

## **ED SMAER**

### **Sujet de thèses 2014**

Laboratoire : Institut Jean Le Rond d'Alembert CNRS UMR 7190

Etablissement de rattachement : Université Pierre et Marie Curie

Directeur de thèse et section CNU ou CNRS : Patrick Da Costa, IJLRA, équipe FRT

Codirection et section CNU ou CNRS : CNU 62

Titre de la thèse : Etude du vieillissement thermique et chimique des revêtements d'Alumine- $\gamma$  dans les pots catalytiques automobiles : fragmentation, écaillage.

Collaborations dans le cadre de la thèse : Dominique Leguillon IJLRA équipe Mises

Rattachement à un programme : Non

Le sujet peut être publié sur le site web de l'ED SMAER : OUI ~~NON~~

#### **Résumé du sujet :**

Dans les convertisseurs catalytiques pour automobiles, une structure en nid d'abeilles est recouverte d'une fine couche d'alumine- $\gamma$  qui sert de support au catalyseur. Une dégradation des performances catalytiques peut être provoquée par des effets thermiques et chimiques, elle conduit à la formation d'un réseau de fissures (faïençage) puis au décollement d'écailles qui réduisent la surface efficace. Comprendre la formation des fissures et l'effritement qui suit constitue, encore maintenant, un défi en mécanique de la rupture.

Pour modéliser la nucléation de fissures dans les matériaux fragiles, la nécessité de faire appel à deux conditions, l'une impliquant l'énergie et la ténacité du matériau et l'autre les contraintes et la résistance en traction, a été démontrée il y a une dizaine d'années au laboratoire. La condition en contrainte définit un seuil en dessous duquel la formation du réseau de fissures est inhibée. Au delà, en fonction de la ténacité du matériau, la quantité d'énergie accumulée peut être suffisamment importante pour permettre la formation d'un réseau plus ou moins dense de fissures.

Après cette première étape, lorsque les fissures traversent la couche mince, une déviation de celles-ci le long de l'interface couche mince/support peut entraîner le décollement des écailles nouvellement créées (délaminage), et aboutir à leur arrachement.

Ce travail s'inscrit dans une collaboration entre deux équipes de l'Institut Jean Le Rond d'Alembert : l'équipe FRT, qui dispose de moyens expérimentaux (campus de St Cyr) et qui prendra en charge les aspects caractérisation du matériau à différentes périodes du processus de vieillissement ; et l'équipe MISES, pour les aspects théoriques (Campus Jussieu) de modélisation et prédiction des mécanismes conduisant à l'écaillage.

**Sujet développé** (à présenter en 2 ou 3 pages maximum,  
en précisant notamment le contexte, les objectifs, les résultats attendus)

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre deux équipes de l'Institut Jean Le Rond d'Alembert : l'équipe FRT, qui dispose de moyens expérimentaux, et l'équipe MISES, pour les aspects théoriques qui a débutée en 2012. Il semble évident que seul un dialogue étroit entre les participants au projet de chacune des équipes permettra d'aboutir, les compétences étant strictement complémentaires.

• **Contexte dans l'équipe FRT (campus St Cyr)**

L'équipe FRT dispose d'une réputation internationale dans le domaine de la dépollution de l'air et plus particulièrement dans le domaine du post-traitement automobile. Ces dernières années de nombreuses études ont été menées sur les aspects de vieillissements des catalyseurs automobiles au cours du temps ce qui a conduit à la mises en place de moyens d'essais expérimentaux permettant de simuler des roulages réels de véhicules.

• **Contexte dans l'équipe MISES (campus Jussieu)**

L'équipe MISES dispose d'une solide réputation nationale et internationale dans le domaine de la mécanique de la rupture pour les aspects théoriques et numériques. Les travaux ainsi menés ont des applications dans de nombreux domaines industriels : tenue des structures métalliques pour le nucléaire, rupture des structures céramiques en aéronautique, délaminage des composites stratifiés, exploitation pétrolière et problèmes d'enfouissement...

• **Les objectifs à atteindre**

Le problème posé ici présente de nombreux verrous scientifiques à lever.

- Modélisation du vieillissement thermique et chimique. Les données matériaux et les caractérisations physico-chimiques (Surface, Phases cristallographiques en présence, etc.) fournies par l'équipe FRT lors des simulations expérimentales du vieillissement seront ici essentielles sachant en particulier que le vieillissement chimique intervient vraisemblablement par changement de phase de l'Alumine. Ce savoir faire en caractérisation de matériaux vieillis est reconnu dans l'équipe (Adouane et al. (2013), Adamowska et al. (2013))

- Modélisation de la fragmentation (faïençage). Des études dans ce domaine n'ont été abordées que très récemment dans le cadre de la mécanique de la rupture fragile et restent encore pour une bonne part incomplètes (Jenkins, 2009 ; Bahr et al., 2010 ; Shao et al., 2010 ; Jiang et al., 2012). Diverses composantes de l'équipe MISES ont également abordé de sujet avec des approches différentes et le laboratoire dispose donc d'un embryon de connaissances rarement réunies dans une seule équipe (Maurini et al., 2013 ; Leguillon, 2013 ; Leon Baldelli, 2013 ; Sicsic et al., 2014).

- Modélisation de l'écaillage. Il faut à la fois prédire l'amorçage, puis la croissance des fissures de délaminage (séparation de la couche mince et du support) et enfin l'arrachement final. Deux approches sont possibles en 2D (décollement le long des arêtes) et en 3D (décollement partant du coin). Seules les observations expérimentales permettront de discriminer le modèle 2D du modèle 3D. Quelques rares études sur le décollement des composants électroniques semblent montrer que c'est plutôt le mécanisme 2D qui l'emporte (Borgesen ; Mahalingam, 2001 et 2005) mais il reste à vérifier que cette situation s'étend au cas qui nous intéresse. Notons qu'il n'existe actuellement aucun modèle 3D hormis celui qui a fait l'objet d'une publication très récente et encore en cours d'expertise (Leguillon, 2014).

### • Les résultats attendus

Si tous les objectifs ci-dessus sont atteints, on peut espérer pouvoir édicter un certain nombre de recommandations pour la réalisation de ces structures à base de nid d'abeille : épaisseur des couches minces à déposer, température maximum de fonctionnement, propriétés mécaniques des composants (dans la mesure où celles-ci sont adaptables)...

### • Plan

Outre la phase préliminaire de bibliographie et la phase finale de rédaction, chacune des étapes ci-dessous s'appuiera sur des données expérimentales apportées par l'équipe FRT St Cyr. Deux stages de Master seront les supports à ces données en 2015 et 2016.

- Etude du faïençage sur support rigide puis sur support élastique à l'aide d'un modèle 2D.
- Etude du faïençage dans les mêmes conditions à l'aide d'un modèle 3D.
- Comparaison. Rôle de l'épaisseur de la couche mince et du contraste entre matériaux.
- Etude de l'amorçage du décollement à l'aide de modèles 2D puis 3D. Comparaison des seuils d'apparition à l'aide du critère couplé (Leguillon, 2002 ; Leguillon, 2014).
- Etude de la croissance du délaminage et arrachement final des écailles.
- Détermination des seuils en température conduisant à ces mécanismes (faïençage, amorçage, croissance, arrachement).

Le (la) doctorant(e) recruté(e) devra consacrer une partie de son temps (20%) aux essais de caractérisation et consacrer le reste aux aspects modélisations théorique et numérique.

### • Remarque

Ce sujet a déjà fait l'objet d'un stage de M1 au printemps 2013 qui a donné lieu à deux communications dans des congrès (Adamowska et al., 2013 ; Leguillon et al., 2014) et fera encore l'objet d'un stage M2 au printemps 2014. Ces stages ont été accomplis par la même étudiante, ce qui en fait une candidate potentielle privilégiée.

### • Références

- Adamowska M., Lauga V., Da Costa P. Elaboration of an accelerated oven CNG heavy duty vehicles catalyst ageing for road ageing simulation (2013), *Topics in catalysis*, **56**, 267-272
- Adamowska M., Haddad O., Leguillon D., Da Costa P. (2013). On the comprehension of mechanical, thermal and chemical evolution of exhaust gases after treatment catalysts, International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials, THERMEC'2013, Las Vegas, USA, December 2-6, 2013.
- Adouane D., Teixeira M., Da Costa P. (2013) Influence of catalyst composition on NOx Trap performances *Topics in catalysis*, **56**, 261-266,
- Bahr H.A., Weiss H.J., Bahr U., Hofmann M., Fisher G., Lampenscherf S., Balke H. (2010). Scaling behavior of thermal shock crack patterns and tunneling cracks driven by cooling or drying, *J. Mech. Phys. Solids*, **58**, 1411-1421.
- Borgesen P., Blass D., Sribari K. Flip chip reliability, Universal instruments, [http://www3.uic.com/wcms/images2.nsf/\(GraphicLib\)/FlipChipReliability.pdf](http://www3.uic.com/wcms/images2.nsf/(GraphicLib)/FlipChipReliability.pdf).
- Jenkins D.R. (2009). Determination of crack spacing and penetration due to shrinkage of a solidifying layer, *Int. J. Solids Structures*, **46**, 1078-1084.
- Jiang C.P., Wu X.F., Li J., Song F., Shao Y.F., Xu X.H., Yan P. (2012). A study of the mechanism of formation and numerical simulations of crack patterns in ceramics subjected to thermal shock. *Acta Mater.*, **60**, 4540-4550.
- Leguillon D. (2002). Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch, *Eur. J. of Mechanics – A/Solids*, **21**, 61-72.
- Leguillon D. (2013). A simple model of thermal crack pattern formation using the coupled criterion. *C. R. Mécanique*, **341**, 538-546.

- Leguillon D. (2014). An attempt to extend the 2D coupled criterion for crack nucleation in brittle materials to the 3D case. Submitted to *Eur. J. mech. A/Solids*.
- Leguillon D., Haddad O., Adamowska M., Da Costa P. (2014). Crack pattern formation and spalling in functionalized thin films, 20th European Conference on Fracture (ECF20), Trondheim, Norway, June - July 4, 2014.
- Leon Baldelli A.A. (2013). On fracture of thin films: a variational approach. Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, Paris.
- Mahalingam S., 2001. Flip chip reliability – Issues in underfill selection, Masters Thesis, State University of New York at Binghamton, Binghamton, NY 13902.
- Mahalingam S., 2005. Study of interfacial crack propagation in flip chip assemblies with nano-filled underfill materials, PhD thesis, Georgia Institute of Technology, Atlanta, Georgia. doi=10.1.1.91.6202.
- Maurini C., Bourdin B., Gauthier G., Lazarus V., 2013. Crack patterns obtained by unidirectional drying of a colloidal suspension in a capillary tube : experiments and numerical simulations using a two-dimensional approach, *Int. J. Fract.*, **184**, 75-91.
- Quesada D., Leguillon D., Putot C. (2009). Multiple failures in or around a stiff inclusion embedded in a soft matrix under a compressive loading, *Eur. J. Mech. - A/Solids*, **28**, 668-679.
- Shao Y., Xu X., Meng S., Bai G., Jiang C., Song F., 2010. Crack patterns in ceramic plates after quenching, *J. Am. Ceram. Soc.*, 93(10), 3006-3008.
- Sicsic P., Marigo J.J., Maurini C., 2014. Initiation of a periodic array of cracks in the thermal shock problem: a gradient damage modeling, *J. Mech. Phys. Solids*, **63**, 256-284.