
**Céramiques techniques — Méthode
d'essai pour la résistance de
l'interface des matériaux céramiques
à températures élevées**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Test method for interfacial bond strength of ceramic materials at
elevated temperatures*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17095:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204aa5aa-4adf-4827-a27a-14cbd9ca19ca/iso-17095-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17095:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204aa5aa-4adf-4827-a27a-14cbd9ca19ca/iso-17095-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et termes abrégés	2
5 Principe	3
6 Appareillage	4
6.1 Machine d'essai.....	4
6.2 Machine de chauffage.....	4
6.3 Instruments de mesure et d'affichage de la température.....	5
6.4 Acquisition des données.....	5
6.5 Dispositif de mesure des dimensions.....	5
6.6 Montage d'essai.....	6
7 Éprouvettes	8
7.1 Taille de l'éprouvette.....	8
7.2 Préparation de l'éprouvette.....	8
8 Mode opératoire d'essai	9
8.1 Mode d'essai et vitesse.....	9
8.2 Préparation des éprouvettes.....	9
8.3 Mesurage de la surface collée en croix.....	9
8.4 Mesurage de la résistance à la traction.....	9
8.5 Mesurages de la résistance au cisaillement.....	10
9 Calcul des résultats	11
9.1 Résistance à la traction de l'interface.....	11
9.2 Résistance au cisaillement de l'interface.....	12
10 Rapport d'essai	12
Bibliographie	14

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2, www.iso.org/directives.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/patents.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

[ISO 17095:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204aa5aa-4adf-4827-a27a-14cbd9ca19ca/iso-17095-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204aa5aa-4adf-4827-a27a-14cbd9ca19ca/iso-17095-2013>

Céramiques techniques — Méthode d'essai pour la résistance de l'interface des matériaux céramiques à températures élevées

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode d'essai permettant de déterminer la résistance à la traction et la résistance au cisaillement de l'interface d'un assemblage céramique-céramique, céramique-métal et céramique-verre à des températures élevées, par des essais de compression réalisés sur des éprouvettes collées en croix. Elle décrit les méthodes de préparation des éprouvettes, les modes d'essai et les vitesses (de chargement ou de déplacement), le recueil des données et les procédures de consignation dans un rapport.

La présente Norme internationale s'applique principalement aux matériaux céramiques, notamment les céramiques techniques monolithiques et les composites céramiques renforcés par des trichites, des fibres ou des particules. La présente méthode d'essai peut être utilisée pour la recherche sur les matériaux, la maîtrise de la qualité et la production de données de caractérisation et de conception.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 7500-1, *Matériaux métalliques — Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction/compression — Vérification et étalonnage du système de mesure de force*

CEI 60584-1, *Couples thermoélectriques — Partie 1: Tables de référence*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

céramique technique

matériau céramique inorganique et principalement non métallique, de haute technologie et à hautes performances, possédant des attributs fonctionnels spécifiques

3.2

échantillon collé en croix

échantillon pour essai en forme de croix symétrique, préparé en assemblant deux barres rectangulaires de même forme et de même taille

Note 1 à l'article: Voir [Figure 1](#).

Note 2 à l'article: Les deux barres assemblées pour former l'échantillon collé en croix peuvent être constituées du même matériau ou de matériaux différents.

Note 3 à l'article: L'approche utilisée pour l'assemblage peut être une liaison chimique ou physique.

Note 4 à l'article: Il convient d'assembler les deux barres perpendiculairement et symétriquement à $\pm 1^\circ$ près ($\alpha = 90^\circ \pm 1^\circ$).

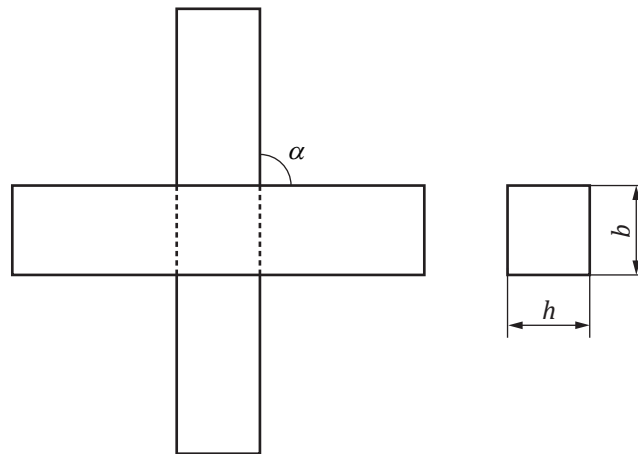


Figure 1 — Représentation schématique d'un échantillon collé en croix

3.3 charge de rupture en traction

charge de traction maximale appliquée à l'interface au cours d'un essai de résistance à la traction

3.4 résistance à la traction

contrainte de traction moyenne maximale appliquée à l'interface au cours d'un essai de résistance

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Note 1 à l'article: La résistance à la traction est calculée à partir de la charge de rupture en traction et de la surface collée.

ISO 17095:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204aa5aa-4adf-4827-a27a-14cbd9ca19ca/iso-17095-2013>

3.5 charge de rupture en cisaillement

charge de cisaillement maximale appliquée à l'interface au cours d'un essai de cisaillement sur un échantillon collé en croix

3.6 résistance au cisaillement

contrainte de cisaillement moyenne maximale appliquée à l'interface au cours d'un essai de résistance au cisaillement.

Note 1 à l'article: La résistance au cisaillement est calculée à partir de la charge de rupture en cisaillement et de la surface soumise au cisaillement

4 Symboles et termes abrégés

Pour les besoins du présent document, les symboles et désignations indiqués dans le [Tableau 1](#) s'appliquent.

Tableau 1 — Symboles et désignations

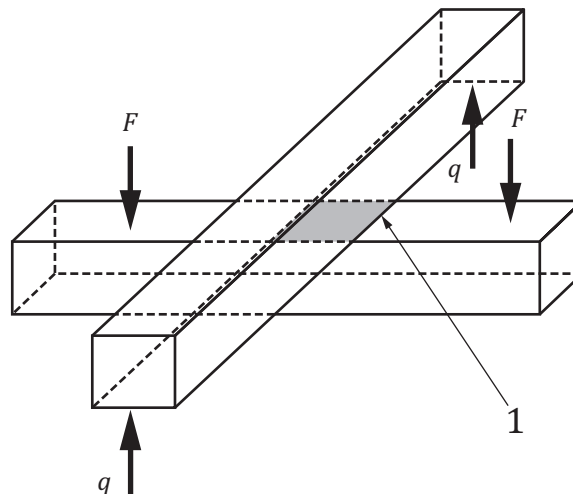
Symbole	Désignation	Unité	Références
<i>l</i>	Longueur de l'éprouvette	mm	Tableau 2
<i>h</i>	Épaisseur de l'éprouvette	mm	Figure 1, Tableau 2
<i>b</i>	Largeur de l'éprouvette	mm	Figure 1, Tableau 2
α	Angle vertical de l'échantillon collé en croix	°	Figure 1
<i>D</i>	Diamètre de la bille dans la tête de pression	mm	Figure 3

Tableau 1 (suite)

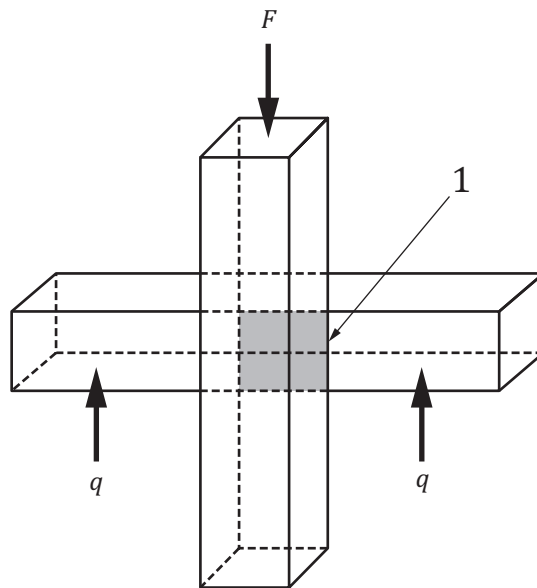
Symbole	Désignation	Unité	Références
σ_t	Résistance à la traction	MPa	Équation (1)
τ	Résistance au cisaillement	MPa	Équation (4)
P_c	Charge critique pour le décollement	N	Équations (1), (4)
A_1	Surface soumise à la traction	mm ²	Équation (1)
A_2	Surface soumise au cisaillement	mm ²	Équation (4)
n	Nombre d'essais valides	1	Équations (2), (3), (5), (6)
$\bar{\sigma}_t$	Résistance moyenne à la traction	MPa	Équation (2)
$\bar{\tau}$	Résistance moyenne au cisaillement	MPa	Équation (5)
s	Écart-type	MPa	Équations (3), (6)

5 Principe

Un échantillon collé en croix est chargé en compression, ce qui produit une contrainte de traction ou de cisaillement à l'interface jusqu'à ce qu'il se produise un décollement au niveau de l'interface aux températures d'essai. Deux formes différentes de montage de l'échantillon collé en croix sont conçues pour mesurer la résistance à la traction et la résistance au cisaillement de l'interface, respectivement. Dans le premier cas, une contrainte de traction uniaxiale est générée lorsque l'échantillon pour essai est soumis à une charge de compression, comme illustré à la [Figure 2 a](#)). Dans le second cas, un échantillon collé en croix est chargé en compression pour induire une rupture par cisaillement au niveau de l'interface, comme illustré à la [Figure 2 b](#)). L'essai est généralement réalisé à une vitesse de déplacement constante de la traverse à des températures élevées. La charge de rupture et la surface collée sont utilisées pour calculer la résistance à la traction et au cisaillement.



a) Représentation schématique du chargement, du support et de la surface collée d'un échantillon collé en croix lors de l'essai de résistance à la traction



b) Représentation schématique du chargement, du support et de la surface collée d'un échantillon collé en croix lors de l'essai de résistance au cisaillement

Légende

- 1 surface collée
- F charge appliquée
- q contrainte uniforme résultante sur les surfaces de support

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 2 — Représentation schématique du mesurage de la résistance à la traction et au cisaillement en soumettant l'éprouvette collée en croix à une charge de compression

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/17095-2013>
14cbd9ca19ca/iso-17095-2013

6 Appareillage

6.1 Machine d'essai

Une machine d'essai appropriée permettant d'obtenir une vitesse uniforme de la traverse doit être utilisée. La machine d'essai doit être conforme à l'ISO 7500-1, Classe 1, avec une exactitude de 1 % de la charge indiquée au cours des essais de compression ou de traction.

6.2 Machine de chauffage

6.2.1 Généralités

Le four doit pouvoir chauffer le montage d'essai et l'éprouvette tout en maintenant une température uniforme et constante pendant l'essai de résistance de l'assemblage, au cours duquel il convient que de l'air, un gaz inerte ou en environnement sous vide soit disponible pour répondre aux exigences de l'essai. Si un gaz inerte et une chambre à vide sont utilisés et qu'il est nécessaire de transmettre la charge dans un joint, des soufflets ou un raccord, il faut vérifier que les pertes de charge ou les erreurs sont inférieures à 1 % des charges de rupture attendues.

6.2.2 Stabilité thermique de l'éprouvette

Le four doit être commandé par un dispositif permettant de maintenir une température constante à ± 2 °C près au maximum dans l'espace de travail du four, pendant tout le temps où l'éprouvette est chargée et jusqu'à sa rupture.

6.2.3 Uniformité de la température d'essai

Le four doit permettre de maintenir l'éprouvette à une température uniforme. Il faut s'assurer au préalable que la température de l'éprouvette ne peut pas varier de plus de 10 °C après un temps de maintien de 15 min à la température d'essai requise.

6.2.4 Vitesse de chauffe du four

Le dispositif de commande du four doit également permettre de contrôler la vitesse de chauffe du four et d'éviter les surchauffes.

6.2.5 Stabilité du four

Le temps mis par le système pour atteindre l'équilibre thermique à la température d'essai doit être déterminé pour la température d'essai prévue.

6.3 Instruments de mesure et d'affichage de la température

6.3.1 Généralités

L'équipement de mesure de la température par thermocouple doit avoir une résolution d'au moins 1 °C et une exactitude de 5 °C ou meilleure. Les pyromètres optiques, s'ils sont utilisés, doivent avoir une résolution d'au moins 5 °C et une exactitude de 10 °C ou meilleure.

NOTE 1 La résolution n'est pas censée être confondue avec l'exactitude. Attention aux instruments qui ont une résolution (lecture) de 1 °C, mais une exactitude de seulement 10 °C; par exemple un instrument ayant une exactitude de 1 % est seulement précis à ± 12 °C près à une température de 1 200 °C.

NOTE 2 Les instruments de mesure de la température par thermocouple approximent généralement les tables de température/force électromotrice (FEM), mais avec une erreur de quelques degrés.

6.3.2 Thermocouples

Des thermocouples conformes à la CEI 60584-1 doivent être utilisés. Le thermocouple doit avoir une faible inertie thermique (le diamètre des fils ne doit pas être supérieur à 0,5 mm). Les thermocouples doivent avoir une longueur suffisante dans le four (pour assurer la conduction thermique le long des fils). L'embout du thermocouple de mesure doit être aussi proche que possible de l'éprouvette ou en contact avec elle.

6.3.3 Vérification du système de mesure de la température par thermocouple

Les thermocouples doivent être contrôlés périodiquement car l'étalonnage peut dériver en cours d'utilisation ou en cas de contamination.

6.4 Acquisition des données

Obtenir au moins un enregistrement autographique de la charge appliquée en fonction du déplacement de la traverse ou de la durée de l'essai.

Utiliser soit des enregistreurs sur bande analogiques, soit des systèmes d'acquisition de données numériques. Les dispositifs d'enregistrement doivent être précis à 1 % près sur la plage choisie de l'équipement d'essai, y compris l'unité de lecture, et avoir un taux minimal d'acquisition de données de 10 Hz, une réponse de 50 Hz étant jugée plus que suffisante.

6.5 Dispositif de mesure des dimensions

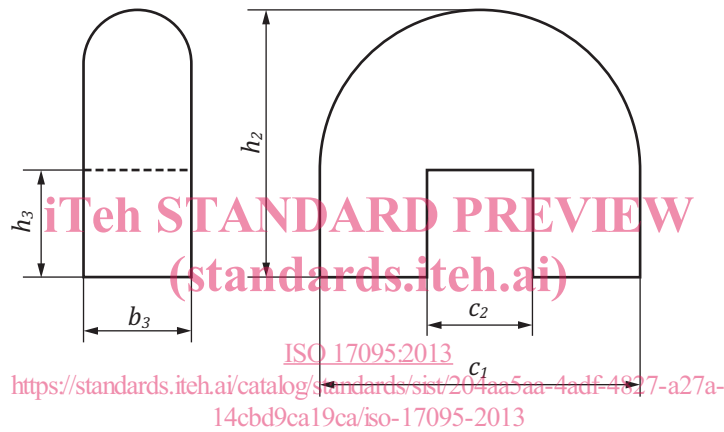
Les micromètres et autres dispositifs utilisés pour mesurer les dimensions linéaires doivent avoir une précision d'au moins 0,01 mm et doivent être conformes à l'ISO 3611. Le micromètre ne doit pas avoir

d'embout rond ou pointu car ceci pourrait endommager l'éprouvette. D'autres dispositifs de mesure des dimensions peuvent être utilisés à condition qu'ils aient une résolution de 0,01 mm ou meilleure.

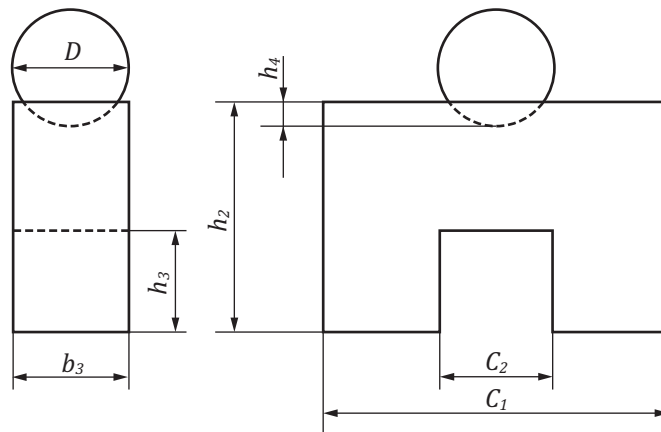
6.6 Montage d'essai

6.6.1 Généralités

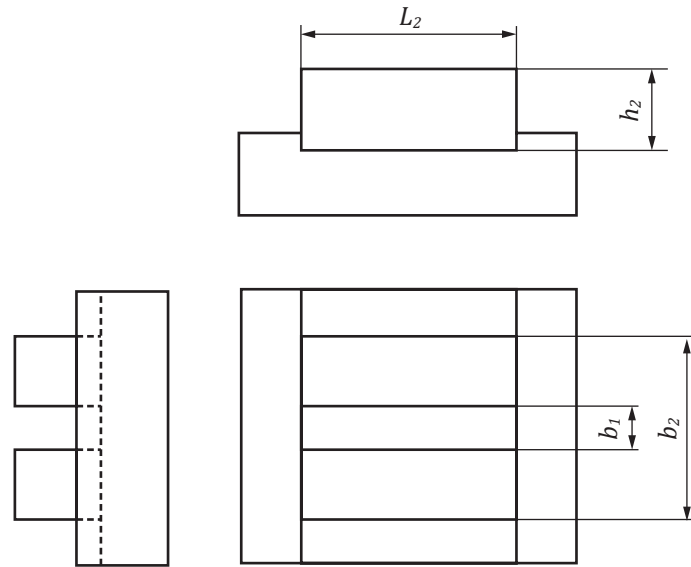
Il existe plusieurs types de montage pour la compression des matériaux céramiques collés. Des schémas de montages d'essai sont illustrés à la [Figure 3](#). Pour éviter toute contrainte asymétrique dans l'échantillon, le sommet de la tête de pression est usiné en forme d'arc dans deux directions perpendiculaires et il convient qu'il passe par la ligne médiane de la tête de pression, comme illustré à la [Figure 3 a](#)). Autrement, une petite bille est incrustée au centre de la surface supérieure de la tête de pression et il convient que le centre de cette bille passe par la ligne médiane de la tête de pression, comme illustré à la [Figure 3 b](#)). Cela permet de réaliser un point de contact au sommet et au centre de la tête de pression au cours du processus de compression. Le support doit être approprié et avoir une travée mobile (largeur de la rainure) de manière à pouvoir insérer l'échantillon collé en croix dans le montage librement et avec un contact en douceur, comme illustré à la [Figure 3 c](#)).



a) Tête de pression utilisée pour appliquer la charge lors des essais de résistance à la traction



b) Autre tête de pression utilisée pour appliquer la charge lors des essais de résistance à la traction



c) Dispositif de support pour les essais de résistance à la traction et au cisaillement

Figure 3 — Représentation schématique des montages d'essai

La tête de pression est conçue pour appliquer la charge de traction au niveau de l'interface lors des essais de résistance à la traction, ce qui est inutile pour mesurer la résistance au cisaillement. Il convient d'ajouter le poids de la tête de pression à la charge finale pour calculer la résistance.

Pour éviter toute contrainte de traction asymétrique, il est recommandé que la largeur de la tête de pression soit égale à celle de l'échantillon pour l'essai, c'est-à-dire $b = b_3$.

La tolérance sur le parallélisme des faces longitudinales opposées de la partie inférieure du montage (support) ne doit pas dépasser 0,01 mm et il convient que les surfaces supérieures et inférieures soient des plans lisses.

Lorsque l'échantillon collé en croix est placé dans le montage d'essai, comme illustré à la [Figure 5](#) et à la [Figure 6](#), la barre intérieure est en contact en douceur avec les deux surfaces intérieures du support, sans frottement lorsqu'elle se déplace.

Il convient que l'épaisseur de la tête de pression soit légèrement inférieure à la largeur de la rainure et que la hauteur soit supérieure à l'épaisseur de la barre, c'est-à-dire $b_3 < b_1$, $h_3 > h$.

6.6.2 Matériau constituant le montage

Le matériau constituant le montage doit être aussi inerte que possible dans les conditions d'essai utilisées. Le montage doit être résistant à l'oxydation si l'essai est réalisé dans l'air. Le montage doit avoir une réaction chimique négligeable avec l'éprouvette et ne doit pas la contaminer. Le montage doit rester élastique dans les plages de charge et de température utilisées. Le support peut être en céramique avec un module d'élasticité compris entre 200 GPa et 500 GPa et une résistance à la flexion supérieure à 250 MPa aux températures élevées. Le carbure de silicium convient comme matériau pour le montage. Les carbures de silicium pressés à chaud ou frittés avec une faible teneur en additifs sont élastiques jusqu'à une température supérieure à 1 500 °C. Les carbures de silicium siliconés et l'alumine de grande pureté sont moins chers, mais peuvent présenter une déformation par fluage aux températures supérieures à 1 200 °C.