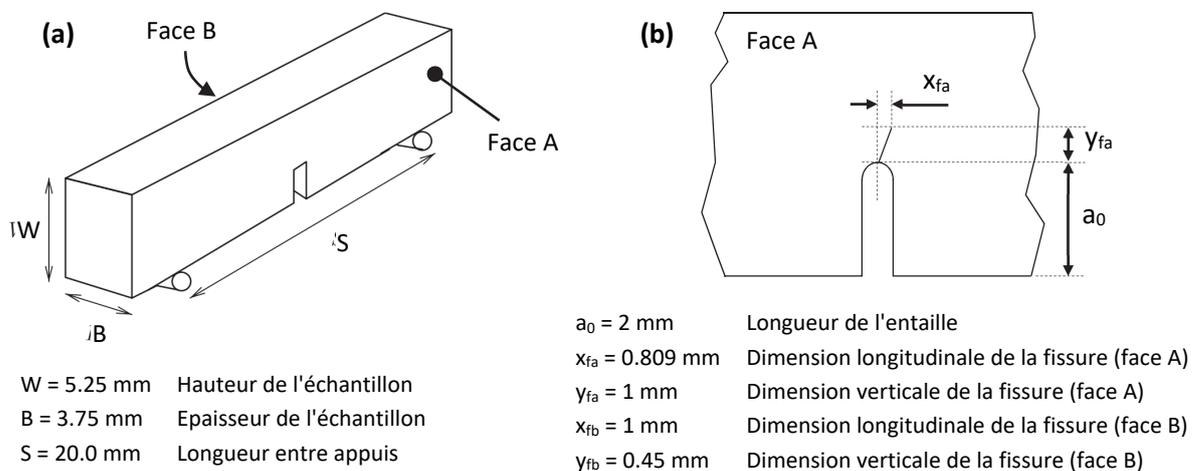


Figure III-45. Géométrie de l'éprouvette B-II-3 : (a) Dimensions générales de l'éprouvette, (b) Dimensions relatives à l'entaille et à la fissure inclinée sur la face A

Afin de mettre en évidence l'influence de la géométrie de la fissure de notre modèle sur les résultats numériques, plusieurs géométries ont été utilisées dans la simulation. Dans le but de faciliter la modélisation de la fissure en 3 dimensions, deux simplifications ont été faites : i) la fissure est plane, ii) son front est rectiligne. En prenant en compte, ou non, l'inclinaison de la fissure et celle du front de fissure, on obtient les quatre types de géométrie présentés dans la Figure III-47 : FDD, FDI, FID et FII.

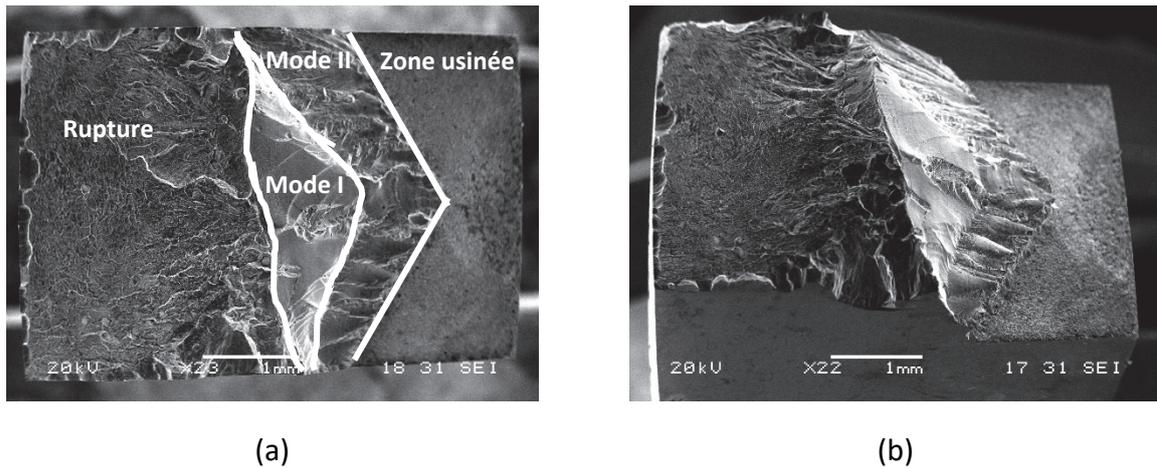


Figure III-46. Images MEB de la surface de rupture de l'éprouvette B-II-3 illustrant : (a) le front de fissure en vue de dessus, (b) l'inclinaison de la fissure en vue de $\frac{3}{4}$

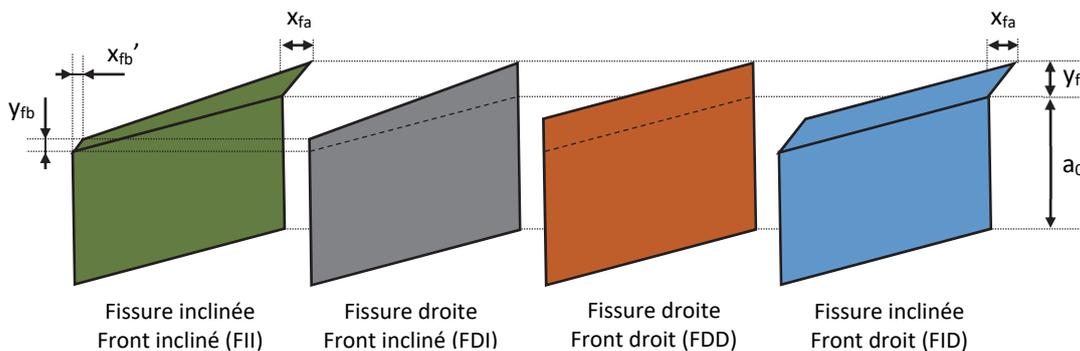


Figure III-47. Les différentes géométries de la fissure. L'entaille est toujours représentée par un rectangle de hauteur a_0 dans le plan de l'entaille.

Une fissure est dite droite (et notée D) si elle est entièrement dans le plan de l'entaille. Le front de fissure est dit droit (et noté D) s'il est perpendiculaire aux deux grandes faces de l'éprouvette (faces A et B). Dans le cas contraire, ils sont dits inclinés (et notés I). Par conséquent, la géométrie la plus simple (FDD) est un rectangle dans le plan de l'entaille, et la géométrie la plus fidèle à la réalité est une fissure inclinée comportant un front de fissure incliné (FII). La **Figure III-47** décrit les 4 géométries ainsi construites. Il est à noter que l'angle d'inclinaison de la pré-fissure modélisée est défini à partir des observations de la face où la fissure débouchante est la plus longue, *i.e.* la face A. Par conséquent, l'inclinaison sur la face B de notre modèle ne correspond pas à celle observée sur la face B de l'éprouvette réelle, *i.e.* les dimensions x_{fb} et x_{fb}' sont différentes. Cela explique que la coordonnée x_{fb} n'intervienne pas dans la définition de la géométrie des configurations FDI et FII (cf. **Figure III-47**). La charge appliquée dans la simulation est celle mesurée à la rupture, *i.e.* $P_{max} = 2500$ N. Précisons que les trois

appuis sont centrés, non pas sur l'entaille, mais sur le front de fissure comme lors des essais. La **Figure III-48-a** illustre la modélisation de l'essai pour une fissure de type FII et la **Figure III-48-b**, les résultats fournis par Abaqus® en terme de champ de contraintes (eq. VM). Pour chaque géométrie, la simulation a été reproduite pour plusieurs tailles de maille, avec des éléments compris entre 0.2 et 0.35mm de côté. Les résultats ont montré une bonne reproductibilité, preuve d'une faible sensibilité des résultats à la longueur caractéristique des éléments. Afin d'alléger les figures, un seul de ces résultats numériques pour chaque cas sera présenté dans la suite.

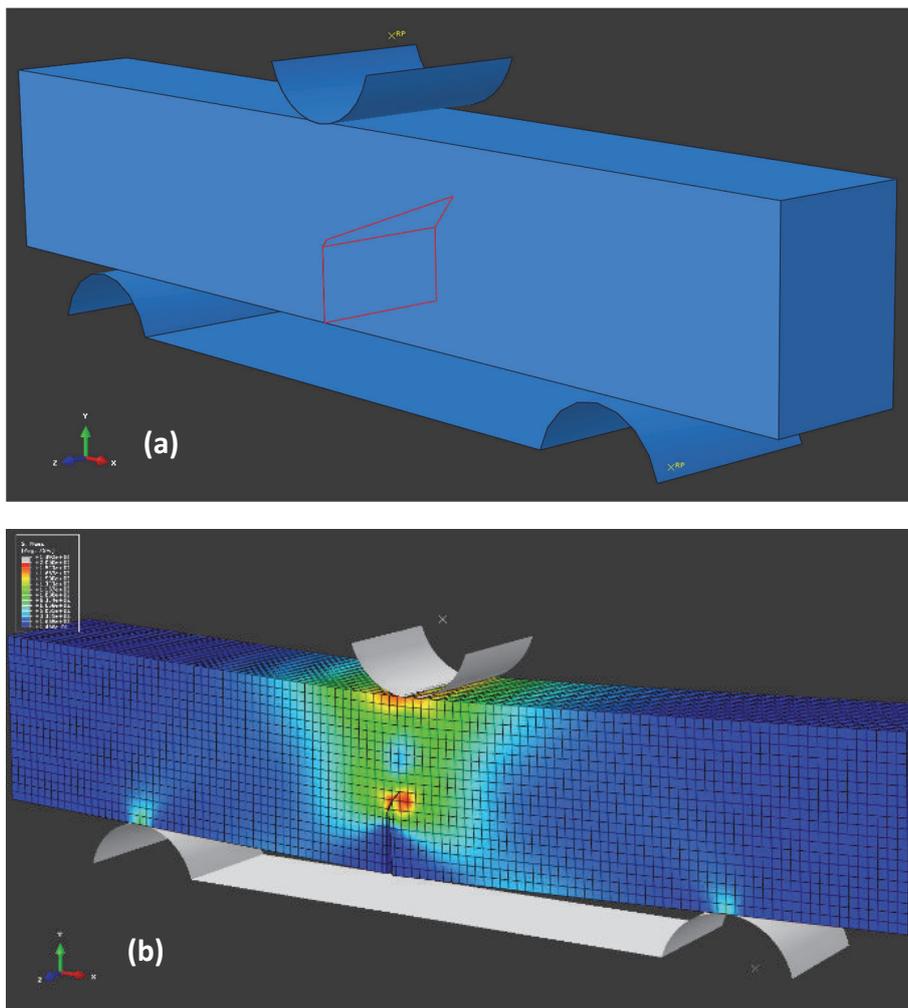


Figure III-48. (a) Géométrie du modèle avec la fissure de type FII, (b) Champ de contraintes (eq. VM) résultat pour une charge de 2500 N

Les **Figure III-49** et **Figure III-50** décrivent l'évolution des facteurs d'intensité de contraintes en modes I et II dans l'épaisseur des éprouvettes (*i.e.* le long du front de fissure) pour chacune des 4 géométries de fissure modélisées. Les valeurs de K_{III} n'ont pas été affichées car elles sont négligeables dans tous les cas étudiés. Ces résultats

suscitent plusieurs remarques concernant l'influence de l'inclinaison de la fissure et celle de l'inclinaison du front de fissure.

▪ **Influence de l'inclinaison de la fissure :**

Les Figure III-49-a et Figure III-49-c montrent que, lorsque la fissure est dans le plan de l'entaille, K_{II} est négligeable dans toute l'épaisseur du fait du mode d'ouverture en mode I. La prise en compte de l'inclinaison de la fissure dans les configurations FID et FII, implique un mode d'ouverture mixte de la fissure suivant les modes I et II. Les fissures inclinées FID (Figure III-49-a) et FII (Figure III-49-c) présentent alors une diminution de K_I et une augmentation de K_{II} par rapport à leurs équivalents dans le plan de l'entaille, *i.e.* respectivement FDD (Figure III-49-a) et FDI (Figure III-49- c).

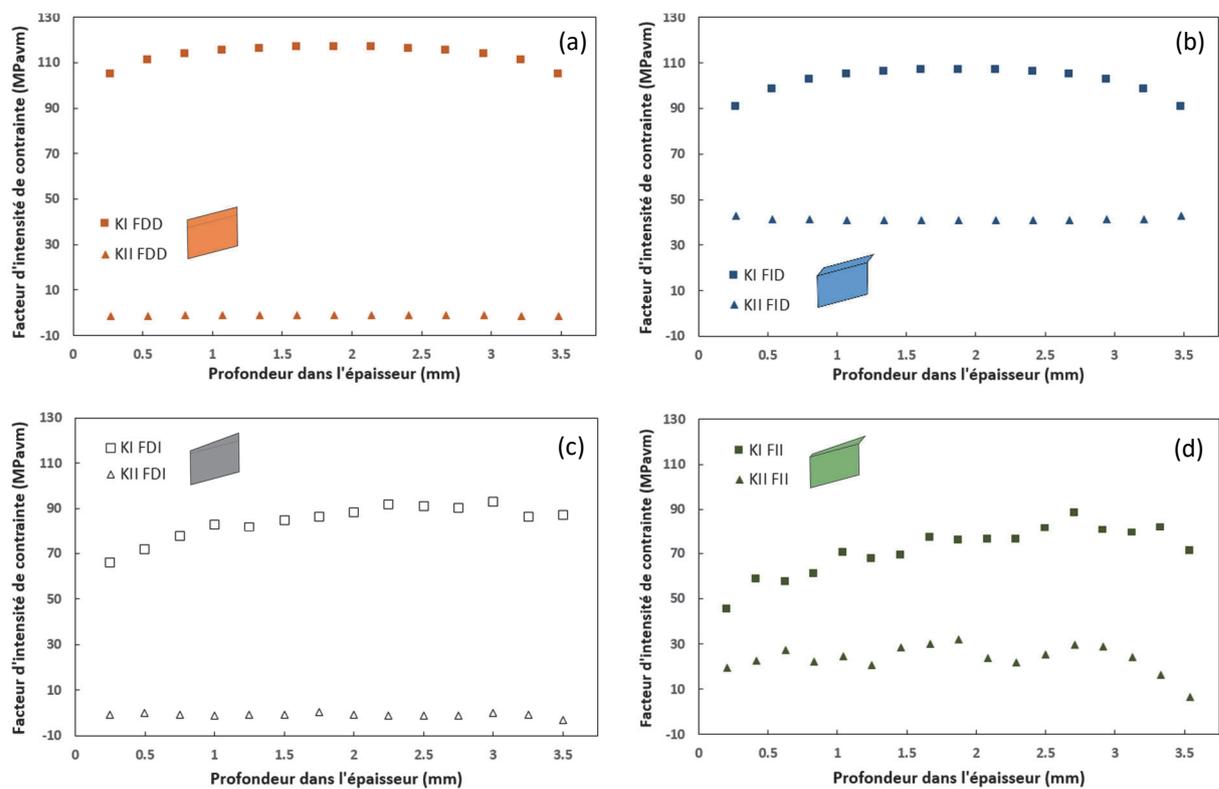


Figure III-49. Variation des facteurs d'intensité de contraintes en mode I et II dans l'épaisseur des éprouvettes pour les 4 géométries de fissure modélisées

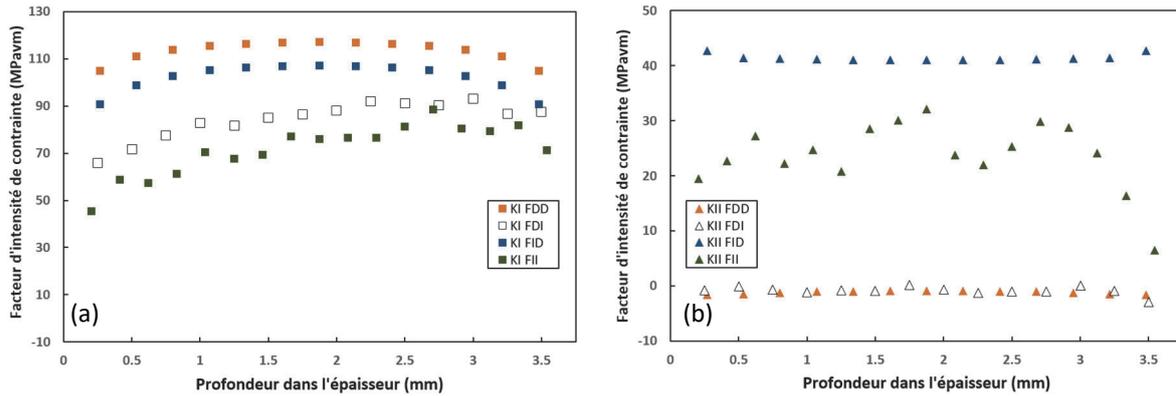


Figure III-50. Comparaison des facteurs d'intensité de contraintes dans l'épaisseur pour les 4 géométries de fissure modélisées : (a) en mode I, (a) en mode II

▪ **Influence de l'inclinaison du front de la fissure :**

Un front de fissure incliné entraîne une dissymétrie dans la répartition des valeurs de K_I le long du front de fissure (Figure III-49-c, -d). L'effet sur les valeurs de K_{II} est moins marqué et seulement visible sur la configuration FII (Figure III-49-d). La prise en compte de l'inclinaison se traduit également par une diminution non négligeable des valeurs moyennes de K_I et K_{II} par rapport à la configuration équivalente avec un front de fissure droit (clairement visible sur la Figure III-50-a et la Figure III-50-b). Ce résultat s'explique par le fait que la fissure est en moyenne moins profonde dans la configuration « front incliné ». Il est, en revanche, plus étonnant d'observer une forte diminution sur les valeurs maximales puisque, dans les deux configurations comparées, la profondeur maximale projetée de la fissure est la même. Cette observation nous interroge sur la pertinence de construire nos géométries à front droit sur les dimensions maximales, et nous amène à considérer de nouvelles géométries, FDD* et FID* décrites en Figure III-51, basée sur les valeurs moyennes des dimensions mesurées sur l'éprouvette réelle.

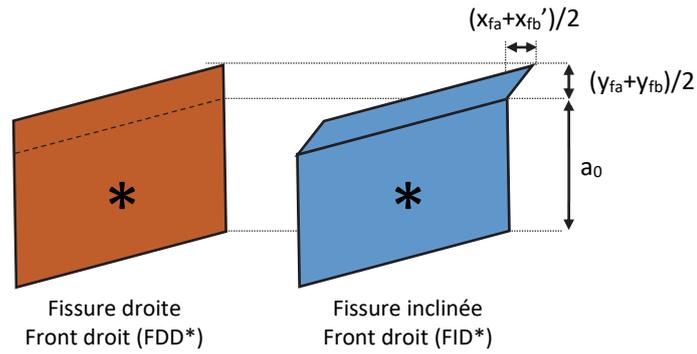


Figure III-51. Géométries FDD* et FID*, correspondant aux versions « moyennes » des fissures à front droit de types FDD et FID. L'astérisque permet de les différencier visuellement.

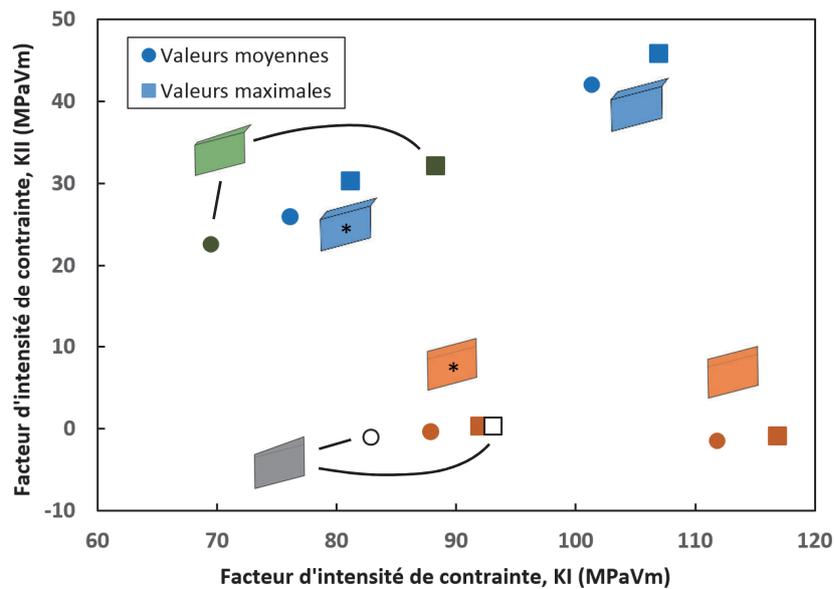


Figure III-52. Facteurs d'intensité de contraintes maximums et moyens en mode I et II pour les 6 géométries de fissure modélisées. Les configurations FDD* et FID* basées sur des dimensions moyennes sont marquées d'un astérisque.

Tableau III-13. Facteurs d'intensité de contraintes maximums et moyens en modes I et II pour les 6 géométries de fissure modélisées

| Géométrie | Valeurs moyennes (MPa.m ^{1/2}) | | Valeurs maximales (MPa.m ^{1/2}) | |
|-------------|--|-----------------|---|-----------------|
| | K _I | K _{II} | K _I | K _{II} |
| FDD | 112 | -1.55 | 117 | -0.94 |
| FDD* | 87.9 | -0.37 | 92.0 | 0.22 |
| FDI | 82.9 | -1.06 | 93.2 | 0.219 |
| FID | 101 | 42.0 | 107 | 45.8 |
| FID* | 76.1 | 26.0 | 81.2 | 30.2 |
| FII | 69.5 | 22.5 | 88.3 | 32.1 |

Afin de comparer plus globalement ces différentes configurations, comparons les résultats précédents et ceux associés aux géométries FDD* et FID*, en terme de valeurs moyennes et maximales, grâce à la [Figure III-52](#). Chaque point de cette figure correspond à l'état critique en pointe de fissure (K_I en abscisse et K_{II} en ordonnée) pour le type de géométrie considéré. Les valeurs moyennes et maximales, regroupées dans le [Tableau III-13](#), sont déterminées pour l'ensemble des valeurs obtenues le long du front de fissure (hormis ceux à la surface). Ils illustrent bien la diversité des résultats obtenus suivant le type de modélisation choisi, qui peut être résumée en trois points.

- Les géométries à front droit basées sur les dimensions maximales mesurées sur l'éprouvette réelle, entraînent une probable surévaluation des résultats numériques de K_I et K_{II} (en valeur moyenne comme en valeur maximale).
- Les géométries à front droit basées sur les dimensions moyennes mesurées sur l'éprouvette réelle, donnent des résultats numériques de K_I et K_{II} proches de leurs équivalents à front incliné (en valeur moyenne comme en valeur maximale).
- La non prise en compte de l'inclinaison de la fissure dans le modèle a deux conséquences sur les résultats numériques :
 - les valeurs de K_{II} deviennent négligeables ;
 - les valeurs de K_I sont surévaluées.

▪ **Interprétation des résultats :**

Pour en revenir à notre but premier, la caractérisation mécanique de l'éprouvette B-II-3, nous sélectionnons les résultats associés à la configuration FII (présentés dans la [Figure III-53](#)) qui est la plus fidèle à la géométrie réelle. Une fois ce choix arrêté, il reste encore à déterminer les valeurs de K_I et K_{II} qui doivent être associées à la ténacité du matériau.

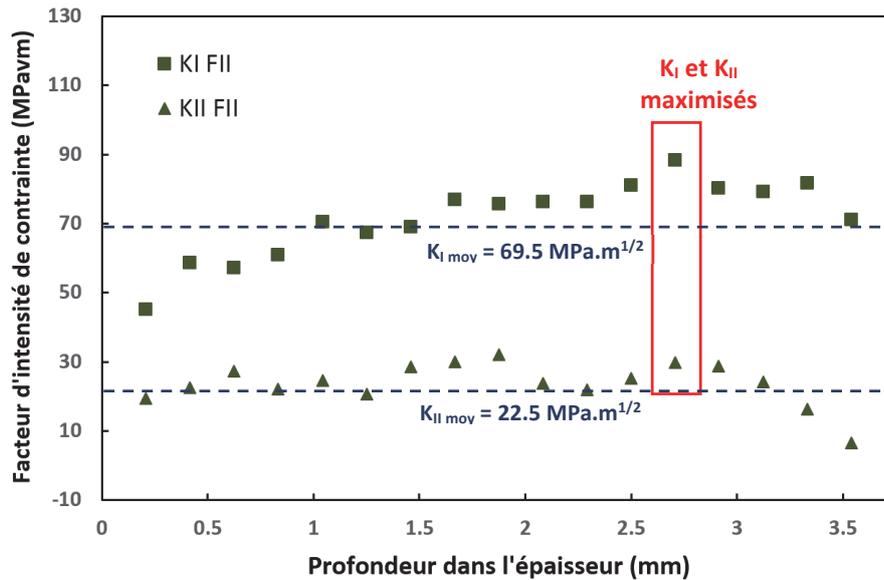


Figure III-53. Variation des facteurs d'intensité de contraintes en modes I et II dans l'épaisseur de l'éprouvette de géométrie FII

Trois possibilités s'offrent alors à nous.

1. On prend les valeurs de K_I et K_{II} correspondant à l'endroit où la propagation brutale de la fissure s'est initiée. Malheureusement, les observations des images MEB des faciès de rupture n'ont permis, sur aucune éprouvette, de mettre en évidence ces lieux d'amorce.
2. En faisant l'hypothèse que la rupture brutale s'amorce dans une zone où les facteurs d'intensité de contraintes sont maximums, on sélectionne les valeurs K_I et K_{II} en conséquence. On obtient ici : $K_{I\max} = 88.3 \text{ MPa.m}^{1/2}$ et $K_{II\max} = 29.8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (entourés en rouge sur la [Figure III-53](#)). Toutefois, K_I et K_{II} n'étant pas forcément maximums au même endroit, cette méthode n'est pas toujours applicable.
3. Comme le préconise expérimentalement la norme [\[ASTM E 399-12 2013\]](#), on choisit la valeur moyenne sur l'ensemble de l'épaisseur. Il est important de

noter que cette norme s'applique uniquement si la fissure est plane et si sa longueur ne s'écarte pas de plus de 10 % de sa valeur moyenne. Notons qu'ici, cette dernière condition est satisfaite. On obtient ici : $K_{I\text{moy}} = 69.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ et $K_{II\text{moy}} = 22.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$

La dernière méthode étant la plus proche de la norme, et la seule véritablement applicable dans tous les cas, nous prendrons les valeurs de K_I et K_{II} correspondantes comme ténacité mesurée par cet essai :

Ténacité du B-II-3 : $K_I = 69.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$; $K_{II} = 22.5 \text{ MPa.m}^{1/2}$; $K_{III} = 0 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

4.4.2.2. Calcul de la ténacité de l'éprouvette B-II-4

L'éprouvette B-II-4 comporte une fissure dont la géométrie est du même type que celle de B-II-3, comme le montre la Figure III-54. L'éprouvette a donc été modélisée avec une fissure de type FII, à partir des dimensions mesurées sur l'éprouvette avant et après la rupture et regroupées dans la Figure III-55.

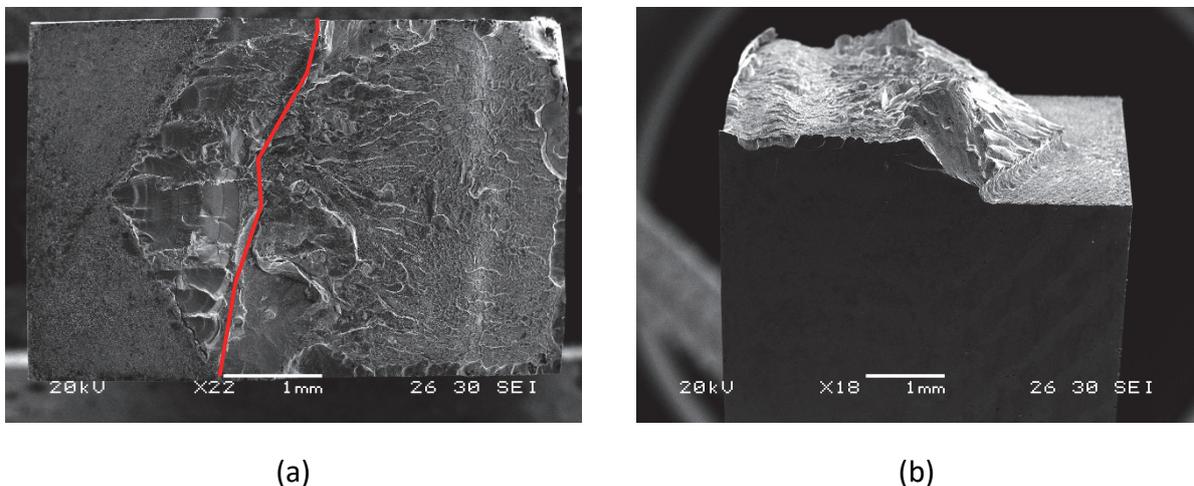


Figure III-54. Images MEB du facies de rupture de l'éprouvette B-II-4 illustrant : (a) le front de fissure en vue de dessus, (b) l'inclinaison de la fissure en vue de $\frac{3}{4}$

Les résultats correspondant à une charge à la rupture de 3500 N sont présentés par la Figure III-56 pour deux tailles de maille (0.22 et 0.27 mm) parmi les 4 testées afin de montrer la reproductibilité des résultats. L'allure générale des courbes K_I et K_{II} rappelle celle de l'éprouvette B-II-3. D'ailleurs, l'inclinaison du front, plus prononcée ici,

entraîne une variation plus importante de K_I dans l'épaisseur. En associant à nouveau la ténacité de l'éprouvette aux valeurs moyennes, on obtient :

Ténacité du B-II-4 : $K_I = 86.6 \text{ MPa.m}^{1/2}$, $K_{II \text{ moy}} = 16.7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ et $K_{III} = 0 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

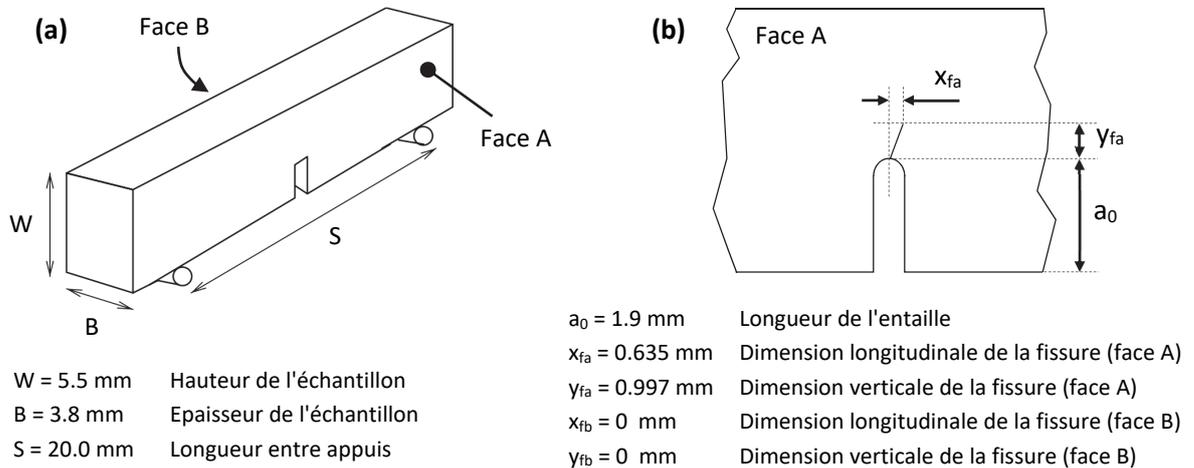


Figure III-55. Géométrie de l'éprouvette B-II-4. (a) Dimensions générales de l'éprouvette. (b) Dimensions relatives à l'entaille et à la fissure inclinée sur la face A.

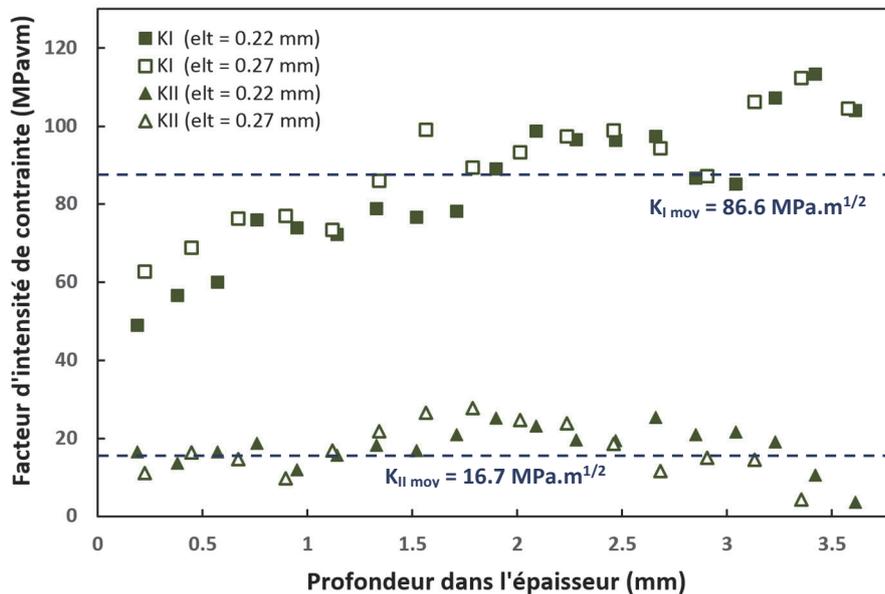


Figure III-56. Variation des facteurs d'intensité de contraintes en mode I et II dans l'épaisseur de l'éprouvettes B-II-4 pour deux tailles de maille : 0.22 et 0.27 mm.

4.4.2.3. Calcul de la ténacité de l'éprouvette B-II-5 - fissure à front non-rectiligne

L'éprouvette B-II-5 comporte un front de fissure fortement non-rectiligne comme le montre la **Figure III-57**. Cette forte dissymétrie est probablement due à l'usinage imparfait de l'entaille, dont le chevron est excentré par rapport au milieu de l'éprouvette. Même si la fissure de l'éprouvette B-II-5 est dans le plan de l'entaille, elle ne peut pas pour autant être modélisée par les méthodes présentées précédemment.

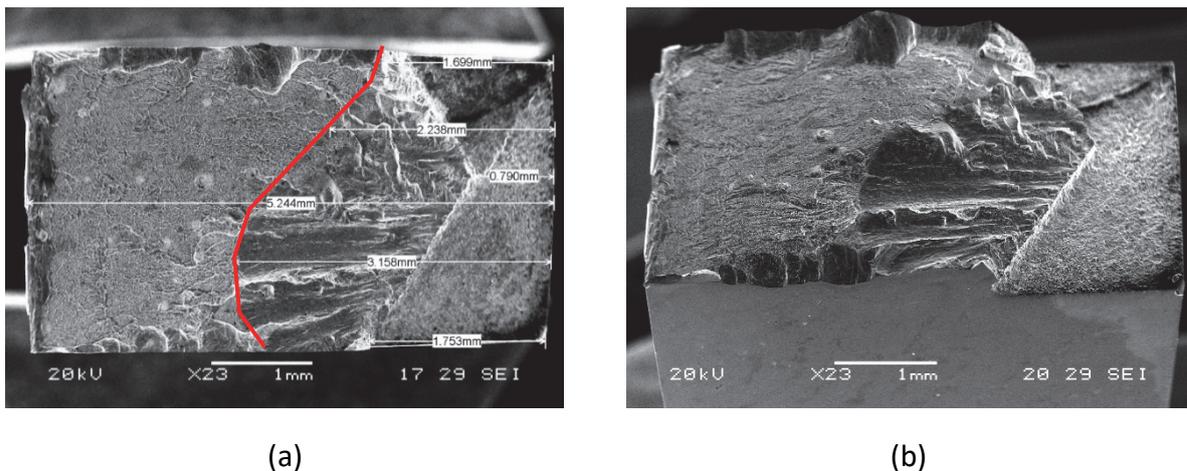


Figure III-57. Images MEB du faciès de rupture de l'éprouvette B-II-5 illustrant : (a) la fissure dont le front est fortement non rectiligne, (b) sa propagation dans le plan de l'entaille

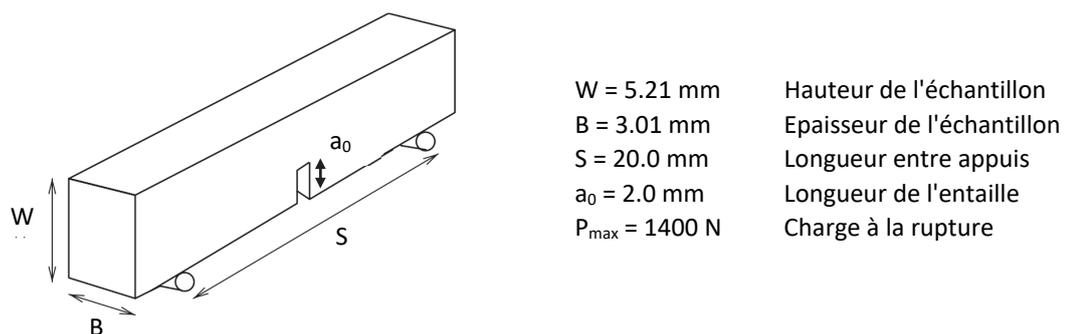


Figure III-58. Dimensions de la géométrie extérieure de l'éprouvette B-II-5

La fissure a donc été modélisée (cf. **Figure III-59**) par une fissure plane munie d'un front de fissure construit à partir des dimensions de la fissure, mesurées par MEB. Les résultats, correspondant à une charge à la rupture de 1400 N, sont présentés par la **Figure III-60**. La valeur de K_I varie fortement dans l'épaisseur suivant une allure

rappelant le profil du front de fissure. K_{II} est, quant à lui, négligeable du fait de la planéité de la fissure.

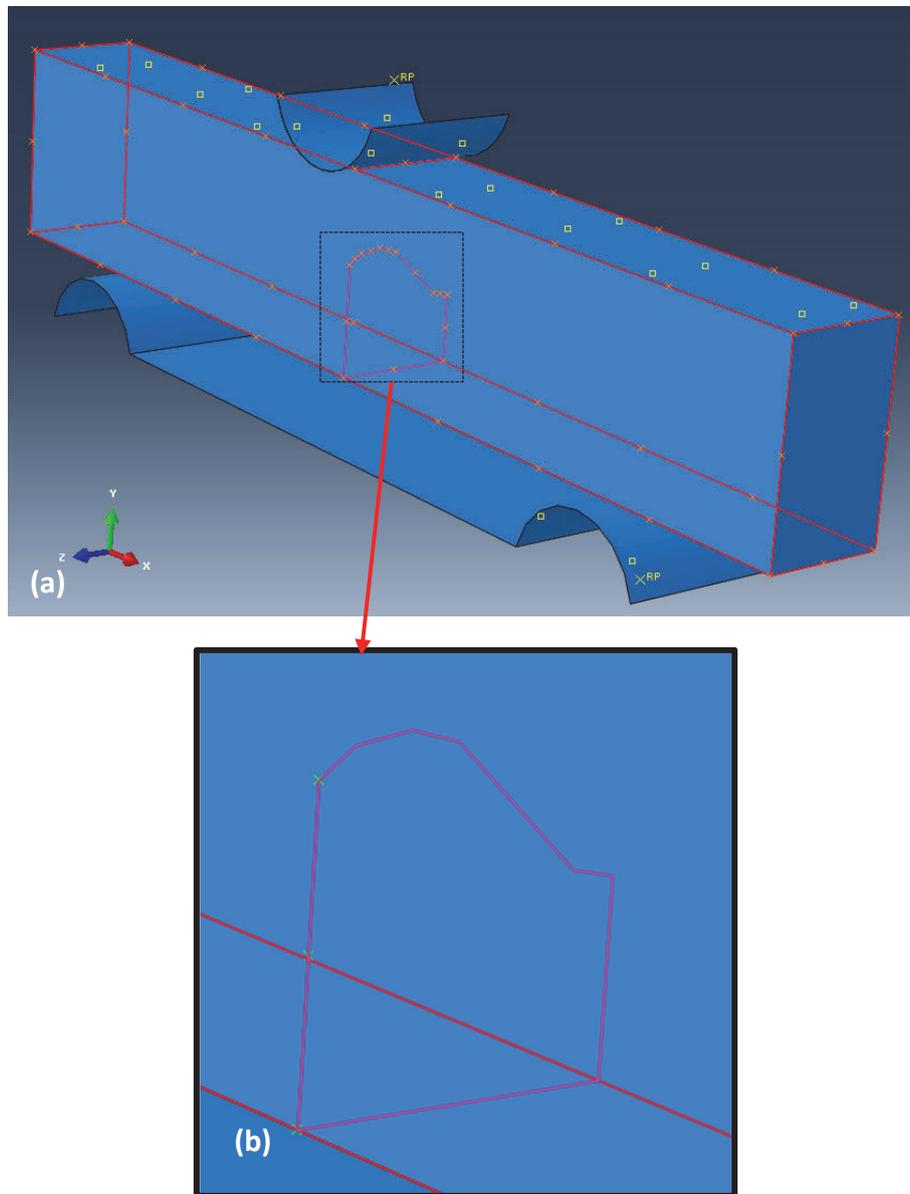


Figure III-59. Modélisation de la fissure de l'éprouvette B-II-5. La fissure est dans le plan de l'entaille, mais son front est fortement non rectiligne.

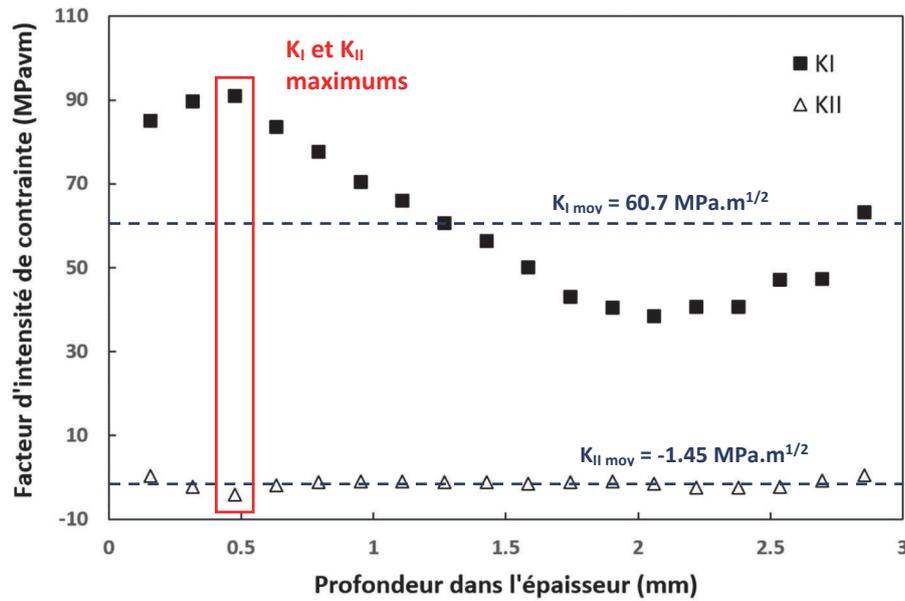


Figure III-60. Variation des facteurs d'intensité de contraintes en modes I et II dans l'épaisseur de l'éprouvettes B-II-5.

Comme nous l'avons fait avec les fissures inclinées précédemment, nous pouvons interpréter les résultats en terme de maximums (en valeurs absolues) ou de moyennes. La ténacité peut ainsi être caractérisée par les grandeurs suivantes :

Tableau III-14. Facteurs d'intensité de contraintes moyens et maximums de B-II-5

| Eprouvette | Valeurs moyennes (MPa.m ^{1/2}) | | Valeurs maximales (MPa.m ^{1/2}) | |
|------------|--|-----------------|---|-----------------|
| | K _I | K _{II} | K _I | K _{II} |
| B-II-5 | 60.7 | -1.45 | 90.9 | -4.17 |

Nous choisissons une nouvelle fois la méthode préconisée par l'[ASTM E 399-12 2013], même si la condition sur la rectitude du front attendue n'est ici pas respectée :

Ténacité du B-II-5 : $K_I = 60.7 \text{ MPa.m}^{1/2}$; $K_{II} = -1.45 \text{ MPa.m}^{1/2}$; $K_{III} = 0 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

4.5. Bilan sur la ténacité de l'ensemble des éprouvettes

Les valeurs de ténacité de l'ensemble des éprouvettes testées sont regroupées dans la [Figure III-61-a](#) sous la forme de points de coordonnées K_I et K_{II} . Nous y avons placé à la fois les valeurs issues des formules analytiques et les résultats numériques. Notons que pour chacune des trois éprouvettes aux géométries non conventionnelles on propose deux valeurs de ténacité reliées par une ligne pointillée. La première, issue de la formule analytique que nous savons pourtant peu pertinente. La deuxième, résultat des simulations numériques présentées juste avant.

Bien que les valeurs soient globalement relativement dispersées, les éprouvettes comportant des fissures inclinées (B-II-3 et B-II-4) se démarquent clairement des autres. Leurs K_{IC} analytiques sont fortement surévalués, puisqu'ils sont bien plus grands que ceux des autres éprouvettes du lot B (à fissure dans le plan de l'entaille), et plus grands même que ceux des verres sans défaut. Ils peuvent donc être écartés de notre discussion. A contrario, B-II-5 donne des résultats numérique et analytique très proches bien que son front de fissure soit fortement non rectiligne. La simulation suggère donc ici que la formule analytique reste pertinente pour ce type de géométrie. Afin d'alléger la figure pour la suite, nous conserverons uniquement le résultat numérique pour cette éprouvette également, ce qui nous donne la [Figure III-61-b](#).

La grande reproductibilité des résultats concernant les éprouvettes normalisées du lot B (B-I, B-II-1 et B-II-2) suggère que la ténacité en mode I de ce verre est proche de 72 MPa.m^{1/2}. Cela implique que le caractère non rectiligne du front de fissure de B-II-5 entraîne une sous-évaluation de sa ténacité aussi bien avec la méthode standard que par la simulation XFEM qui, pourtant, prend en compte cette particularité géométrique.

Par contre, les valeurs associées aux éprouvettes B-II-3 et B-II-4, dont la fissure l'éloigne fortement du plan d'entaille, sont plus délicates à interpréter. Ces deux éprouvettes, soumises à un mode mixte en pointe de fissure, montrent effectivement une valeur de K_{II} non négligeable. Mais, chose plus surprenante, elles affichent également une meilleure résistance à la propagation de fissure (à longueur de fissure équivalente).

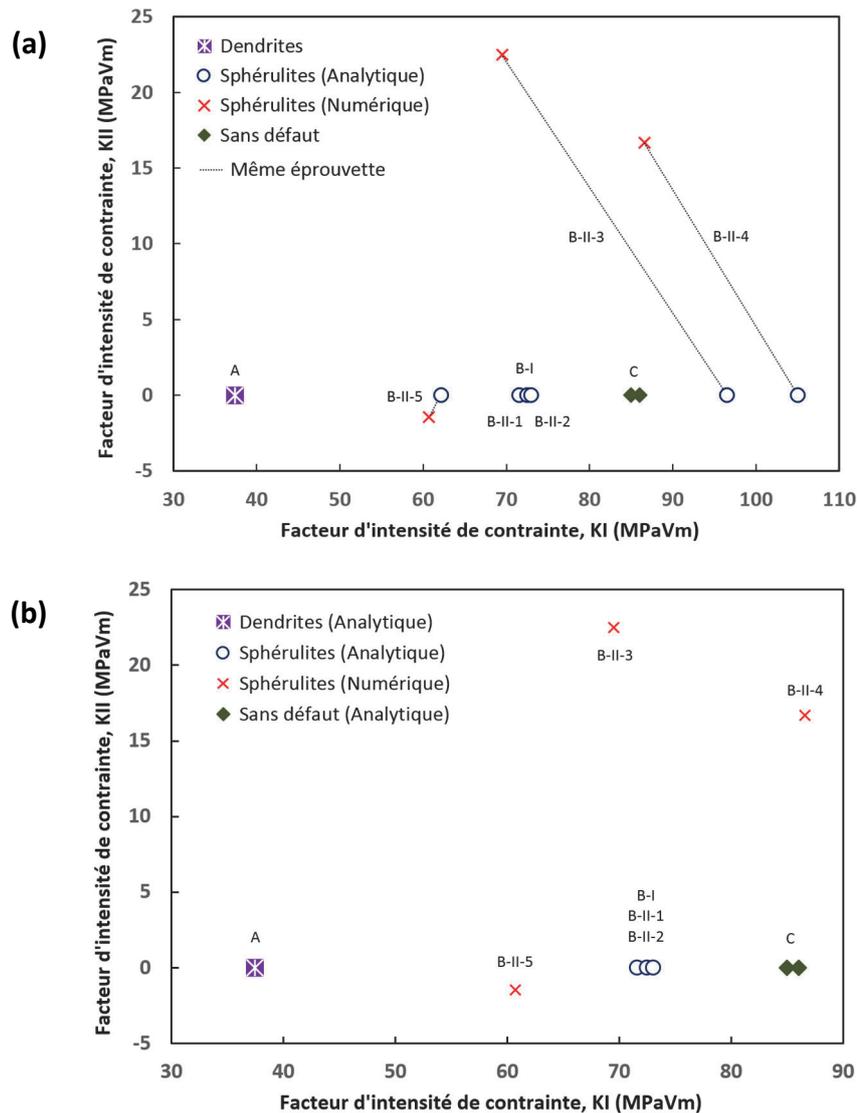


Figure III-61. Facteurs d'intensité de contraintes en mode I et en mode II analytiques et numériques. a) Tous les résultats. b) Sans les valeurs analytiques des éprouvettes non conformes vis-à-vis de la norme.

Ce constat est moins étonnant si l'on regarde de plus près la géométrie très accidentée de leur fissure. Malgré nos efforts pour approcher au mieux celle-ci par la géométrie de nos modèles numériques, nous ne pouvons être complètement confiants quant à ces résultats. On peut d'ailleurs se demander si associer un seul jeu de valeurs (K_I , K_{II} , K_{III}) pour de telles fissures a encore un sens. Si l'on fait l'hypothèse que oui, alors nos résultats montrent que l'inclinaison de la fissure, ne semble pas avoir d'influence sur la valeur à la rupture de K_I pour l'éprouvette B-II-3, voire, qu'elle l'augmente pour l'éprouvette B-II-4. Dans le cas contraire (plus raisonnable), il convient, soit d'écarter les résultats associés à ces éprouvettes non normalisées, soit de modéliser au plus près les caractères hors-plan de la fissure et non-rectiligne du front de fissure. Mais si l'on suit cette dernière hypothèse, l'essai ne pourrait pas être associé à un des 3 modes

d'ouverture particuliers, ou même à un mode mixte simple. Et par conséquent, il ne serait plus pertinent d'en extraire un seul jeu de valeurs (K_I , K_{II} , K_{III}) pour caractériser la ténacité de notre verre métallique.

La Figure III-62, enfin, regroupe les résultats en lesquels nous avons le plus confiance, autrement dit, les éprouvettes dont les fissures restent dans le plan de l'entaille, *i.e.* dont la valeur de K_{II} est négligeable. On retrouve alors trois groupes de points qui correspondent à nos trois types de verres, que l'on peut alors classer dans l'ordre croissant de résistance :

- Alliage à défauts dendrite : $\sim 37 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- Alliage à défauts sphérolite : $\sim 62\text{-}72 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($62 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ étant moins vraisemblable que $72 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)
- Alliage sans défaut : $\sim 87 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

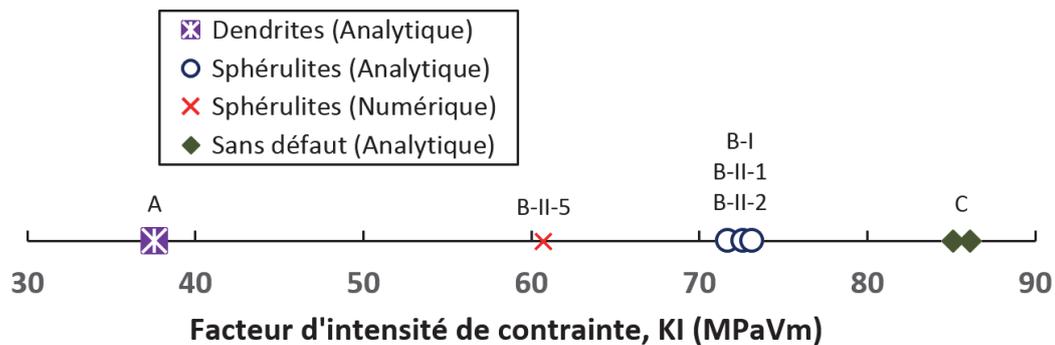


Figure III-62. Facteurs d'intensité de contraintes en mode I (les plus fiables)

4.6. Conclusion de la partie numérique

La géométrie trop singulière de certaines fissures rend inapproprié le calcul de la ténacité par les formules analytiques classiques. Pour les éprouvettes dans ce cas, la ténacité a été déterminée au moyen de simulations numériques basées sur des éléments XFEM qui prennent en compte les singularités et discontinuités inhérentes milieux fissurés. De plus, la simplicité du maillage sur lequel ils s'appuient rend les éléments XFEM particulièrement adaptés à la modélisation d'éprouvettes munies de fissures de géométrie quelconque.

De premières simulations numériques d'essais de flexion sur éprouvettes SENB basées sur des éléments XFEM ont été validées en confrontant ces résultats à des solutions à la fois analytiques et numériques (nœuds au $\frac{1}{4}$) sur des cas simples standards (fissure droite à front droit).

L'influence de deux paramètres géométriques des fissures, *i.e.* l'inclinaison de la fissure et celle du front de fissure, sur les valeurs numériques des facteurs d'intensité de contrainte le long du front de fissure a été évaluée et discutée.

Les simulations réalisées pour les fissures qui dévient du plan d'entaille prennent bien en compte la nature mixte de l'ouverture de fissure, *i.e.* K_{II} est non négligeable. Elles ont par contre montré une surestimation sensible de la valeur de K_I (comparé aux éprouvettes normalisées). Cet écart est vraisemblablement dû aux simplifications trop importantes de la géométrie modélisée des fissures, qui ne sont en réalité ni parfaitement planes, ni à front parfaitement rectiligne. Toutefois ces résultats s'avèrent meilleurs que ceux obtenus par les formules classiques, qui surestiment bien plus K_I et ne considèrent aucunement le mode II, *i.e.* K_{II} est nul.

Dans le cas des fissures dans le plan d'entaille mais à front fortement non rectiligne, les simulations numériques et les formules de ténacité classiques donnent des valeurs de K_I très proches et un K_{II} négligeable. Ces valeurs sont toutefois inférieures à celles, plus fiables, issues des éprouvettes normalisées.

Si les modélisations numériques basées sur les éléments XFEM permettent de simuler efficacement nos essais de ténacité, l'exploitation de leurs résultats est plus difficile. Effet, la pertinence de réduire les champs de contrainte très hétérogènes, puisqu'au voisinage d'un front de fissure fortement non rectiligne sur une fissure elle-même gauche, à un unique jeu de paramètres (K_I , K_{II} , K_{III}) se pose clairement.

Pour finir, si l'on écarte les valeurs considérées comme les moins fiables, nos trois types de verre se distinguent nettement par leur ténacité.

5. Conclusion

L'influence des procédés d'élaboration de verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) sur leur ténacité et leur comportement à la fissuration a été étudiée dans ce chapitre. Leur comportement à la fissuration varie notablement en fonction de la présence de défauts cristallins de différents types, imputables au niveau d'oxygène dans le matériau et au procédé de fabrication. Alors que, pour les échantillons comportant des défauts, l'amorçage et la propagation de fissure dans le plan de l'entaille sont réalisables par un essai de flexion 3 points classique, les verres à faible teneur en oxygène requièrent une sollicitation en mode II par flexion quatre points dissymétrique moins conventionnelle. Les valeurs de ténacité en mode I (K_{IC}) mesurées montrent que les verres sans défaut résistent mieux à la propagation de fissure, et atteignent une ténacité proche de $85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Figure III-63). Pour les éprouvettes comportant des fissures non conventionnelles, les simulations numériques permettent de mieux appréhender la réponse du matériau le long du front de fissure, mais ne fournissent pas pour autant une quantification pertinente de l'état critique à la rupture en terme de (K_I, K_{II}, K_{III}). L'ensemble de ces résultats montre que les défauts se formant dans les verres métalliques massifs $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) au cours de leur élaboration jouent un rôle important dans l'amorçage et la propagation des fissures, et entraîne plus généralement une fragilisation du matériau.

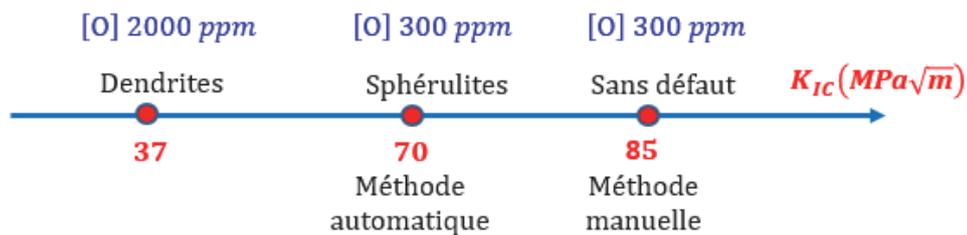


Figure III-63. Diagramme récapitulatif des résultats de ténacité pour les verres $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) de niveaux de pureté différents

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Les travaux présentés dans cette thèse de doctorat portent sur l'étude de la plasticité, de la fissuration et de la rupture d'un verre métallique massif $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}$ (at %) élaboré par notre collègue japonais, Y. Yokoyama à l'université du Tohoku au Japon. Les éprouvettes sont élaborées sous forme de barreaux cylindriques par une technique de coulée inclinée (tilt casting method) en utilisant un zirconium ultra-pur affiné à l'iodure. L'élaboration est effectuée manuellement ou par un procédé automatique.

Pour étudier le comportement plastique de ce matériau, des essais de compression diamétrale (essais brésiliens) sont effectués afin de s'affranchir du comportement élastique-fragile de ce type de matériau en sollicitation uniaxiale. Ainsi, nous avons pu observer une grande malléabilité au cours de ces essais brésiliens qui se sont, de plus, révélés extrêmement reproductibles.

L'utilisation de l'imagerie par microscopie électronique à balayage a permis de comprendre l'apparition et la propagation de bandes de cisaillement lors de sollicitations de compression diamétrale. Ces bandes de cisaillement s'initient depuis les deux contacts, augmentent en taille et en nombre avant de rejoindre le cœur de l'éprouvette. Ceci correspond à l'apparition d'un fort assouplissement de l'éprouvette, observable sur les courbes force-déplacement. Ces bandes se propagent alors dans l'éprouvette sous la forme d'un χ et vont dégénérer en fissures amenant à la rupture macroscopique.

Des essais brésiliens observés in-situ sous MEB sur des éprouvettes comportant de fines grilles ont permis de mesurer par corrélation d'images les champs de déplacement. Ceci a permis d'observer finement les bandes de cisaillement et de quantifier l'ordre de grandeur des niveaux de déformation plastique dans la zone corrélée proche du centre de l'éprouvette. La confirmation de l'existence de déformations très élevées (supérieures à 10 ou 1000 %) au sein des bandes est un clair apport de cette thèse.

La très bonne reproductibilité des réponses mécaniques des essais confinés que sont l'indentation instrumentée et l'essai brésilien nous a permis de tenter d'identifier les paramètres élastoplastiques d'une loi de comportement simple (élastoplasticité parfaite avec dépendance à la pression hydrostatique) pour ces matériaux. Les résultats de cette identification semblent indiquer que la loi proposée n'est pas

suffisamment riche et représentative pour reproduire les données de ces deux essais simultanément.

Pour étudier la fissuration et la rupture du verre métallique massif étudié, nous avons utilisé des éprouvettes de flexion entaillées. Ces études ont été effectuées sur les verres de compositions chimiques identiques, mais de différentes puretés ou issus de différentes méthodes de fabrication.

L'influence des procédés d'élaboration de verres métalliques massifs sur leur ténacité et leur comportement à la fissuration a été mise en évidence. Leur comportement à la fissuration varie notablement en fonction de la présence de défauts cristallins de différents types, imputables au niveau d'oxygène dans le matériau et au procédé de fabrication. Alors que pour les échantillons comportant des défauts l'amorçage et la propagation de fissure dans le plan de l'entaille sont réalisables par un essai de flexion 3 points classique en fatigue, les verres à faible teneur en oxygène requièrent une sollicitation en mode II par flexion quatre points dissymétrique moins conventionnelle.

L'analyse des faciès de rupture s'est avérée indispensable puisqu'elle a permis de distinguer les motifs qui correspondent à chaque mode de sollicitation de flexion (fatigue mode I, fatigue mode II ou flexion monotone) et d'étudier l'influence des défauts présents dans la matrice vitreuse sur la fissuration et la rupture de nos matériaux, mais également de déterminer la longueur de fissure, voire leur géométrie hors plan, le cas échéant.

La modélisation numérique des essais de flexion 3 points et 4 points dissymétrique par la méthode du nœud au quart et par la méthode XFEM a été effectuée. Elle a servi d'outil numérique capable de déterminer la ténacité de nos éprouvettes dans des cas simples (propagation de fissure dans le plan de l'entaille) et également de les approcher dans des cas plus complexes (propagation de fissure hors du plan de l'entaille, fissure non rectiligne...).

Le calcul de ténacité en mode I (K_{IC}) a été réalisé à partir des formules analytiques standards dans les cas simple (propagation de fissure dans le plan de l'entaille) et sur les simulations numériques dans les cas plus complexes (propagation de fissure hors du plan de l'entaille). Les valeurs de ténacité obtenues montrent que les éprouvettes sans défauts cristallins résistent mieux à la propagation de fissure, et atteignent une ténacité proche de $85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, alors que celles qui présentent les défauts dendritiques sont les plus fragiles avec une ténacité de $37 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Les éprouvettes comportant des défauts sphérulites se situent entre les deux, *i.e.* plus fragiles que celles sans défauts,

mais plus tenaces que celles avec défauts dendritiques. Leur ténacité a été mesurée autour de $70 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Ces résultats montrent que les défauts se formant dans les verres métalliques massifs $\text{Zr}_{55}\text{Cu}_{30}\text{Al}_{10}\text{Ni}_5$ (at %) au cours de leur élaboration jouent un rôle important dans l'amorce et la propagation des fissures, et entraîne plus généralement une fragilisation du matériau.

Les perspectives liées à ce travail de thèse de doctorat portent naturellement sur la plasticité, la fissuration et la transition entre ces deux phénomènes.

En ce qui concerne la plasticité et d'un point de vue macroscopique, nous envisageons d'utiliser une loi de comportement plus sophistiquée qui rende compte du comportement macroscopique des essais d'indentation instrumentée et de compression diamétrale. La présence de nombreuses bandes de cisaillement au sein desquelles les niveaux de déformation sont extrêmement élevés nécessite sans doute d'utiliser des lois prenant en compte un radoucissement. L'ajout des informations locales données par la corrélation d'images numériques est une piste claire même si la simulation numérique avec des comportements radoucissant pose des problèmes d'instabilité numérique.

L'utilisation de la corrélation d'images pour quantifier les champs de déplacement plans et les déformations associées permet d'estimer des niveaux de déformation extrêmement importants au sein des bandes de cisaillement. Il convient à présent d'affiner ces études et surtout de les exploiter, par exemple en déterminant les niveaux de déformation critiques liés à l'amorçage ou la propagation de fissures.

En ce qui concerne la fissuration, les méthodes d'investigation peuvent bien sûr se transposer à d'autres nuances de verres métalliques. L'influence du procédé de fabrication ou de la pureté des éprouvettes se révélera à coup sûr prépondérante pour utiliser de façon industrielle ces nouveaux matériaux. Si beaucoup de propriétés mécaniques se révèlent insensibles, ce n'est pas du tout le cas de la fissuration et de sa quantification par la mesure de ténacité. Ce peut être ainsi un moyen de tester la qualité de différents lots produits.

Il sera également intéressant d'étudier la fissuration en mode mixte par des essais permettant d'imposer un mode d'ouverture voulu et homogène, et non subi et hétérogène comme c'est le cas des essais de flexion sur les éprouvettes SENB dont la fissure s'écarte du plan d'entaille.

La tenue à la fatigue, qui était une ambition avouée de ce travail à son origine, n'a finalement pas été explorée du fait de la grande quantité d'informations récoltée sur les sujets de la plasticité et de la ténacité. C'est un sujet crucial qui reste néanmoins d'actualité et qui sera abordé via des essais d'auto-échauffement, nécessitant de connaître les couplages thermoplastiques au sein de ces matériaux et donc de bien maîtriser leurs lois de comportement.

REFERENCES

- Anderson T.L., 2005. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, Third Edition*, CRC - Taylor & Francis Group.
- Argon A.S., 1979. Plastic deformation in metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 27(1), pp.47–58.
- Ashby M.F. & Greer A.L., 2006. Metallic glasses as structural materials. *Scripta Materialia*, 54(3), pp.321–326.
- ASTM E 399–12, 2013. Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of of Metallic Materials 399-12. *The Annual Book of ASTM Standards*, 399, pp.1–33.
- Axinte E., 2012. Metallic glasses from “alchemy” to pure science: Present and future of design, processing and applications of glassy metals. *Materials and Design*, 35, pp.518–556.
- Bagley B.G. & DiSalvo F.J., 1973. The Low Temperature Magnetic Properties of Glassy and Crystalline Pd .775Cu.06Si.165 H. O. Hooper & A. M. de Graaf, eds. *Amorphous Magnetism*, pp.143–148.
- Barsoum R.S., 1974. Application of quadratic isoparametric finite elements in linear fracture mechanics. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 10, pp.603–605.
- Bei H. et al., 2006. Softening Caused by Profuse Shear Banding in a Bulk Metallic Glass. *Physical Review Letters*, 96(105503).
- Bei H. et al., 2009. Specimen Size Effects on Zr-Based Bulk Metallic Glasses Investigated by Uniaxial Compression and Spherical Nanoindentation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(7), pp.1735–1742.
- Bernard C., 2006. *Indentation et rhéologie de verres inorganiques de 20 à 700 ° C*. Thèse à l'Université de Rennes 1.
- Bornert M., 2013. CorrelManuV 1.65 - May 2013-Copyright 1999-2013 Michel Bornert.
- Brest J.S. et al., 2014. Insight into plasticity mechanisms in metallic glasses by means of a Brazilian test and numerical simulation. *Journal of Alloys and Compounds*, 586, pp.S236–S241.
- Brest J.-S., 2014. *Étude et modélisation du comportement mécanique de verres métalliques massifs*. Thèse à l'Université de Bretagne-Sud.
- Bruck H.A. et al., 1989. Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction. *Experimental Mechanics*, 29(3), pp.261–267.
- Cailletaud G. et al., 2007. *Notes de Cours Mécanique des Matériaux Solides*. Paris: Mines Paris-Paristech.
- Caris J. & Lewandowski J.J., 2010. Pressure effects on metallic glasses. *Acta Materialia*, 58(3), pp.1026–1036.

- Champion Y. & Blétry M., 2009. Propriétés mécaniques des verres métalliques. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux fonctionnels*, 2(N2 720).
- Charleux L. et al., 2014. A method for measuring the contact area in instrumented indentation testing by tip scanning probe microscopy imaging. *Acta Materialia*, 70, pp.249–258.
- Chen H.S., 1974. Thermodynamic considerations on the formation and stability of metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 22(12), pp.1505–1511.
- Cheng Y.T. & Cheng C.M., 2004. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 44(4-5), pp.91–150.
- Cohen M.H. & Turnbull D., 1959. Molecular transport in liquids and glasses. *Phys.*, 31(1164), p.9.
- Conner R.D. et al., 2003. Shear bands and cracking of metallic glass plates in bending. *Journal of Applied Physics*, 94(2), pp.904–911.
- Demetriou M.D. et al., 2011. A damage-tolerant glass. *Nature materials*, 10(2), pp.123–8.
- Dexet M., 2006. *Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium*. Thèse à l'Ecole Polytechnique.
- Donovan P.E., 1989. A yield criterion for Pd₄₀Ni₄₀P₂₀ metallic glass. *Acta Metallurgica*, 37(2), pp.445–456.
- Doumalin P., 2000. *Microextensométrie Locale par Corrélation d'Image Numérique*. Thèse à l'Ecole Polytechnique.
- Erno S., 2012. *Facilities for production of bulk amorphous metals, and evaluation thereof using alloy Zr₅₅Cu₃₀Al₁₀Ni₅*. Aalto University.
- Eshelby J.D., 1957. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 241(1226), pp.376–396.
- Fett T., 2008. *Stress Intensity Factors - T-Stresses - Weight Functions (Supplement Volume)*, Karlsruhe: KIT Scientific Publishing.
- Flores K.M. & Dauskardt R.H., 2001. Mean stress effects on flow localization and failure in a bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 49(13), pp.2527–2537.
- Fujita K. et al., 2007. Effects of loading rates, notch root radius and specimen thickness on fracture toughness in bulk metallic glasses. *Journal of Alloys and Compounds*, 435, pp.22–27.
- Grédiac M. & Hild F., 2011. *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*, Lavoisier.
- Greer A.L. et al., 2013. Shear bands in metallic glasses. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 74(4), pp.71–132.
- He M.Y. & Hutchinson J.W., 2000. Asymmetric Four-Point Crack Specimen. *Journal of Applied Mechanics*, 67(1), p.207.

- He Q. et al., 2012. Crack-resistance curve of a Zr-Ti-Cu-Al bulk metallic glass with extraordinary fracture toughness. *Acta Materialia*, 60(12), pp.4940–4949.
- He Q. et al., 2011. Locating bulk metallic glasses with high fracture toughness: Chemical effects and composition optimization. *Acta Materialia*, 59(1), pp.202–215.
- <http://abapy.readthedocs.org>, .
- http://en.wikipedia.org/wiki/Fracture_mechanics, .
- <http://gizmodo.com>, .
- <http://liquidmetal.com>, .
- <http://periodictable.com/Elements/040/data.html>, .
- <http://physicsworld.com>, .
- <http://web.ornl.gov>, .
- <http://www.jpl.nasa.gov>, .
- <http://www.mensup.fr>, .
- <http://www.metphys.mat.ethz.ch>, .
- Huang J.C. et al., 2009. Recent progress in metallic glasses in Taiwan. *Intermetallics*, 17(12), pp.973–987.
- Inoue A. et al., 1992. Mg-Cu-Y Bulk Amorphous Alloys with High Tensile Strength Produced by a High-Pressure Die Casting Method. *Material Transactions*, 33(10), pp.937–945.
- Inoue A., 2000. Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys. *Acta Materialia*, 48(1), pp.279–306.
- Irwin G.R., 1958. Fracture. *Encyclopedia of Physics*, 06, pp.551–590.
- Ishida M. et al., 2004. Fillability and Imprintability of High-strength Ni-based Bulk Metallic Glass Prepared by the Precision Die-casting Technique. *Materials Transactions*, 45(4), pp.1239–1244.
- James M.R. et al., 1990. A high accuracy automated strain-field mapper. *Experimental Mechanics*, 30(1), pp.60–67.
- Jiang Q.K. et al., 2012. Super elastic strain limit in metallic glass films. *Scientific reports*, 2, p.852.
- Johnson W.L. et al., 2002. Deformation and flow in bulk metallic glasses and deeply undercooled glass forming liquids - A self consistent dynamic free volume model. *Intermetallics*, 10(11-12), pp.1039–1046.
- Johnson W.L. & Samwer K., 2005. A universal criterion for plastic yielding of metallic glasses with a $(T/T_g)^{2/3}$ temperature dependence. *Physical Review Letters*, 95(19), pp.2–5.
- Kawamura Y. et al., 1999. High-strain-rate superplasticity due to Newtonian viscous flow in La₅₅Al₂₅Ni₂₀ metallic glass. *Materials Transactions Jim*, 40(8), pp.794–803.

- Keryvin V., Rouxel T., et al., 2008. Elastic moduli of a ZrCuAlNi bulk metallic glass from room temperature to complete crystallisation by in situ pulse-echo ultrasonic echography. *Journal of the Ceramixc Society of Japan*, 116(8), pp.851–854.
- Keryvin V. et al., 2007. Fatigue pre-cracking and toughness of the Zr55Cu30Al10Ni5 bulk metallic glass for two oxygen levels. *Scripta Materialia*, 57(2), pp.145–148.
- Keryvin V., 2007. Indentation of bulk metallic glasses: Relationships between shear bands observed around the prints and hardness. *Acta Materialia*, 55(8), pp.2565–2578.
- Keryvin V., Eswar Prasad K., et al., 2008. Temperature dependence of mechanical properties and pressure sensitivity in metallic glasses below glass transition. *Philosophical Magazine*, 88(12), pp.1773–1790.
- Keryvin V. et al., 2006. Toughness of Zr55Cu30Al10Ni5 bulk metallic glass for two oxygen levels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352(26-27), pp.2863–2868.
- Keryvin V. & Bernard C., 2007. Ténacité et pré-fissuration par fatigue de verres métalliques massifs ZrCuAlNi: influence de l'oxygène. In *Congrès Français de Mécanique*.
- Khanlari G.-R. et al., 2014. Quantification of strength anisotropy of metamorphic rocks of the Hamedan province, Iran, as determined from cylindrical punch, point load and Brazilian tests. *Engineering Geology*, 169, pp.80–90.
- Kim C.P. et al., 2009. Fracture toughness study of new Zr-based Be-bearing bulk metallic glasses. *Scripta Materialia*, 60(2), pp.80–83.
- Klement W. et al., 1960. Non-crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys. *Nature*, 187(4740), pp.869–870.
- Knuyt G. et al., 1986. Calculation of elastic constants for an amorphous metal and the influence of relaxation. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 16(12), p.1989.
- Kursumović A. et al., 1980. Changes in the Young's modulus during structural relaxation of a metallic glass. *Scripta Metallurgica*, 14(12), pp.1303–1308.
- Launey M.E. et al., 2008. Effects of free volume changes and residual stresses on the fatigue and fracture behavior of a Zr-Ti-Ni-Cu-Be bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 56, pp.500–510.
- Leamy H.J. et al., 1972. Plastic flow and fracture of metallic glass. *Metallurgical Transactions*, 3(3), pp.699–708.
- Lewandowski J.J. et al., 2005. Intrinsic plasticity or brittleness of metallic glasses. *Philosophical Magazine Letters*, 85(2), pp.77–87.
- Lewandowski J.J. & Greer A.L., 2006. Temperature Rise at Shear Bands in Metallic Glasses. *Nature Materials*, 5(1), pp.15–18.
- Liu L. et al., 2009. Biocompatibility of Ni-free Zr-based bulk metallic glasses. *Intermetallics*, 17(4), pp.235–240.
- Lowhaphandu P. et al., 1999. Effects of Superimposed Pressure on Flow and Fracture of Two Bulk Amorphous Metals. *Scripta Materialia*, 41(1), pp.19–24.

- Lu J. et al., 2003. Deformation behavior of the Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni₁₀Be_{22.5} bulk metallic glass over a wide range of strain-rates and temperatures. *Acta Materialia*, 51(12), pp.3429–3443.
- Lund A.C. & Schuh C.A., 2004. The Mohr–Coulomb criterion from unit shear processes in metallic glass. *Intermetallics*, 12(10-11), pp.1159–1165.
- Makino A. et al., 2007. Fe-Metalloid Metallic Glasses with High Magnetic Flux Density and High Glass-Forming Ability. *Materials Science Forum*, 561-565, pp.1361–1366.
- Moës N. et al., 1999. A finite element method for crack growth without remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 46, pp.131–150.
- Morito N. & Egami T., 1984. Internal friction and reversible structural relaxation in the metallic glass Fe₃₂Ni₃₆Cr₁₄P₁₂B₆. *Acta Metallurgica*, 32(4), pp.603–613.
- Mukai T. et al., 2002. Effect of strain rate on compressive behavior of a Pd 40 Ni 40 P 20 bulk metallic glass. *Intermetallics*, 10, pp.1071–1077.
- Nieh T.G. & Wadsworth J., 2006. Homogeneous deformation of bulk metallic glasses. *Scripta Materialia*, 54(3), pp.387–392.
- Oliver W.C. & Pharr G.M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(01), pp.3–20.
- Pampillo C.A. & Chen H.S., 1974. Comprehensive plastic deformation of a bulk metallic glass. *Materials Science and Engineering*, 13(2), pp.181–188.
- R. Labbens et al., 1974. Application de la théorie linéaire de la mécanique de la rupture aux structures métalliques épaisses. *Revue de Physique Appliquée*, 9, pp.587–597.
- Rice J.R., 1967. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, 35, pp.379–386.
- Ritchie R.O. et al., 2000. Fracture, fatigue and environmentally-assisted failure of a Zr-based bulk amorphous metal. *Intermetallics*, 8(5-6), pp.469–475.
- Rouxel T. et al., 2008. Poisson's Ratio and the Densification of Glass under High Pressure. *Physical Review Letters*, (100).
- Russek K. & Sommer F., 2003. Length and density changes of amorphous Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ alloys due to structural relaxation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 319(3), pp.289–296.
- Ruta B. et al., 2012. Atomic-Scale Relaxation Dynamics and Aging in a Metallic Glass Probed by X-Ray Photon Correlation Spectroscopy. *Physical Review Letters*, 109(16), p.165701.
- Schroers J. et al., 2007. Thermoplastic forming of bulk metallic glass—Applications for MEMS and microstructure fabrication. *Materials Science and Engineering*, 449-451, pp.898–902.
- Schuh C.A. et al., 2007. Mechanical behavior of amorphous alloys. *Acta Materialia*,

- 55(12), pp.4067–4109.
- Shi L. & Xu J., 2011. Mg based bulk metallic glasses: Glass transition temperature and elastic properties versus toughness. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(15), pp.2926–2933.
- Son K. et al., 2007. Process development of metallic glass wires by a groove quenching technique for production of coil springs. *Materials Science and Engineering*, A449-451, pp.248–252.
- Song S.X. et al., 2008. Flow serration in a Zr-based bulk metallic glass in compression at low strain rates. *Intermetallics*, 16(6), pp.813–818.
- Song S.X. & Nieh T.G., 2009. Flow serration and shear-band viscosity during inhomogeneous deformation of a Zr-based bulk metallic glass. *Intermetallics*, 17(9), pp.762–767.
- Spaepen F., 1977. A microscopic mechanism for steady state inhomogeneous flow in metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 25(4), pp.407–415.
- Suryanarayana C. & Inoue A., 2011. *Buck Metallique Glasses*, CRC Press.
- Sutton M. et al., 1986. Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3), pp.143–150.
- Suzuki Y. & Egami T., 1985. Shear deformation of glassy metals: Breakdown of Cauchy relationship and anelasticity. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 75, pp.361–366.
- Telford M., 2004. The case for bulk metallic glass. *Materials today*, (March), pp.36–43.
- Vaillant M.L. et al., 2003. Partial crystallization of as-quenched Zr 55 Cu 30 Al 10 Ni 5 bulk metallic glass induced by oxygen. *Scripta Materialia*, 49, pp.1139–1143.
- Wakai F. et al., 1985. Calculation of stress intensity factors for SENB specimens by boundary collocation procedure. *Yogyo-Kyokai-Shi*, 8(93), p.479.
- Wang W.H., 2006. Correlations between elastic moduli and properties in bulk metallic glasses. *Journal of Applied Physics*, 99(9), pp.1–10.
- Wang W.H. et al., 2011. Relationship between glass transition temperature and Debye temperature in bulk metallic glasses. *Journal of Materials Research*, 18(12), pp.2747–2751.
- Weaire D. et al., 1971. On the use of pair potentials to calculate the properties of amorphous metals. *Acta Metallurgica*, 19, pp.779–788.
- Wright W.J. et al., 2001. Deformation mechanisms of the Zr₄₀Ti₁₄Ni₁₀Cu₁₂Be₂₄ bulk metallic glass. *Materials transactions*, 42(4), pp.642–649.
- Wu F.-F. et al., 2014. Bulk metallic glass composite with good tensile ductility, high strength and large elastic strain limit. *Scientific reports*, 4, p.5302.
- Wu W.F. et al., 2008. Strength, plasticity and brittleness of bulk metallic glasses under compression: statistical and geometric effects. *Philosophical Magazine*, 88(1), pp.71–89.
- Wu Y. et al., 2015. Deformation-induced spatiotemporal fluctuation, evolution and localization of strain fields in a bulk metallic glass. *International Journal of*

- Plasticity*, 71, pp.136–145.
- Xu J. et al., 2010. The fracture toughness of bulk metallic glasses. *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 62(4), pp.10–18.
- Yang B. et al., 2011. Localized heating and fracture criterion for bulk metallic glasses. *Journal of Materials Research*, 21(04), pp.915–922.
- Yokoyama Y. et al., 2009. Cap casting and enveloped casting techniques for Zr 55 Cu 30 Ni 5 Al 10 glassy alloy rod with 32 mm in diameter. *Journal of Physics*, 144.
- Yokoyama Y. et al., 2004. Characterization of Crystalline Inclusions in Cast Bulk Zr-Cu-Ni-Al Glassy Alloy. *Materials Transactions*, 45(6), pp.1819–1823.
- Yokoyama Y., 2015. Development of an Automatic Fabricaion System for Cast Glassy Alloys. *Metallurgical and materials transactions B*, 46(April), pp.893–905.
- Yokoyama Y. et al., 2002. Oxygen Embrittlement and Effect of the Addition of Ni Element in a Bulk Amorphous Zr – Cu – Al Alloy. *Materials Transactions*, 43(3), pp.571–574.
- Yokoyama Y. et al., 2007. Production of Zr55Cu30Ni5Al10 Glassy Alloy Rod of 30mm in Diameter by a Cap-Cast Technique. *Materials Transactions*, 48(12), pp.3190–3192.
- Zberg B. et al., 2009. MgZnCa glasses without clinically observable hydrogen evolution for biodegradable implants. *Nature materials*, 8(September), pp.887–891.
- Zhang Z.. et al., 2003. Difference in compressive and tensile fracture mechanisms of Zr59Cu20Al10Ni8Ti3 bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 51(4), pp.1167–1179.

ANNEXE A

Micro lithographie sur verres métalliques à base de zirconium

1. Introduction

La détermination du champ de déplacement à la surface d'une éprouvette lors des essais mécaniques à l'échelle microscopique est un travail exigeant. Le dépôt sur les éprouvettes de marquages (grilles, mouchetis ...) microscopiques couplé à la technique de corrélation d'images à haute résolution semblent être un moyen pertinent d'y accéder. Une méthode de dépôt de marquage, connue sous le nom de « micro-électro-lithographie », permet de déposer des grilles de tailles et de pas de l'ordre micrométrique sur la surface d'éprouvettes. Il s'agit d'une manipulation qui demande beaucoup de prudence et de patience.

Dans cette partie, nous allons détailler le protocole de dépôt de grille par la micro-électro-lithographie, tel qu'il a été appliqué sur nos éprouvettes de verre métallique à base de zirconium.

Tableau A-1. Dimensions des éprouvettes pour la micro-lithographie

| Eprouvettes | Diamètre, D (mm) | Epaisseur, e (mm) |
|-------------|--------------------|---------------------|
| BMGB-Zr-C1 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.53 ± 0.02 |
| BMGB-Zr-C2 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.53 ± 0.02 |
| BMGB-Zr-C3 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.46 ± 0.02 |
| BMGB-Zr-C4 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.46 ± 0.02 |
| BMGB-Zr-C5 | $2,25 \pm 0,02$ | 2.46 ± 0.02 |

2. Eprouvettes

Le procédé de micro-électro-lithographie a été appliqué à nos éprouvettes cylindriques de verres métalliques massifs à base de zirconium $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_{15}(at\%)$, déjà présentées par la [Figure II-1](#). Leurs dimensions figurent dans le [Tableau A-1](#). Rappelons que leurs surfaces planes ont été polies jusqu'à un niveau « miroir » (cf. Chapitre II, Paragraphe 2.1.1.1, à la page 60) au moyen d'un feutre de polissage imbibé de suspension diamantée.

3. Procédé de micro-électro-lithographie

Le protocole de dépôt par micro-électro-lithographie appliqué à nos éprouvettes de verre métallique est le même que celui appliqué dans les études de [Doumalin 2000] et [Dexet 2006] sur des alliages cristallins. Il comprend cinq étapes principales, résumées dans la Figure A-1 et décrites plus en détail dans les 5 paragraphes suivants.

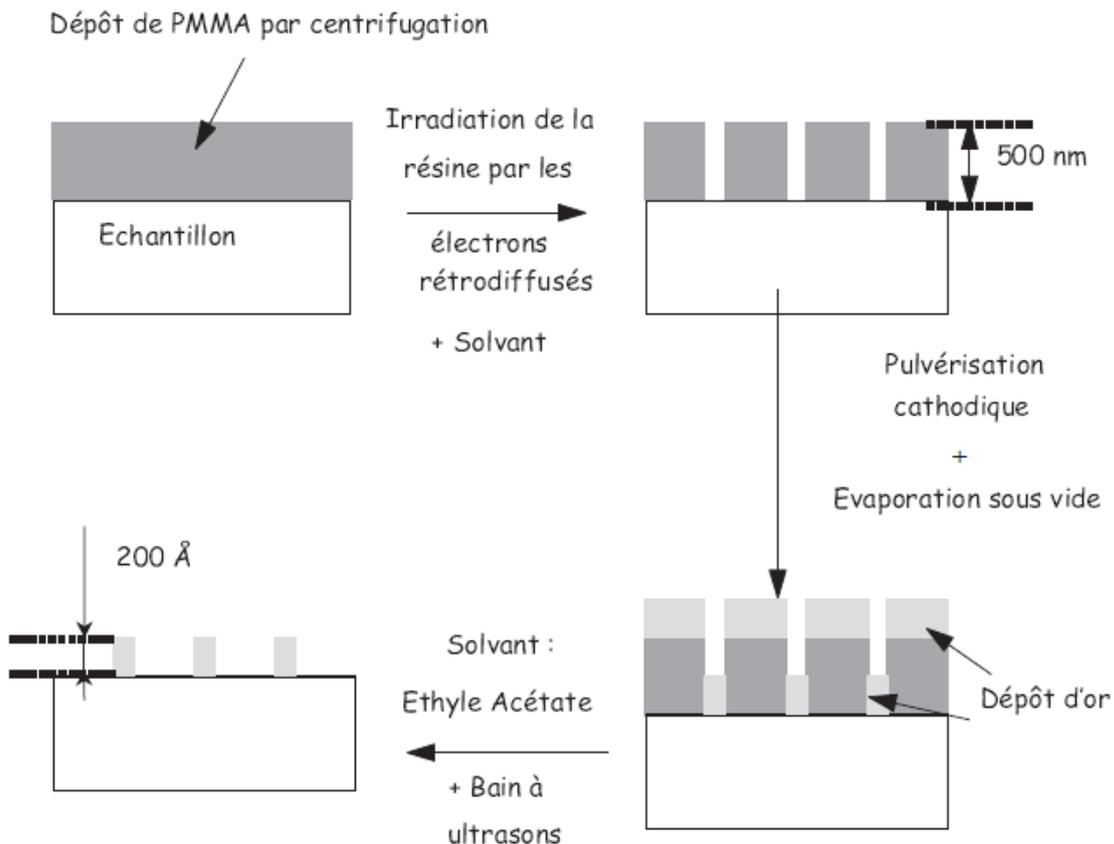
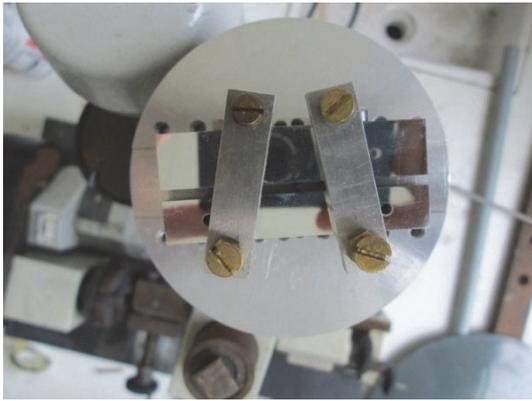


Figure A-1. Procédure de micro-électro-lithographie [Doumalin 2000]

3.1. Dépôt de résine

Il s'agit de la première étape. La résine polymère est obtenue par dissolution de 5g de PMMA dans 100 cm³ de solvant. Cette résine transparente est sensible aux électrons. Un faisceau incident du MEB focalisé sur la surface de la résine peut venir casser les chaînes polymères de la zone irradiée. Nous déposons quelques gouttes de résine sur la face supérieure de nos éprouvettes qui sont ensuite mises en rotation (Figure A-2). Le PMMA, soumis à l'effet centrifuge, s'étale de manière homogène sur toute la surface. Le dépôt est d'environ 1 µm d'épaisseur. Après le dépôt de résine, une irisation apparaît sur la surface revêtue (Figure A-3). Pour finir, l'éprouvette est placée en étuve pendant 30 mn à 140°C pour finaliser la polymérisation de la résine et éliminer le solvant.



(a)

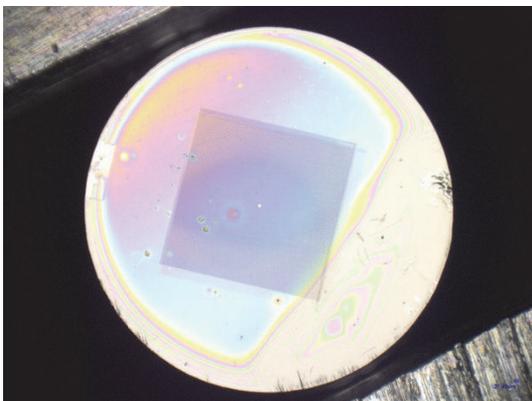


(b)

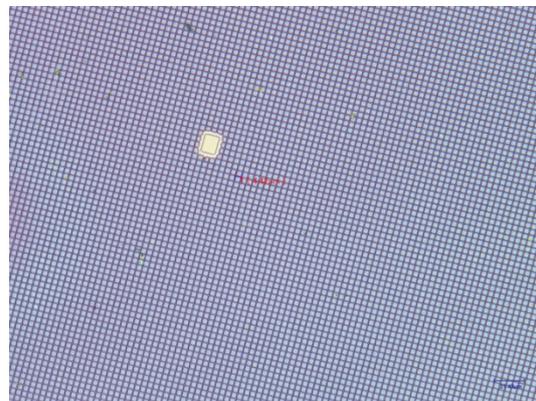
Figure A-2. Rotation de l'éprouvette (a) Vue de dessus, (b) Vue de côté

3.2. Irradiation de la résine

Le tracé de la grille, de dimension d'environ $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ avec un pas de $4 \mu\text{m}$, dans la zone centrale se fait par irradiation de la résine à l'aide du faisceau du MEB. L'irradiation se fait par un balayage successif dans les deux directions de la grille à une vitesse de 200 ms/ligne , avec un grossissement de 90, un courant de 1.5 nA et une tension de 20 kV .



(a)



(b)

Figure A-3. BMGB-Zr-C5 : Surface de l'éprouvette après le dépôt de résine et l'irradiation de la résine : (a) Vue en globale, (b) Vue zoomée à cœur

3.3. Dissolution de la résine irradiée

L'éprouvette est ensuite plongée dans une solution révélatrice (avec légère agitation) pendant 1mn 45 puis rincée à l'éthanol. Cette solution, composée à 75% de propanol-2 et à 25% de méthyl-éthyl-cétone, dissout uniquement les parties irradiées de la résine.

3.4. Dépôt d'or

Le dépôt de l'or se fait en 2 étapes. La première étape consiste à déposer une couche d'or d'environ 0.7 nm d'épaisseur sur la surface par la pulvérisation cathodique sous vide (de $6 \text{ à } 8 \cdot 10^{-1} \text{ Pa}$). Pour cela, un plasma d'argon vient arracher les atomes d'une cible recouverte d'un feuillet d'or. Ces atomes vont alors diffuser dans toutes les directions de l'enceinte et notamment se déposer sur l'éprouvette. L'épaisseur du dépôt est mesurée par un capteur piézoélectrique ce qui permet de contrôler le processus. La différence de potentiel appliquée pour créer le plasma est de 2 kV .

La deuxième étape consiste à déposer sur la surface de l'éprouvette une couche d'or de $11 \text{ à } 12 \text{ nm}$ d'épaisseur par évaporation sous vide de 10^{-5} Pa . Pour cela, un serpentin de tungstène entourant un filament d'or est porté (par effet Joule) à une température supérieure à la température de sublimation de l'or ($> 300 \text{ °C}$). Celui-ci après avoir fondu le serpentin s'évapore et va se condenser sur l'échantillon placé au-dessus. L'épaisseur du dépôt est contrôlée à l'aide d'un capteur piézoélectrique placé à côté de l'échantillon. L'état de surface de l'éprouvette après le dépôt de l'or est observable sur [Figure A-4](#).

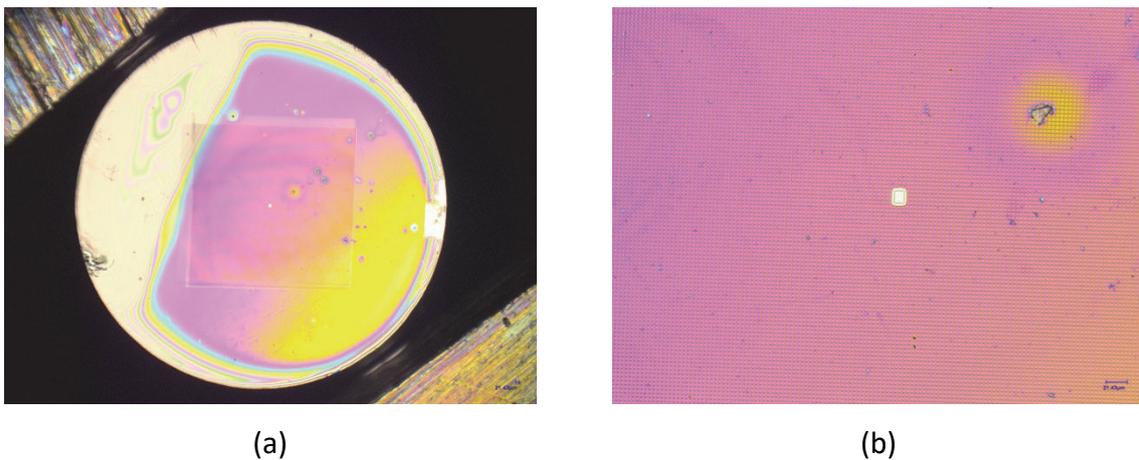


Figure A-4. BMGB-Zr-C5 : Surface de l'éprouvette après le dépôt d'or : (a) Vue globale, (b) Vue zoomée à cœur

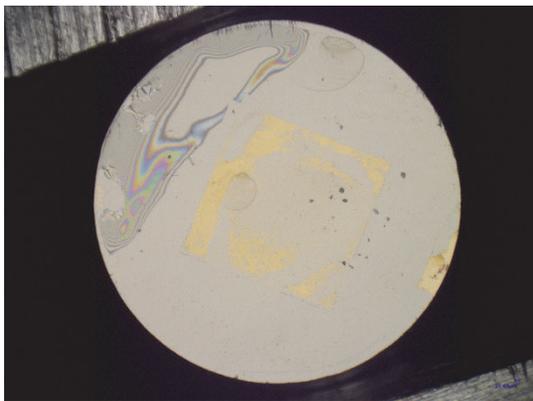
3.5. Dissolution de la résine restante

Après le dépôt de l'or, l'éprouvette est plongée dans un bûcher contenant du solvant de type « éthylacétate » dans la cuve à ultrasons. Il est enfin rincé à l'éthanol pour d'enlever les dernières traces de résine restante. Pour finir, la qualité des micro-gilles tracées sur la zone lithographiée est contrôlée à l'aide du MEB.

4. Résultats et Bilan de micro-électro-lithographie

La [Figure A-3](#) montre la surface de l'éprouvette après le dépôt de résine et son irradiation. On observe à ce stade l'irisation typique de la résine mais surtout une belle grille. A ce stade, la micro-grilles reste bien collée sur la surface de l'éprouvette.

Par contre, après les étapes de dépôt d'or, la dissolution de la résine avec le solvant « éthylacétate » n'a pas permis d'enlever la totalité de la résine restante. On remarque de plus que, par endroit, la grille a été abimée lors de cette étape. La [Figure A-5](#) illustre ce problème avec l'éprouvette BMGB-Zr-C5, dont la grille est tellement abimée qu'elle en devient inexploitable. Le procédé de micro-électro-lithographie nous a permis au final d'obtenir deux éprouvettes exploitables en corrélation d'image, parmi les cinq disponibles. Les zones exploitables sont présentées dans la [Figure II-33](#) pour l'éprouvette BMGB-Zr-C3 et la [Figure II-36](#) pour l'éprouvette BMGB-Zr-C4.



(a)



(b)

Figure A-5. BMGB-Zr-C5 : Surface de l'éprouvette après la dissolution de la résine restante : (a) Vue globale, (b) Vue zoomée à cœur

Tableau A-2. Résultats de la micro-lithographie et possibilité de réaliser la corrélation d'images

| Eprouvettes | Diamètre, <i>D</i> (mm) | Epaisseur, <i>e</i> (mm) | Résultats de la micro- lithographie | Corrélation d'images possible ? |
|-------------|----------------------------|-----------------------------|---|---------------------------------------|
| BMGB-Zr-C1 | 2,25 ± 0,02 | 2.53 ± 0.02 | Grille abimée | Non |
| BMGB-Zr-C2 | 2,25 ± 0,02 | 2.53 ± 0.02 | Grille abimée | Non |
| BMGB-Zr-C3 | 2,25 ± 0,02 | 2.46 ± 0.02 | Belle grille dans la zone cœur | Oui |
| BMGB-Zr-C4 | 2,25 ± 0,02 | 2.46 ± 0.02 | Belle grille proche de la zone cœur | Oui |
| BMGB-Zr-C5 | 2,25 ± 0,02 | 2.46 ± 0.02 | Grille abimée | Non |

ANNEXE B

Images MEB des éprouvettes BMGB-Zr-C prises à différentes étapes de l'essai de compression diamétrale in-situ

Les figures ci-dessous montrent l'évolution macroscopique des éprouvettes BMGB-Zr-C3 et BMGB-Zr-C4 ainsi que l'évolution de leurs zones de corrélation au cours du chargement.

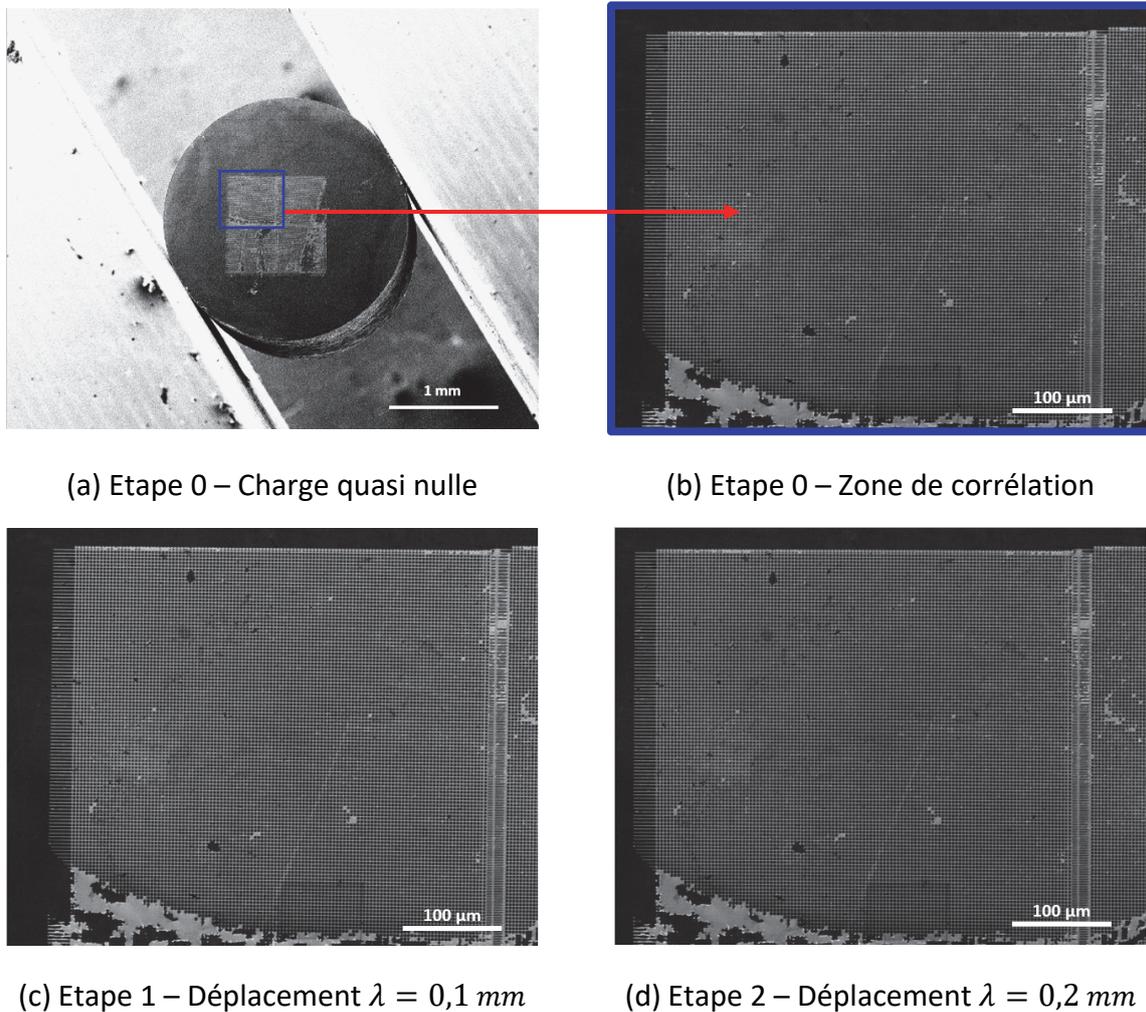
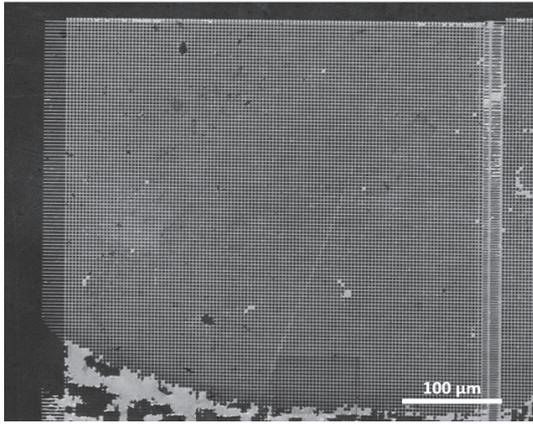
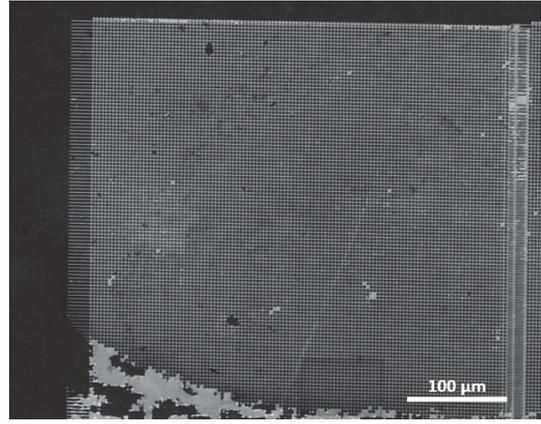


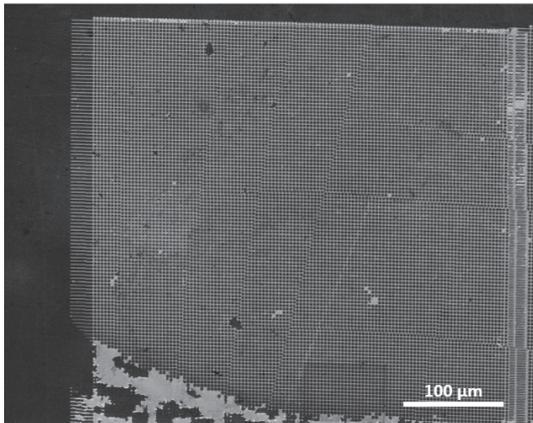
Figure B-1. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 0 à 2



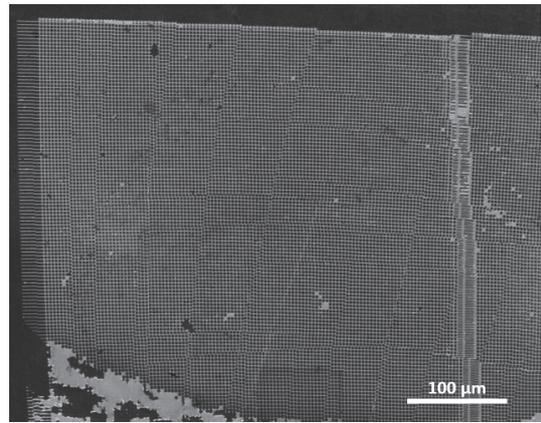
(a) Etape 3 – Déplacement $\lambda = 0,3 \text{ mm}$



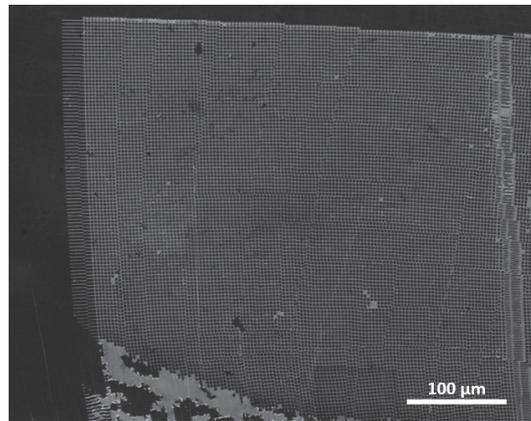
(b) Etape 4 – Déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$



(c) Etape 5 – Déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$

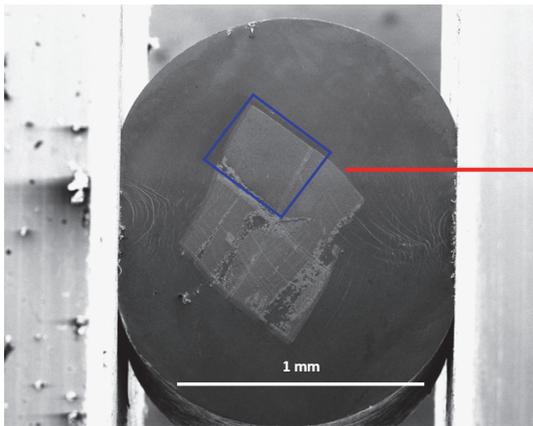


(d) Etape 6 – Déplacement $\lambda = 0,6 \text{ mm}$

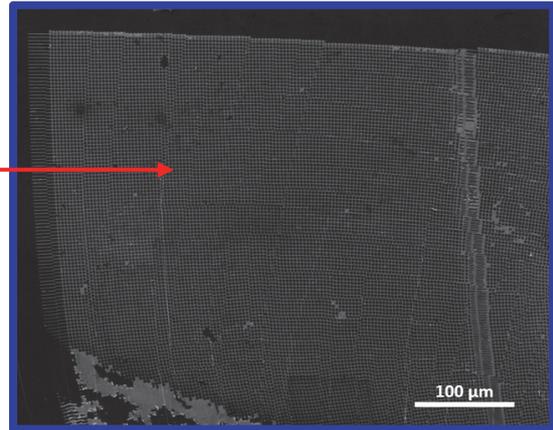


(e) Etape 7 – Déplacement $\lambda = 0,7 \text{ mm}$

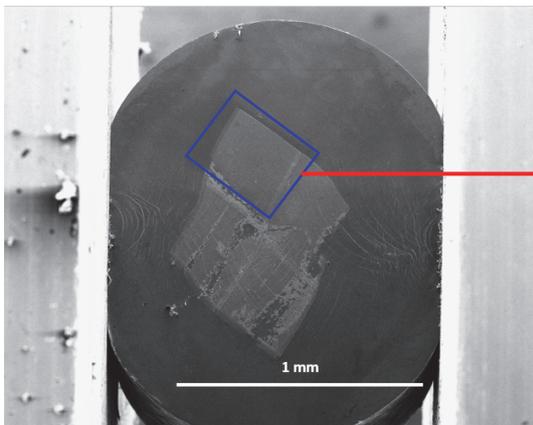
Figure B-2. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 3 à 7



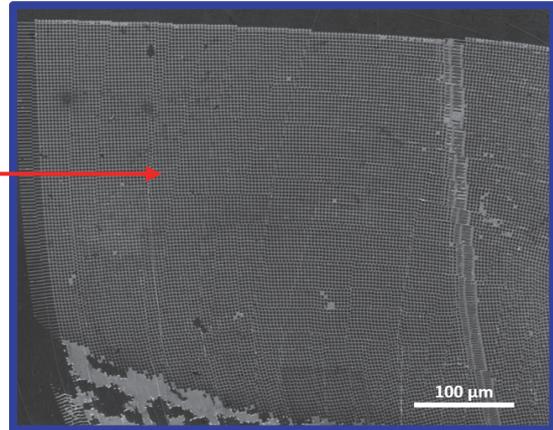
(a) Etape 8 – Déplacement $\lambda = 0,8 \text{ mm}$



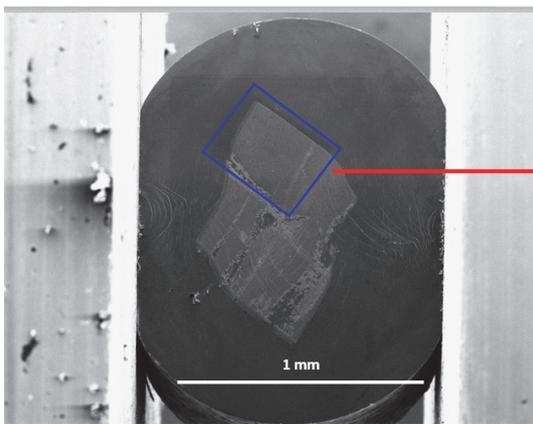
(b) Etape 8 – Zone de corrélation



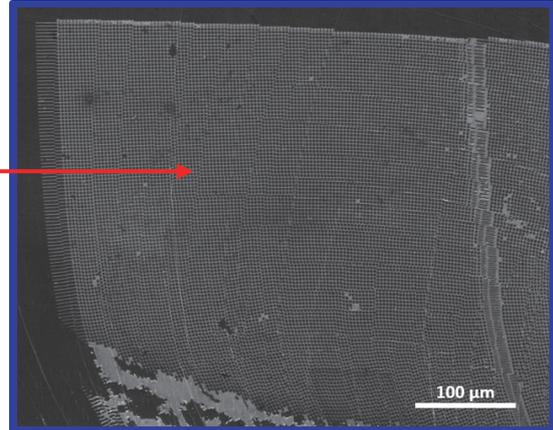
(c) Etape 9 – Déplacement $\lambda = 0,9 \text{ mm}$



(d) Etape 9 – Zone de corrélation

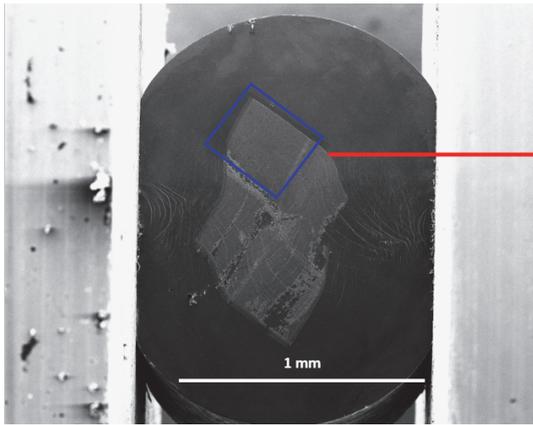


(e) Etape 10 – Déplacement $\lambda = 10,0 \text{ mm}$

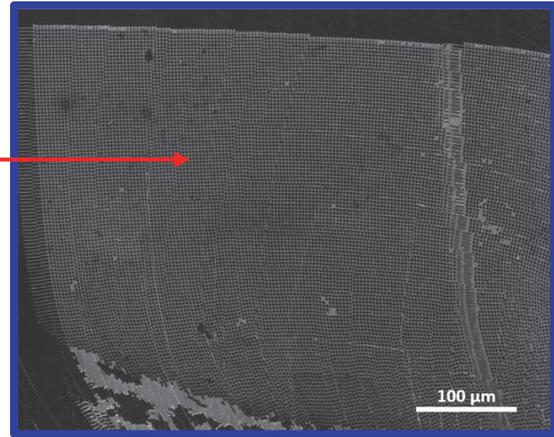


(f) Etape 10 – Zone de corrélation

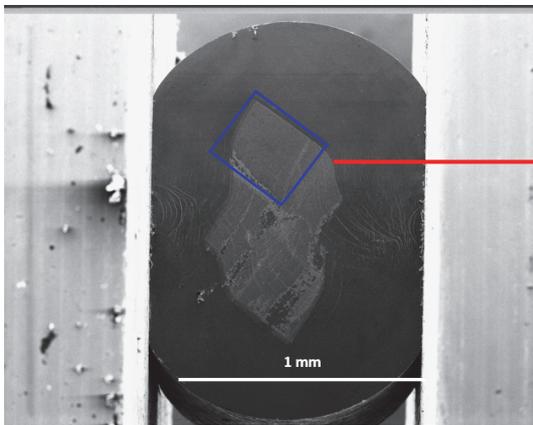
Figure B-3. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 8 à 10



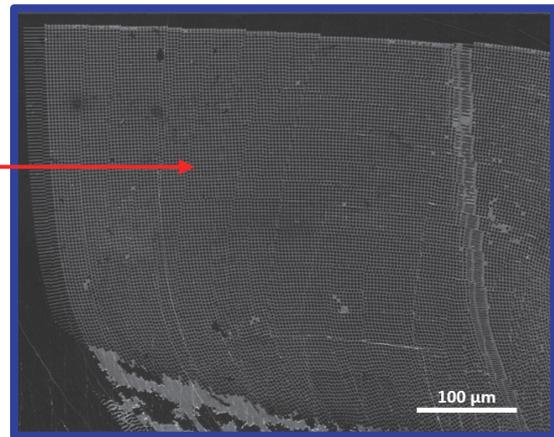
(a) Etape 11 – Déplacement $\lambda = 1,1 \text{ mm}$



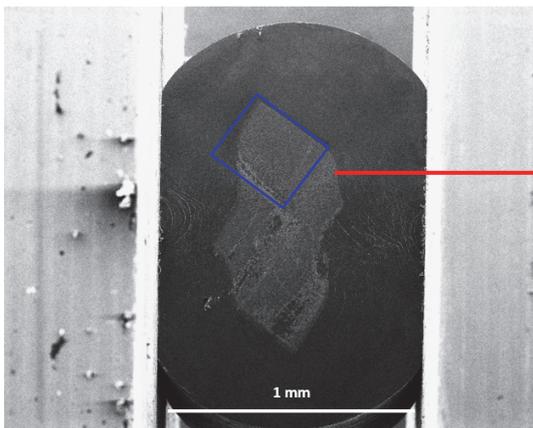
(b) Etape 11 – Zone de corrélation



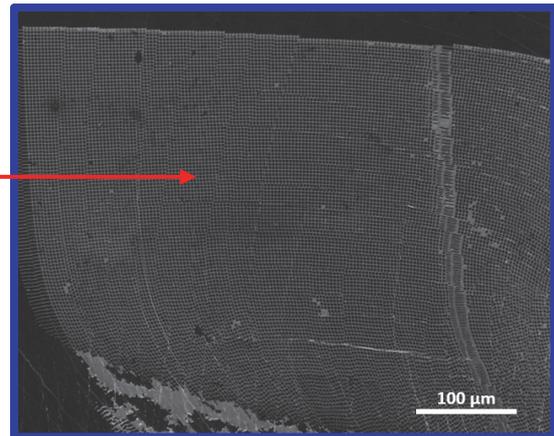
(c) Etape 12 – Déplacement $\lambda = 1,2 \text{ mm}$



(d) Etape 12 – Zone de corrélation

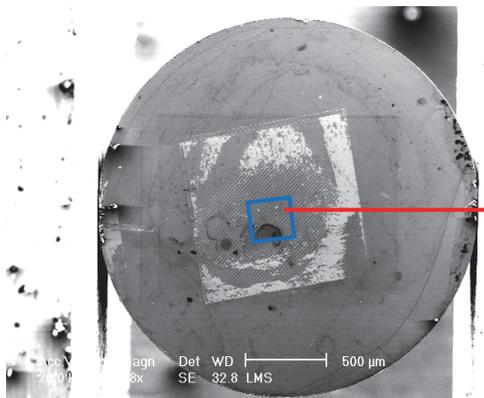


(e) Etape 13 – Déplacement $\lambda = 1,3 \text{ mm}$

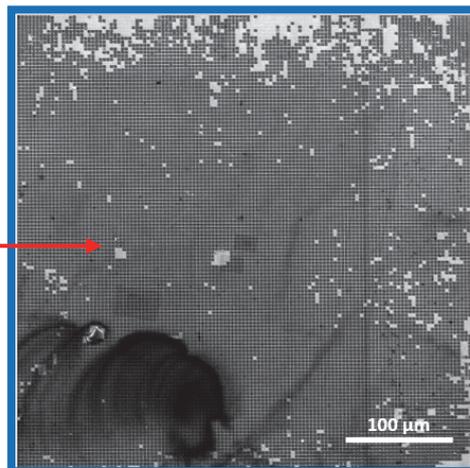


(f) Etape 13 – Zone de corrélation

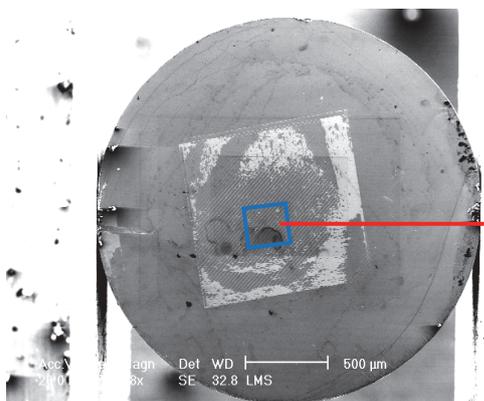
Figure B-4. Clichés MEB de BMGB-Zr-C3 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 11 à 13



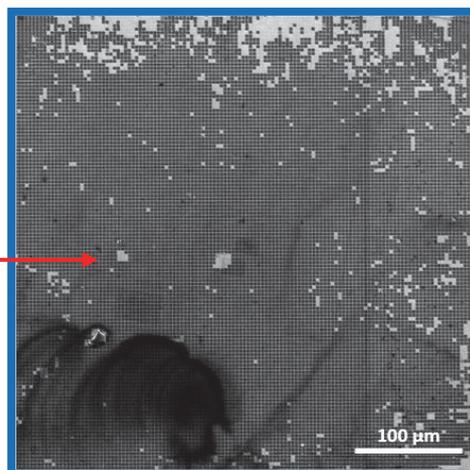
(a) Etape 0 – Charge quasi nulle



(b) Etape 0 – Zone de corrélation

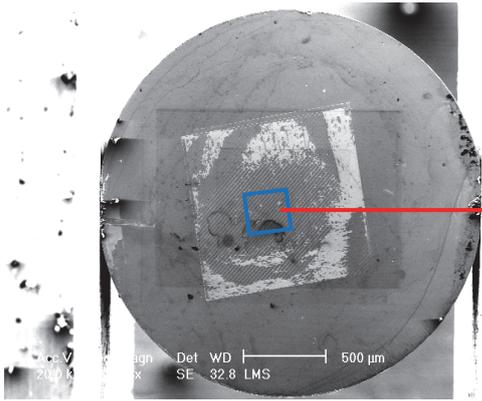


(c) Etape 1 – Déplacement $\lambda = 0,1 \text{ mm}$

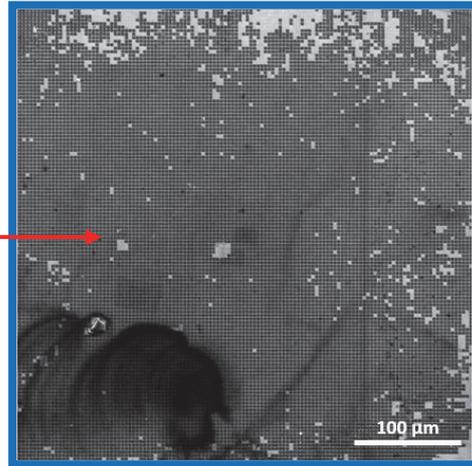


(d) Etape 1 – Zone de corrélation

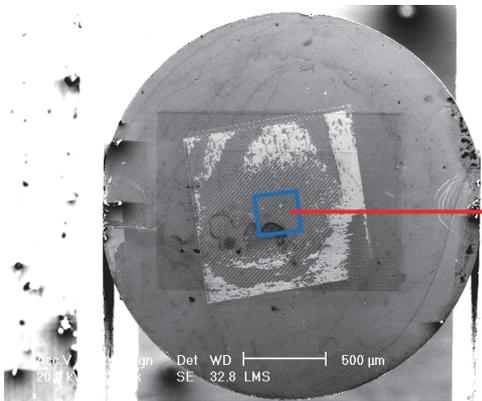
Figure B-5. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 0 à 1



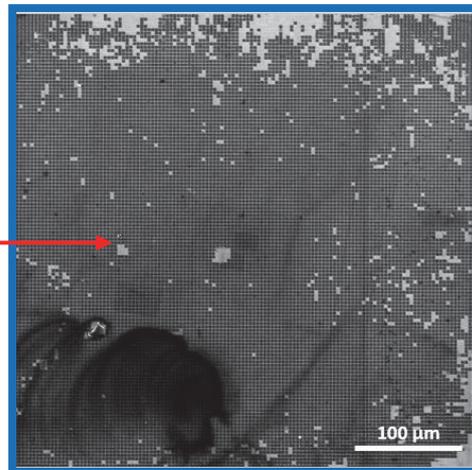
(a) Etape 2 – Déplacement $\lambda = 0,2 \text{ mm}$



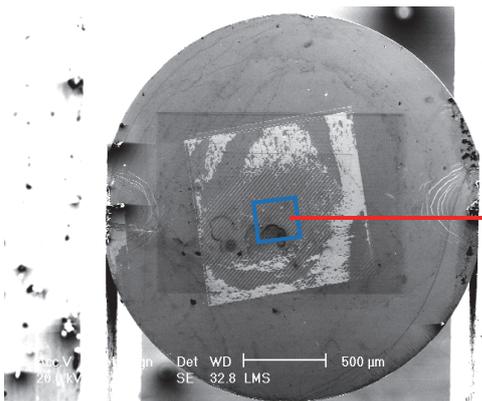
(b) Etape 0 – Zone de corrélation



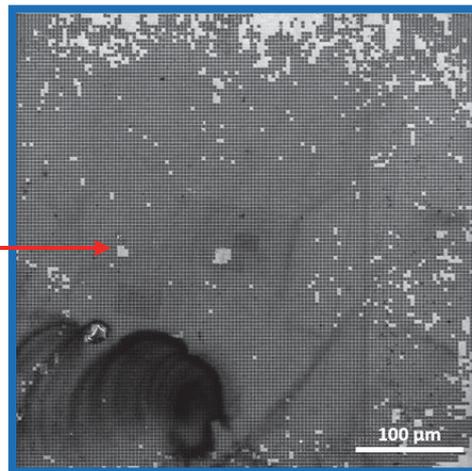
(c) Etape 3 – Déplacement $\lambda = 0,3 \text{ mm}$



(d) Etape 3 – Zone de corrélation

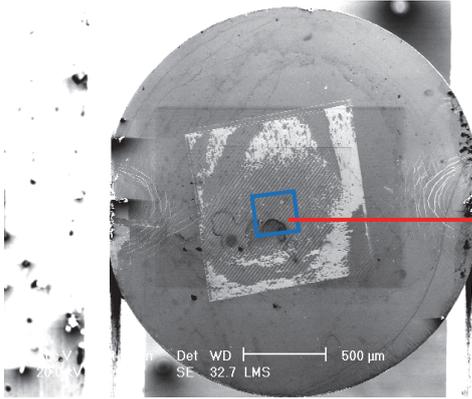


(e) Etape 4 – Déplacement $\lambda = 0,4 \text{ mm}$

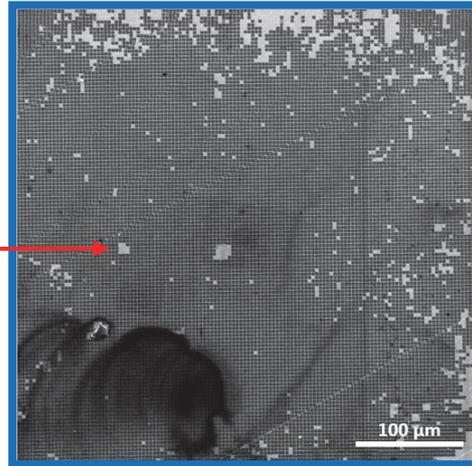


(f) Etape 4 – Zone de corrélation

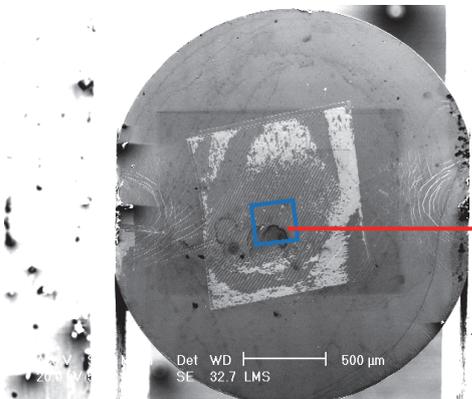
Figure B-6. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 2 à 4



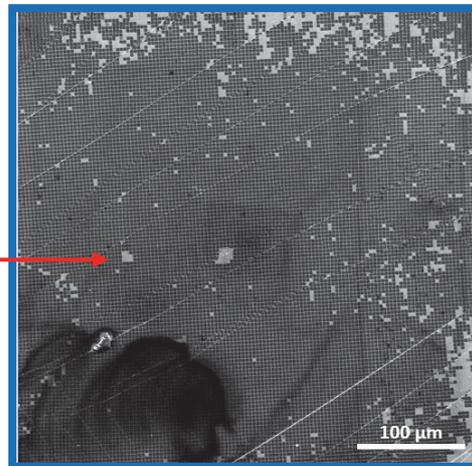
(a) Etape 5 – Déplacement $\lambda = 0,5 \text{ mm}$



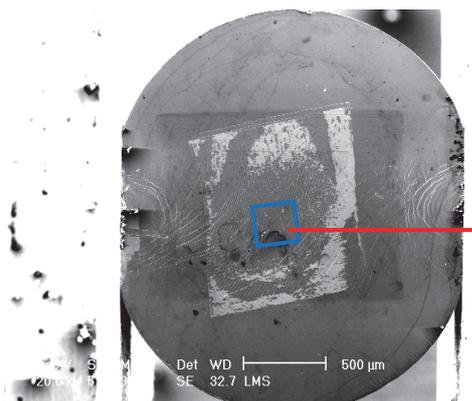
(b) Etape 5 – Zone de corrélation



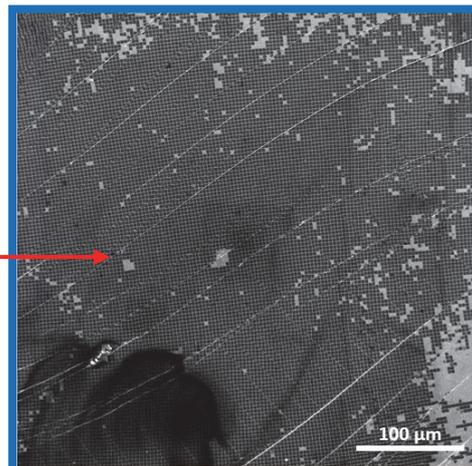
(c) Etape 6 – Déplacement $\lambda = 0,6 \text{ mm}$



(d) Etape 6 – Zone de corrélation

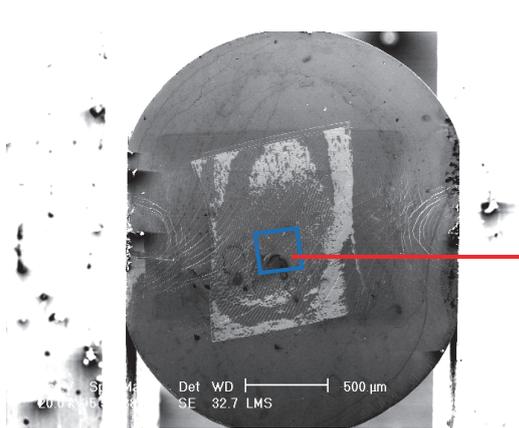


(e) Etape 7 – Déplacement $\lambda = 0,7 \text{ mm}$

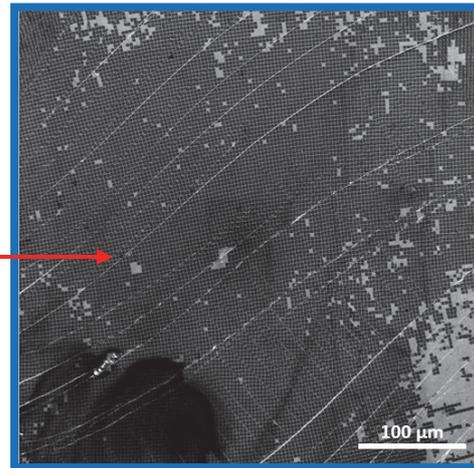


(f) Etape 7 – Zone de corrélation

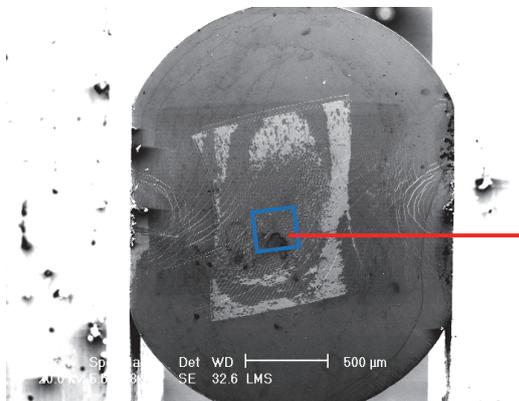
Figure B-7. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à différentes étapes de l'essai : Etape 5 à 7



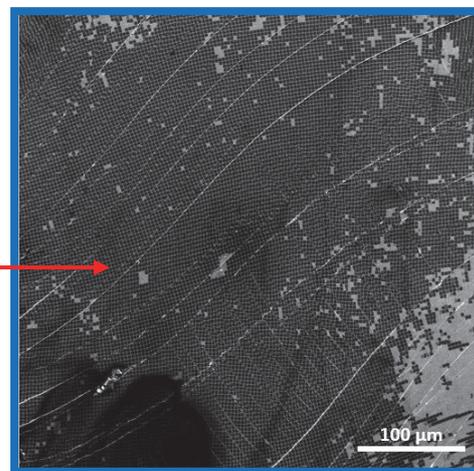
(a) Etape 8 – Déplacement $\lambda = 0,8 \text{ mm}$



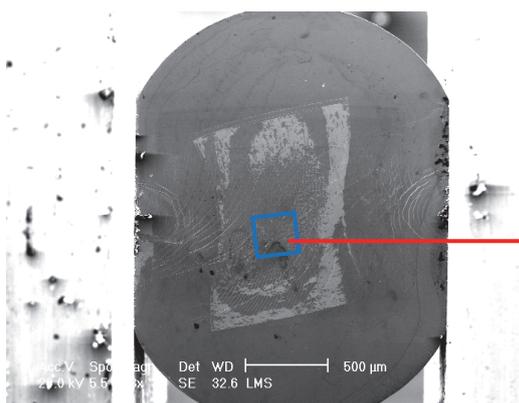
(b) Etape 8 – Zone de corrélation



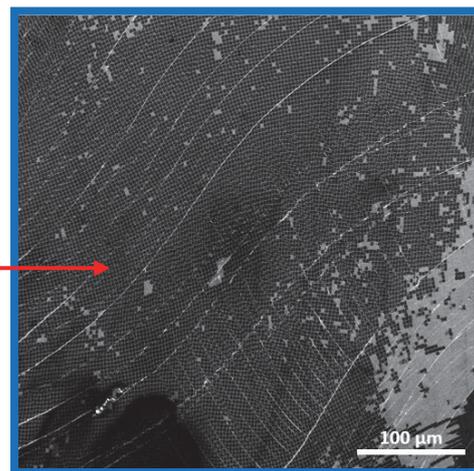
(c) Etape 9 – Déplacement $\lambda = 0,9 \text{ mm}$



(d) Etape 9 – Zone de corrélation

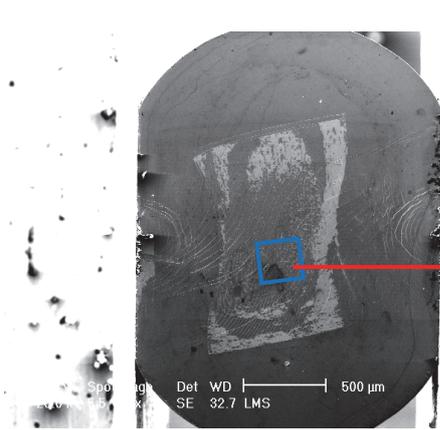


(e) Etape 10 – Déplacement $\lambda = 10,0 \text{ mm}$

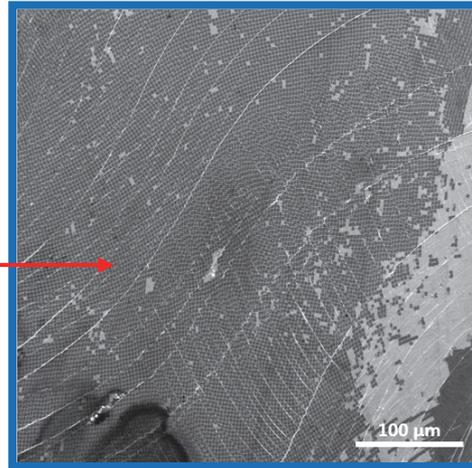


(f) Etape 10 – Zone de corrélation

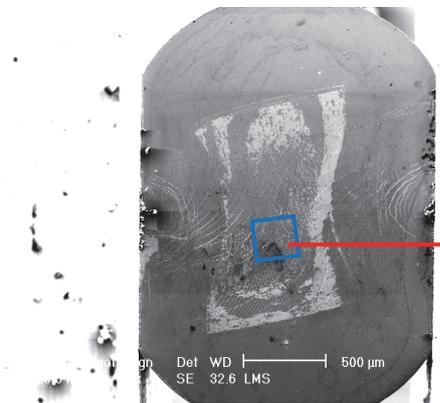
Figure B-8. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 8 à 10



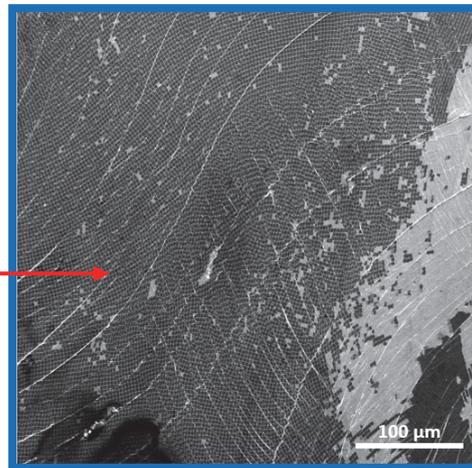
(a) Etape 11 – Déplacement $\lambda = 1,1 \text{ mm}$



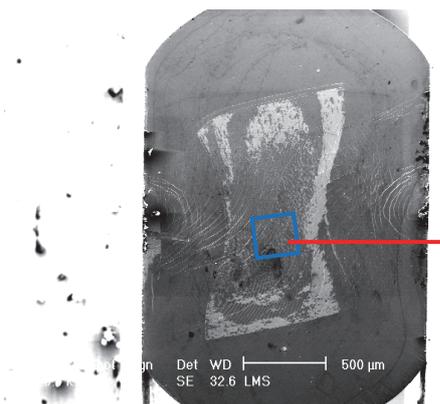
(b) Etape 11 – Zone de corrélation



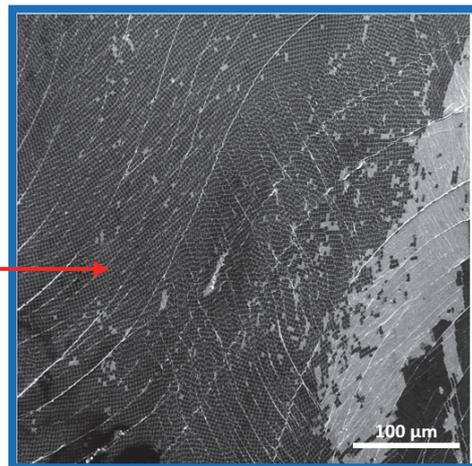
(c) Etape 12 – Déplacement $\lambda = 1,2 \text{ mm}$



(d) Etape 12 – Zone de corrélation



(e) Etape 13 – Déplacement $\lambda = 1,3 \text{ mm}$



(f) Etape 13 – Zone de corrélation

Figure B-9. Clichés MEB de BMGB-Zr-C4 pris à différentes étapes de l'essai :
Etape 11 à 13

Caractérisation et modélisation du comportement mécanique d'alliages métalliques amorphes (verres métalliques)

Résumé

Les alliages amorphes, ou verres métalliques, sont des matériaux relativement récents, datant au plus d'une cinquantaine d'années. Ils possèdent des propriétés mécaniques exceptionnelles (résistance, dureté, ténacité, énergie élastique stockée, ...) sans commune mesure avec celles de la plupart des alliages métalliques cristallins. Leur fragilité apparente en chargement uniaxial constitue toutefois un frein majeur à leur application à grande échelle et donc à leur industrialisation. Par ailleurs, les études sur le comportement à la fissuration et à la rupture des verres métalliques massifs rapportées dans la littérature sont à la fois peu nombreuses et très diverses dans leurs résultats. Face à ces problématiques, ces travaux de thèse sur les verres métalliques à base de zirconium ont deux objectifs principaux. Le premier consiste à étudier leurs mécanismes de déformation plastique par des essais hétérogènes. L'essai brésilien (ou de compression diamétrale) se révèle, dans ce contexte, efficace pour atteindre des niveaux élevés de déformation plastique à l'échelle macroscopique. Celui-ci permet également d'étudier à plus petite échelle la formation et la propagation des bandes de cisaillement et de quantifier les champs de déformation au cours du chargement par corrélation d'images. Les résultats montrent une bonne reproductibilité à ces deux échelles et offrent une meilleure estimation des déformations intenses se produisant dans les bandes de cisaillement. De plus, une identification basée sur cet essai couplé avec un autre essai hétérogène (nano-indentation) dans le but de discriminer des paramètres élastoplastiques montre qu'une loi de comportement de type von Mises n'est pas pertinente pour ce matériau, mais qu'un modèle de Drucker-Prager s'y prête bien. Le deuxième objectif de ces travaux vise à caractériser l'influence des défauts cristallins, liés à leur procédé d'élaboration et présents dans la matrice amorphe de nos verres métalliques, sur l'initiation et la propagation des fissures mais aussi sur leur rupture par des essais de flexion. La mesure de la ténacité et l'analyse fractographique des éprouvettes montrent que ces défauts facilitent la pré-fissuration, mais entraînent aussi une fragilisation de nos matériaux. Cette dernière propriété, i.e. la résistance à la fissuration ou ténacité, s'avère alors un bon moyen pour discriminer les différentes qualités de synthèse de ces alliages amorphes.

Abstract:

Amorphous alloys or metallic glasses are relatively new materials, dating back to over fifty years. They exhibit exceptional mechanical properties (strength, hardness, toughness, stored elastic energy ...), compared to those of most crystalline metallic alloys. Their apparent brittleness in uniaxial loading, however, is a major obstacle to their wide application and thus their industrialization. Studies on the cracking and fracture of these materials have so far been sparse and relatively contradictory in their results. The objectives of this PhD thesis work on zirconium base metallic glasses are therefore twofold. The first objective is to study their plastic deformation mechanisms by means of heterogeneous tests, namely instrumented indentation and diametral compression. The Brazilian test (or diametrical compression test) is shown, in this context, to be effective in achieving high levels of plastic deformation at the macroscopic scale. This test also allows to study, at a smaller scale, the formation and the propagation of shear bands and to quantify the strain fields during loading by digital image correlation techniques. The results show good reproducibility at these two scales and provide a better estimation of intense deformations occurring in the shear bands. In addition, a reverse analysis based on this test coupled with another heterogeneous test (nanoindentation) is carried out to identify elastoplastic parameters. This procedure shows that a von Mises yield criterion is not relevant for this material and that a Drucker-Prager model is capable of predicting the response. The second objective of this work is to characterize the influence of crystalline defects, linked to different casting processes, present in the amorphous matrix of our metallic glasses, on the initiation and propagation of cracks and on their fracture toughness. The measured fracture toughness and the fractographic analyses of the specimens show that these defects facilitate the pre-cracking, but result in an embrittlement. This latter property, i.e. the resistance to crack propagation or fracture toughness, then proves a good way to distinguish the different synthesis qualities of these amorphous alloys.