

COMPRESSIVE MECHANICAL BEHAVIOUR AND ELASTIC PROPERTIES OF A HIGHLY POROUS ALUMINA FOAM

BUNCIANU DOREL³¹, MARSAVINA LIVIU¹, TESSIER-DOYEN NICOLAS²,
NEGRU RADU¹, ABSI JOSEPH², SERBAN DAN ANDREI¹, SINESCU COSMIN³

¹*Department of Mechanics and Strength of Materials, Politehnica University of Timisoara,
1 Mihai Viteazu Avenue, 300222 Timisoara, Romania*

²*Laboratoire SPCTS, Université de Limoges, 12 rue Atlantis, 87068 Limoges, France*

³*Faculty of Dental Medicine, Victor Babes University of Medicine and Pharmacy
of Timisoara, 2 Piata Eftimie Murgu, 300222 Timisoara, Romania*

Abstract: The aim of this work consists in the characterization of mechanical properties (compressive law of behaviour and elastic properties) of a ceramic foam whose pore volume fraction is about 87%. Compressive behaviour is similar to these of cellular materials (elastic domain, plateau phase and densification successively). Elastic properties determined by 3 different methods (i-from the law of behaviour, ii-by pulse echography technique and iii-by impulse excitation vibration) have shown that the mean value of overall Young's modulus is in agreement with Ashby's models of prediction considering the interconnectivity of pores in the microstructure of tested materials.

Keywords: ceramic foams, elastic properties, compressive behaviour, interconnected pores

1. INTRODUCTION

Les mousses céramiques sont utilisées dans de nombreux domaines tels que la filtration, le secteur biomédical et l'isolation haute température d'équipements thermiques. Les principaux procédés utilisés pour les élaborer sont les suivants : [1] (i) la technique de réplcation (imprégnation d'une pré-forme calibrée en matière polymérique au moyen d'une suspension céramique, puis élimination de la pré-forme) ; (ii) la méthode d'incorporation d'agents sacrificiels directement dans la suspension avant élimination et (iii) la technique de génération de pores par l'utilisation soit d'agents moussants pour y incorporer de l'air, soit d'additifs permettant de produire un dégagement gazeux par réaction chimique dans la suspension. La caractérisation de leurs propriétés mécaniques présente un intérêt croissant dans la perspective (i) d'une utilisation dans un environnement soumis à différentes sollicitations en conditions de service et (ii) d'alimenter en données expérimentales fiables les logiciels de calcul numérique dédiés à la simulation de procédés ou au dimensionnement des structures. L'objectif de ce travail est de caractériser d'un point de vue mécanique le comportement en compression ainsi que les propriétés d'élasticité d'un matériau céramique à base d'alumine présentant un taux de porosité avoisinant 87%. La discussion s'articulera autour des propriétés d'élasticité dont les résultats ont été obtenus par trois méthodes différentes : (i) à partir de la pente de la zone quasi-linéaire issue de la loi de comportement en compression, (ii) par la technique d'échographie ultrasonore et (iii) par résonance. Enfin, les résultats de modèles de prédiction semi-empiriques proposés par Ashby seront également discutés en prenant en considération l'interconnection des cellules poreuses dans la microstructure du matériau étudié.

³ Corresponding author, courriel dmitrogloliliana@yahoo.com

2. MICROSTRUCTURE ET DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

2.1. Caractéristiques générales et microstructure du matériau

Le matériau étudié (distribué en France par la société AET Technologie) se présente sous la forme d'une brique isolante de dimensions initiales ($200 \times 120 \times 40 \text{ mm}^3$) dédiée à l'isolation thermique de petits équipements de laboratoire (four). Elle a été élaborée par un procédé sol-gel innovant à partir d'une suspension d'alumine (avec ajout d'environ 3% de silice), ce qui fait qu'elle est majoritairement constituée d'alumine avec une quantité minoritaire de mullite.

La masse volumique de la brique initiale est d'environ 465 kg/m^3 . La microstructure représentée sur la figure 1 (observation d'une fracture) montre que la taille des cellules est relativement large puisqu'elle s'échelonne typiquement de 30 à $250 \mu\text{m}$.

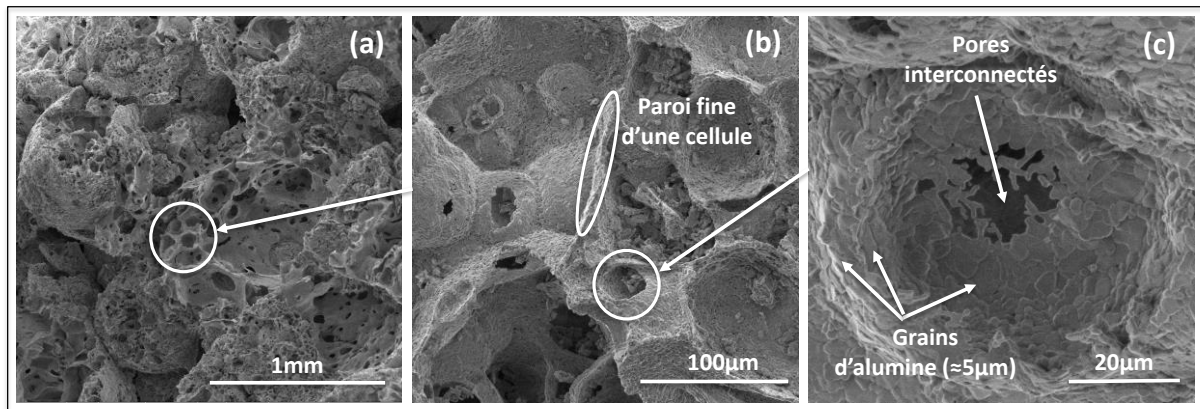


Fig.1. Microstructure de la mousse d'alumine (observation d'une fracture)

On peut observer que certaines cellules sont interconnectées et que leurs parois comportent parfois seulement un à trois grains d'alumine dont la taille moyenne individuelle est de l'ordre de $5 \mu\text{m}$.

2.2. Caractérisation des propriétés mécaniques

2.2.1. Essais de compression

Des essais de compression effectués sur des éprouvettes de géométrie proche de celle d'un cube ($\approx 25 \times 25 \times 25 \text{ mm}^3$) prélevés dans la brique initiale de matériau ont été effectués à l'aide d'une machine d'essais mécaniques universelle (Zwick, Z005). La vitesse de déplacement de la traverse supérieure a été fixée à 2 mm/min et le capteur de force présente une capacité d'effort maximal de 5 kN . L'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la déformation de l'échantillon testé permet d'identifier les différentes étapes du comportement du matériau à la compression. A partir de cette courbe, trois valeurs caractéristiques sont déterminées : la contrainte maximale avant l'étape de plateau (σ_{comp}) et les contraintes correspondant à une déformation de 25 ($\sigma_{25\%}$) et de 50% ($\sigma_{50\%}$). Enfin, le module d'Young a été évalué à partir du domaine linéaire (pente) de la loi de comportement. Notons qu'il a été préalablement vérifié que les échantillons ne présentaient aucune anisotropie propriétés liée au procédé (même réponse quelle que soit la direction d'application de l'effort). Cet essai de compression a été employé car il reflète les sollicitations généralement subies par ces structures cellulaires en conditions de service.

2.2.2. Technique d'échographie ultrasonore

Des essais d'échographie ultrasonore en transmission en mode milieu infini (à une fréquence de 500 kHz) ont été effectués pour déterminer les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson d'échantillons parallélépipédiques ($\approx 15 \times 13 \times 11 \text{ mm}^3$) prélevés dans la brique initiale. Le principe des essais ultrasonores consiste à envoyer des ondes acoustiques dans un matériau d'épaisseur contrôlée au moyen de deux transducteurs (l'un émetteur d'ondes longitudinales et l'autre, émetteur d'ondes transversales [2]). Le couplage entre le transducteur et l'échantillon est assuré par l'intermédiaire d'un agent de couplage de viscosité importante prévu à cet effet. Après réception de l'onde initiale, les valeurs des vitesses de propagation des ondes longitudinale (V_L) et transversale (V_T) dans l'épaisseur de l'éprouvette sont calculées grâce aux temps de propagation (Δt_L et Δt_T respectivement) déterminés par l'intermédiaire d'un oscilloscope. Enfin, la connaissance

de la masse volumique apparente (ρ) permet ensuite de déterminer les valeurs des propriétés d'élasticité grâce aux formules suivantes :

$$E = \rho \cdot \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (1)$$

$$G = \rho \cdot V_T^2 \quad (2)$$

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (3)$$

2.2.3. Technique de résonance (RFDA)

La méthode de résonance est une technique non destructive utilisée pour déterminer les propriétés d'élasticité de matériaux à température ambiante [3,4]. En effet, les échantillons testés présentent des fréquences de résonance particulières qui dépendent de leurs propriétés d'élasticité, de leur masse et de leur géométrie. Un analyseur de fréquences résonnantes amorties (RFDA, [5]) a été employé pour déterminer le module d'Young et le coefficient de Poisson d'une éprouvette parallélépipédique de masse 29,625g et de dimensions 78,15×46,11×17,70mm³. Après avoir judicieusement choisi les zones relatives (i) aux points d'encrage de l'éprouvette, (ii) au microphone et (iii) à la l'initiation de la vibration, l'échantillon subit un choc mécanique en flexion et en torsion à l'aide d'un marteau (Fig. 2).

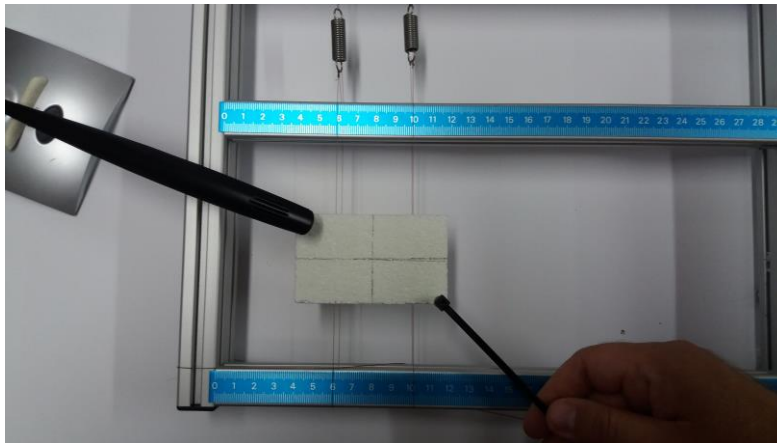


Fig.2. Dispositif de mesure des propriétés d'élasticité par résonance

Après avoir répété l'essai 10 fois de suite, les valeurs moyennes obtenues pour les fréquences fondamentales de résonance sont respectivement $6122,7 \pm 6,31$ Hz en flexion et $12178,1 \pm 4,82$ Hz en torsion.

Les valeurs des propriétés d'élasticité sont reportées dans le tableau 2 de la page suivante.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Comportement en compression

L'évolution typique de la contrainte (force divisée par la section initiale de l'échantillon) en fonction de la déformation (déplacement de la traverse corrigé de sa déformation propre divisé par la hauteur initiale de l'éprouvette) en compression permet de déterminer trois étapes bien distinctes (Fig. 3).

La première phase (« Domaine linéaire ») correspond à un domaine de comportement linéaire pour lequel le matériau se déforme de façon quasi-élastique. En effet, un zoom de la courbe dans le domaine des faibles déformations (jusqu'à 5% environ) montre des singularités correspondant à quelques micro-ruptures de parois de cellules non catastrophiques. Elles interviennent plutôt sur la partie de l'échantillon en contact avec le piston supérieur (en mouvement) de la machine d'essai.

La deuxième phase (qualifiée de « Phase de plateau ») témoigne d'un endommagement important de l'échantillon testé, la contrainte à la rupture restant à peu près stationnaire (environ 2 MPa), voire diminuant légèrement dans la deuxième partie de la zone qui s'étend de 30 et 50% de déformation.

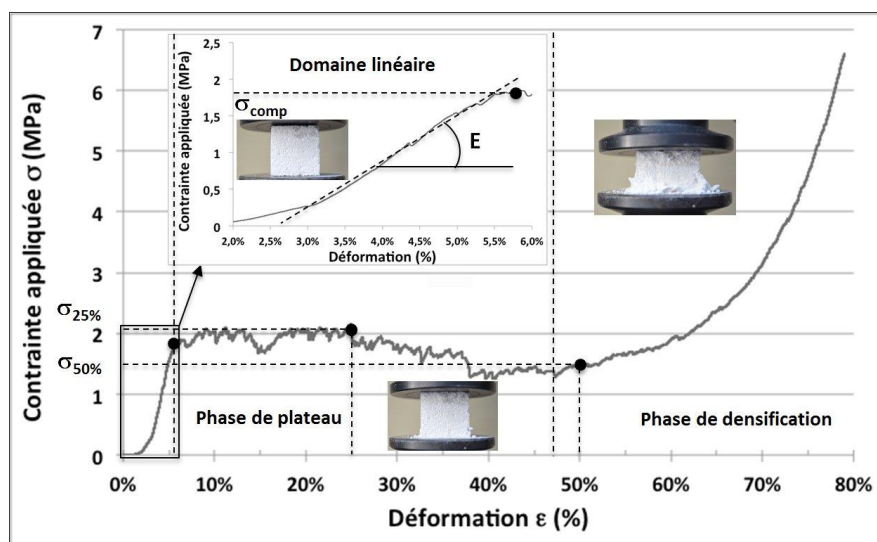


Fig.3. Exemple d'évolution contrainte - déformation en compression d'une mousse d'alumine

A partir de 50% d'écrasement environ, la contrainte appliquée repart à la hausse (« Phase de densification »). L'échantillon ne présente plus aucune tenue mécanique (effondrement total du squelette solide) et on assiste à une densification de la matière à l'état granulaire.

Pour les 15 éprouvettes testées, les valeurs moyennes caractéristiques des contraintes ont été reportées dans le tableau 1 suivant.

Tableau 1. Valeurs moyennes caractéristiques des contraintes issues de l'essai de compression

Essai de compression		
$\sigma_{25\%}$ en MPa	$\sigma_{50\%}$ en MPa	σ_{comp}
$1,60 \pm 0,50$	$1,55 \pm 0,30$	$2,01 \pm 0,51$

Ces valeurs moyennes sont en cohérence avec celles obtenues par Montanaro et al [6].

3.2. Propriétés d'élasticité

Pour les méthodes expérimentales décrites précédemment, les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson sont reportées dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2. Valeurs moyennes des propriétés d'élasticité

Type d'essai	Nombre d'échantillons	Taux de porosité moyen	Valeur moyenne du module d'Young (GPa)	Valeur moyenne du coefficient de Poisson
Compression	15	$87,5 \pm 0,2$	$5,95 \pm 1,50$	-
Echographie ultrasonore	15	$86,6 \pm 0,3$	$13,23 \pm 2,62$	$0,24 \pm 0,01$
Résonance (RFDA)	1	$86,9 \pm 0,2$	$2,62 \pm 0,30$	$0,21 \pm 0,01$

Même si ces valeurs nécessitent confirmation (en particulier pour les mesures en résonance qui ont fait l'objet de l'analyse d'un seul échantillon), on peut constater que les valeurs du module d'Young obtenues par les trois méthodes diffèrent légèrement, la méthode ultrasonore donnant les valeurs les plus élevées, et celle en résonance les plus faibles. Voici quelques pistes pour justifier ces différences :

- Ces différences entre techniques non destructives (dynamiques pour les méthodes ultrasonores et en résonance) et destructive (statique pour l'essai de compression) peuvent s'expliquer par la fréquence et l'amplitude de sollicitation : les techniques non destructives présentent des fréquences de sollicitation élevées avec une faible amplitude tandis que l'essai de compression s'effectue avec une amplitude importante. Donc bien que le squelette solide (alumine) de ces matériaux poreux ait un comportement linéaire fragile purement élastique, la présence d'une forte proportion de pores peut engendrer une dépendance des propriétés d'élasticité (module dynamique) vis à vis de la fréquence, même sous sollicitation extrêmement faible. On peut également noter que la forte atténuation des ondes dans ces matériaux très absorbants affecte la qualité des réponses expérimentales.

- Les valeurs obtenues en compression peuvent être également légèrement sous-estimées. Ceci peut être dû à la difficulté de déterminer précisément les bornes du domaine linéaire (identification précise du début du pied de courbe et de la fin de la zone) couplée aux petites singularités (micro-ruptures) dans cette zone. En effet, la déformation calculée intègre certainement les contributions (i) des déformations de la traverse et (ii) celles dues aux jeux éventuels dans la machine d'essais en plus de celle de l'éprouvette. En tout cas, cette sous-estimation est souvent observée lors d'essais mécaniques de compression pratiqués sur des matériaux céramiques. Même s'il n'est pas parfaitement adapté à la détermination des propriétés d'élasticité (impossibilité d'évaluer le coefficient de Poisson), cet essai a néanmoins le mérite d'être capital dans l'objectif de dimensionner une paroi de four soumise à un chargement statique.

- Une petite différence de taux de porosité est observée en fonction des dimensions des échantillons prélevés au sein de la brique initiale. Plus les échantillons sont de petite taille, plus ils présentent un taux de porosité faible. Ceci peut être attribué soit à l'hétérogénéité de la brique initiale en fonction de la zone de prélèvement des différentes éprouvettes, soit à l'étape d'usinage qui a probablement pour effet d'éliminer quelques grosses cellules en périphérie.

Concernant le coefficient de Poisson, les valeurs sont assez similaires à celles d'une alumine dense

3.3. Comparaison des valeurs expérimentales du module d'Young avec les modèles de prédiction de Ashby

Les valeurs du module d'Young précédentes ont été comparées aux modèles de prédiction de Ashby. Deux expressions différentes de ces modèles analytiques semi-empiriques issus de calculs micromécaniques ont été proposées [5] :

$$E = E_0 \cdot \frac{1 - \pi}{1 + \pi} \quad (4) \qquad E = E_0 \cdot \left(A \cdot \pi^2 \cdot (1 - \pi)^2 + B \cdot (1 - \pi) \cdot (1 - \pi) \right) \quad (5)$$

avec E_0 , le module de Young du matériau exempt de pores, π le taux de porosité totale, A et B des constantes de proportionnalité à peu près égales à 1 et π un paramètre d'extrapolation.

L'équation (4) est représentative d'une microstructure de matériau comportant majoritairement des pores interconnectés (ouverts ou débouchants) alors que l'équation (5) est caractéristique d'une porosité plutôt fermée (cellules isolées les unes des autres). Dans l'équation (5), les effets combinés de flexion des parois et de traction des faces subis par une cellule individuelle (modélisée comme une cavité de forme cubique) à l'échelle microscopique au cours de sa compression sont pris en considération. D'une manière générale, la valeur du paramètre π s'échelonne typiquement de 0,6 à 0,8 [7] pour la plupart des matériaux cellulaires (valeurs extrapolées à partir de très nombreuses données expérimentales obtenues pour différentes mousses de matériaux). C'est pourquoi une valeur de 0,8 a été choisie dans le cadre de cette étude.

La mise en œuvre de ces modèles nécessite la connaissance du module d'Young du matériau dense sans les pores (E_0) qui a été choisi de l'ordre de 380 GPa, ce qui est le cas pour une alumine polycristalline pure et dense de microstructure fine [8].

La figure 4 de la page suivante montre les résultats obtenus.

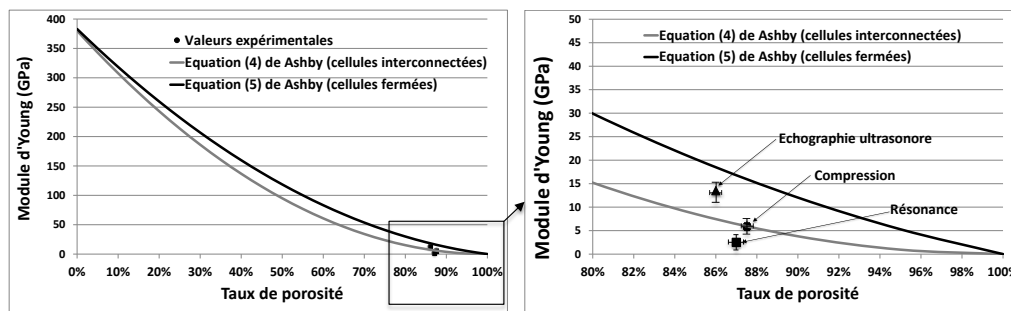


Fig.4. Comparaison des valeurs expérimentales du module d'Young avec les modèles de prédiction de Ashby

Les valeurs expérimentales sont proches des valeurs analytiques d'Ashby. La microstructure (Fig. 1) fait certes état d'interconnexions entre les cellules mais ces porosités débouchantes sont relativement peu nombreuses en comparaison de celles observées dans le cadre d'une étude antérieure effectuée sur des matériaux cellulaires à base de kaolin [9] et pour laquelle le modèle de l'équation (4) était plus proche les valeurs expérimentales.

5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans le cadre de cette étude, une mousse d'alumine commerciale a été caractérisée d'un point mécanique. Son comportement en compression a montré trois étapes bien distinctes : (i) comportement quasi-élastique linéaire, (ii) phase de plateau avec diminution légère de la valeur de contrainte à la rupture et (iii) densification autour de 50% de déformation accompagnée d'une augmentation de la contrainte de compression. Ce comportement est particulièrement typique de celui des matériaux cellulaires en général. De plus, les valeurs du module d'Young obtenues par trois méthodes (compression et méthodes non destructives) sont différentes. La dépendance de ces matériaux vis à vis de la fréquence de sollicitation est donc à confirmer en faisant varier la fréquence de mesure par ondes ultrasonores. Les valeurs obtenues en résonance par la méthode RFDA sont également à confirmer sur d'autres échantillons. En fin, le modèle prédictif de Ashby a permis de montrer d'un point de vue de la microstructure que les cellules de cette mousse d'alumine étaient faiblement interconnectées, ce qui est en accord avec les observations réalisées au microscope électronique à balayage.

RÉFÉRENCES

- [1] Studart, A.R., Gonzenbach, U.T., Tervoort, E., Gauckler, L.J., Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 89, no. 6, 2006, p. 1771 – 1789.
- [2] Tessier-Doyen, N., Glandus, M., Huger, M., Experimental and numerical study of elastic behavior of heterogeneous model materials with spherical inclusions, *Journal of Materials Science*, vol. 42, no. 14, 2007, p. 5826 – 5834.
- [3] ASTM E 1865-01, Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration, ASTM International, United States.
- [4] Voiconi, T., Marsavina, L., Linul, E., Kováčik, J., Determination of elastic and damping properties for closed-cell aluminium foams using impulse excitation technique, XIIIth Youth Symposium on Experimental Solid Mechanics, June 29th – July 2nd, Děčín, Czech Republic, 2014, p. 141 – 144.
- [5] RFDA MF basic, Manual Version 1.0, IMCE N.V., Genk, Belgium.
- [6] Montanaro, L., Jorand, Y., Fantozzi, G., Negro, A., Ceramic Foams by Powder Processing, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 18, 1998, p. 1339 – 1350.
- [7] Gibson L.J, *Cellular Solids, Structure and properties*, second ed., Cambridge University Press, Cambridge, 1997.
- [8] Sciamanna, V., Naït-Ali, B., Gonon, M., Mechanical properties and thermal conductivity of porous alumina ceramics obtained from particle stabilized foams, *Ceramics International*, vol. 41, 2015, p. 2599 – 2606.
- [9] Bourret, J., Tessier-Doyen, N., Naït-Ali, B., Pennec, F., Alzina, A., Peyratout, C.S., Smith, D.S., Effect of the pore volume fraction on the thermal conductivity and mechanical properties of kaolin-based foams, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 33, 2013, p. 1487 – 1495.