

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale

WO 2014/023729 A1

(43) Date de la publication internationale  
13 février 2014 (13.02.2014)

WIPO | PCT

- (51) Classification internationale des brevets :  
G01N 3/60 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2013/066478
- (22) Date de dépôt international :  
6 août 2013 (06.08.2013)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
12 57701 8 août 2012 (08.08.2012) FR
- (71) Déposant : COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES [FR/FR]; 25 Rue Leblanc, Bâtiment "Le Ponant D", F-75015 Paris (FR).
- (72) Inventeurs : ROUNTREE, Cindy; 22 rue du bois Michel Pierre, F-91440 Bures-sur-Yvette (FR). BONAMY, Daniel; 1 rue des mésanges, F-91400 Orsay (FR).
- (74) Mandataires : AHNER, Philippe et al.; Brevaalex, 95, rue d'Amsterdam, F-75378 Paris Cedex 8 (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publiée :  
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR MEASURING THE TENACITY OF A MATERIAL

(54) Titre : PROCÉDE DE MESURE DE LA TENACITE D'UN MATERIAU

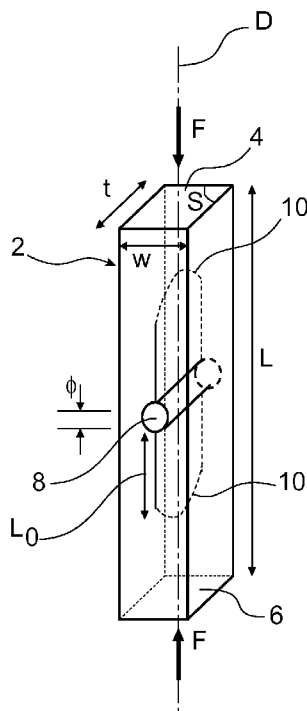


FIG. 1

(57) Abstract : The invention relates to a method for measuring the tenacity  $K_c$  of a material, comprising the following steps: placing a sample of said material, having the shape of a parallelepiped rectangle through the middle of which a central hole extends, between two jaws of a clamping device, each of said jaws engaging with a distant end of the sample; moving the two jaws together so as to exert a force at each of said ends until the sample has completely broken; measuring the variations during the clamping on the basis of the time of the clamping force exerted at each end of the sample; determining the maximum value  $F_0$  of said clamping force; marking three separate areas on the surface of one of the breaking surfaces, i.e. a first area close to the hole having a first type of embossment, a second area having a second type of embossment, and a third area having a third type of embossment that is less pronounced than the second type; measuring the distance  $L_0$  between the edge of the hole and a transition line separating the second area from the third area; and calculating the parameter  $K_c$  on the basis of the force  $F_0$  and distance  $L_0$ .

(57) Abrégé : Procédé de mesure de la ténacité  $K_c$  d'un comportant les étapes suivantes : - placer un échantillon dudit matériau en forme de parallépipède rectangle percé en son milieu d'un trou central entre deux mâchoires d'un dispositif de serrage,

[Suite sur la page suivante]

WO 2014/023729 A1



---

chacune des dites mâchoires appuyant sur une extrémité éloignée de l'échantillon, • - rapprocher les deux mâchoires de manière à exercer une force à chacune des dites extrémités jusqu'à rupture complète de l'échantillon, • - mesurer pendant le serrage les variations en fonction du temps de la force de serrage exercée à chaque extrémité de l'échantillon, • - déterminer la valeur maximale  $F_0$  de ladite force de serrage, • - repérer à la surface d'une des surfaces de rupture trois zones distinctes, soit une première zone à proximité du trou avec un premier type de relief, une deuxième zone avec un deuxième type de relief, et une troisième zone avec un troisième type de relief moins prononcé que le deuxième type, • - mesurer la distance  $L_0$  entre le bord du trou et une ligne de transition séparant la deuxième de la troisième zone, • - calculer le paramètre  $K_c$  en fonction de la force  $F_0$  et de la distance  $L_0$ .

## PROCEDE DE MESURE DE LA TENACITE D'UN MATERIAU

### DESCRIPTION

#### DOMAINE TECHNIQUE

L'invention se situe dans le domaine de la caractérisation des matériaux et concerne plus spécifiquement un procédé de mesure de la ténacité  $K_c$  d'un matériau sans réalisation d'une pré-fissure sur ce matériau.

#### ÉTAT DE LA TECHNIQUE ANTÉRIEURE

La fracture d'un matériau est un phénomène physique qui se produit sous l'effet de la corrosion et/ou de contraintes extérieures. Elle peut être provoquée volontairement, pour découper des pièces à usage industriel par exemple, ou accidentellement. Dans les deux cas il est souhaitable de connaître avec précision la résistance du matériau à la rupture. Cette résistance est caractérisée par un coefficient  $K_c$ , appelé ténacité, dont la connaissance revêt une grande importance dans plusieurs domaines technologiques.

Les techniques de l'art antérieur utilisées pour mesurer la ténacité  $K_c$  d'un matériau nécessitent la réalisation d'une pré-fissure avant d'effectuer un test consistant à appliquer une force sur un échantillon du matériau au moyen d'un dispositif de serrage ou d'une machine de traction et à augmenter cette force pour provoquer la propagation de la pré-fissure jusqu'à la cassure de l'échantillon.

Pour calculer la ténacité  $K_c$ , il faut connaître la longueur  $L_0$  de la pré-fissure juste avant l'instant où elle commence à se propager et la force  $F_0$  appliquée à cet instant. Ces deux mesures sont souvent erronées car, d'une part, il est difficile de déterminer avec précision l'instant exact où la pré-fissure commence à se propager, c'est-à-dire, l'instant où la vitesse passe d'une valeur exactement égale à zéro à une valeur finie, et d'autre part, le fait d'introduire une pré-fissure préalablement à la mise sous contrainte de l'échantillon dans le dispositif de serrage ou la machine de traction ne

permet pas d'avoir une pré-fissure parfaitement fine et parfaitement perpendiculaire aux contraintes imposées.

Un but de l'invention est de pallier les inconvénients des méthodes de l'art antérieur décrit ci-dessus par une technique dans laquelle il n'est pas nécessaire de réaliser une pré-fissure sur le matériau.

## EXPOSÉ DE L'INVENTION

Le but de l'invention est atteint au moyen d'une méthode de mesure de la ténacité  $K_c$  d'un matériau consistant à:

- placer un échantillon dudit matériau en forme de parallélépipède rectangle percé en son milieu d'un trou central entre deux mâchoires d'un dispositif de serrage, chacune desdites mâchoires appuyant sur une extrémité éloignée de l'échantillon,
- rapprocher les deux mâchoires de manière à exercer une force à chacune desdites extrémités jusqu'à rupture complète de l'échantillon,
- mesurer pendant le serrage les variations en fonction du temps de la force de serrage exercée à chaque extrémité de l'échantillon,
- déterminer la valeur maximale  $F_0$  de ladite force de serrage,
- repérer à la surface d'une des surfaces de rupture trois zones distinctes, soit une première zone à proximité du trou avec un premier type de relief, une deuxième zone avec un deuxième type de relief, et une troisième zone avec un troisième type de relief moins prononcé que le deuxième type,
- mesurer la distance  $L_0$  entre le bord du trou et une ligne de transition séparant la deuxième de la troisième zone,
- calculer le paramètre  $K_c$  en fonction de la force  $F_0$  et de la distance  $L_0$ .

Le procédé selon l'invention comporte en outre une étape d'écartement des deux mâchoires après la rupture.

Préférentiellement, le calcul du paramètre  $K_c$  se fait à l'aide d'un logiciel d'éléments finis.

Dans un mode de réalisation de l'invention, l'échantillon a des dimensions vérifiant

$$5 \leq \frac{L}{W} \leq 10 \text{ et } 2,5 \leq \frac{W}{\phi} \leq 5,$$

la valeur de la ténacité  $K_c$  étant obtenue à partir de la formule suivante :

$K_{L0}$

$$= \frac{(F_0/S) \sqrt{\frac{\pi}{2}} \phi}{\left(0.3156 + 0.7350 \frac{W}{\phi} + 0.0346 \left(\frac{W}{\phi}\right)^2\right) + \frac{2L_0}{\phi} \left(-0.4093 + 0.3794 \frac{W}{\phi} - 0.0257 \left(\frac{W}{\phi}\right)^2\right)}$$

5

Dans une première variante de mise en œuvre du procédé selon l'invention, au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , l'échantillon est placé dans une enceinte ultra-vide.

10

Dans une deuxième variante de mise en œuvre du procédé selon l'invention au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , l'échantillon est immergé totalement ou partiellement dans un liquide non corrosif.

Dans une troisième variante de mise en œuvre du procédé selon l'invention au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , on remplit de façon hermétique le trou central avec un liquide non corrosif.

15

## BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description qui va suivre, prise à titre d'exemple non limitatif, en référence aux figures annexées dans lesquelles :

20

- figure 1 illustre schématiquement un échantillon d'un matériau à caractériser ;
- figure 2 est une courbe illustrant les variations en fonction du temps de la force de serrage  $F(t)$  exercée à chaque extrémité de l'échantillon ;

25

- figure 3 illustre schématiquement surface de rupture avec trois zones distinctes.

### EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS

La figure 1 illustre un échantillon d'un matériau à caractériser ayant une  
5 forme parallélépipédique de 25 mm de longueur, ayant une section carrée de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  et  
percé perpendiculairement à deux de ses grandes faces parallèles respectivement 4 et 6  
d'un trou central 8 de 1 mm de diamètre.

L'invention exploite le fait que pour la géométrie d'un échantillon selon  
la figure 1, tant qu'une fissure garde une longueur inférieure à  $L_0$ , le facteur géométrique  
10 d'amplification des contraintes, égal au rapport du facteur d'intensité des contraintes  $K$   
par la force appliquée  $F$ , diminue avec la longueur de la fissure alors qu'il augmente  
lorsque la longueur de la fissure dépasse la valeur  $L_0$ .

Pour mesurer la ténacité  $K_c$  de l'échantillon 2, on le place entre les  
mâchoires d'une machine de serrage, puis on le centre de sorte que les surfaces 4 et 6  
15 soient perpendiculaires à l'axe D. Ensuite on déplace les mâchoires l'une vers l'autre, par  
exemple à vitesse constante, de manière à appliquer sur chacune des surfaces 4 et 6 une  
force  $F$  en direction du trou 8. Sous l'effet des forces  $F$ , une fissure 10 apparaît sur la  
surface de l'échantillon 2 de part et d'autre du trou central. Elle se propage jusqu'à ce que  
l'échantillon se casse en deux morceaux. Il peut être avantageux d'écarter alors  
20 immédiatement les deux mâchoires. Pendant le serrage, on mesure la valeur  $F(t)$  en  
fonction du temps de la force appliquée. Comme cela est illustré par la figure 2, cette  
force  $F(t)$  présente un maximum qui correspond à la valeur  $L_0$  de longueur de fissure. Par  
ailleurs, comme cela est illustré par la figure 3, les deux surfaces de rupture de  
l'échantillon présentent trois zones de part et d'autre du trou, soit une première zone 14  
25 à proximité du trou avec un premier type de relief, une deuxième zone 16 avec un  
deuxième type de relief, et une troisième zone 18 avec un troisième type de relief moins  
prononcé que le deuxième type. Les zones 14, 16 et 18 sont séparées respectivement par  
des lignes dites d'arrêt 20, 22. Selon le type de matériau, les lignes d'arrêt 20, 22 sont  
visibles à l'œil nu, au microscope optique, au microscope à force atomique, ou au

profilomètre. La première zone 14, à proximité du trou correspond au démarrage rapide de la fissure ( $K > K_c$ ). La deuxième zone 16 correspond à un régime de propagation stable ( $K = K_c$ ). La troisième zone 18 correspond à l'accélération brutale de la propagation de la fissure jusqu'à la rupture ( $K > K_c$ ). La ligne 22 séparant la deuxième zone 16 de la troisième zone 18 coïncide avec la valeur  $L_o$ . Sa valeur est mesurée entre cette ligne et le bord du trou 8. Si ce dernier est fragmenté, la mesure sera perturbée et il est alors conseillé de calculer cette longueur  $L_o$  par  $L_o = \frac{L}{2} - \frac{\phi}{2} - L'$ . Puis à partir de ces valeurs  $F_o$  et  $L_o$  on peut calculer la valeur  $K_c$  par éléments finis (ex ABAQUS® ou CAST3M® du CEA).

Dans le cas particulier où  $5 \leq \frac{L}{w} \leq 10$  et  $2,55 \leq \frac{w}{\phi} \leq 5$ , on a une bonne approximation de la valeur de  $K_c$  en fonction de  $F_o$ ,  $L_o$  et la géométrie de l'échantillon, par la formule :

$K_{L0}$

$$= \frac{(F_o/S) \sqrt{\frac{\pi}{2}} \phi}{\left(0.3156 + 0.7350 \frac{w}{\phi} + 0.0346 \left(\frac{w}{\phi}\right)^2\right) + \frac{2L_o}{\phi} \left(-0.4093 + 0.3794 \frac{w}{\phi} - 0.0257 \left(\frac{w}{\phi}\right)^2\right)}$$

où  $S$  est la section carrée de l'échantillon en  $m^2$ ,  $\phi$  est le diamètre du trou central en  $m$ ,  $w$  est la largeur d'échantillon en  $m$ ,  $L_o$  est la longueur de la fissure en  $m$ , et  $F_o$  est la force de serrage mesurée en  $N$ .

Avantageusement, si le matériau se corrode à l'air, la mesure est réalisée dans une enceinte ultra-vide.

On peut également baigner l'échantillon dans un liquide non corrosif ou remplir uniquement l'intérieur du trou réalisé dans l'échantillon avec ce même liquide (par exemple du tétradécane).

Des mesures ont été réitérées sur un échantillon selon la figure 1 en silice Corning® 7980. On obtient  $F_o = 8000 \pm 400N$  et  $L_o = 8 \pm 0,1mm$  ce qui permet de calculer  $K_c = 0,77 MPam^2$  (à 5% près), alors que Corning donne  $K_c = 0,79$  avec une méthode standard.

Grâce au procédé selon l'invention, il n'est pas nécessaire de réaliser une pré fissure sur l'échantillon du matériau.

La méthode selon l'invention est appliquée avantageusement pour caractériser un matériau utilisé dans des conditions extrêmes, tels que par exemple, des conditions dans lesquelles le matériau est soumis à une forte irradiation.

En outre, le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre en dehors  
5 d'une chambre à vide.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de mesure de la ténacité  $K_c$  d'un matériau, comportant les étapes suivantes:

- 5                   - placer un échantillon (2) dudit matériau en forme de parallélépipède rectangle percé en son milieu d'un trou central (8) entre deux mâchoires d'un dispositif de serrage, chacune desdites mâchoires appuyant sur une extrémité (4,6) éloignée de l'échantillon,
- 10                   - rapprocher les deux mâchoires de manière à exercer une force à chacune desdites extrémités (4,6) jusqu'à rupture complète de l'échantillon,
- mesurer pendant le serrage les variations en fonction du temps de la force de serrage exercée à chaque extrémité (4,6) de l'échantillon:
- déterminer la valeur maximale  $F_0$  de ladite force de serrage,
- repérer à la surface d'une des surfaces de rupture trois zones
- 15                   distinctes, soit une première zone (14) à proximité du trou (8) avec un premier type de relief correspondant au démarrage rapide de la fissure, une deuxième zone (16) avec un deuxième type de relief correspondant à un régime de propagation stable de ladite fissure, et une troisième zone (18) avec un troisième type de relief moins prononcé que le deuxième type correspondant à une accélération brutale de la propagation de la fissure
- 20                   jusqu'à la rupture, procédé caractérisé par les étapes suivantes:
- mesurer la distance  $L_0$  entre le bord du trou (8) et une ligne de transition (22) séparant la deuxième zone (16) de la troisième zone (18), ladite ligne de transition (22) marquant le début de l'accélération brutale de la propagation de la fissure jusqu'à la rupture de l'échantillon,
- 25                   - calculer le paramètre  $K_c$  en fonction de la force  $F_0$  et de la distance  $L_0$ .

2. procédé selon la revendication 1 comportant en outre une étape d'écartement des deux mâchoires après la rupture.

3. procédé selon la revendication 1 dans lequel le calcul du paramètre  $K_c$  se fait à l'aide d'un logiciel d'éléments finis.

4. Procédé selon la revendication 1 dans lequel l'échantillon a des dimensions vérifiant

$$5 \leq \frac{L}{w} \leq 10 \text{ et } 2,5 \leq \frac{w}{\phi} \leq 5,$$

la valeur de la ténacité  $K_c$  étant obtenue à partir de la formule suivante :

$$K_{L_0} = \frac{(F_0/S) \sqrt{\frac{\pi}{2} \phi}}{\left(0.3156 + 0.7350 \frac{w}{\phi} + 0.0346 \left(\frac{w}{\phi}\right)^2\right) + \frac{2L_0}{\phi} \left(-0.4093 + 0.3794 \frac{w}{\phi} - 0.0257 \left(\frac{w}{\phi}\right)^2\right)}$$

où  $S$  est la section carrée de l'échantillon en  $m^2$ ,  $\phi$  est le diamètre du trou central en  $m$ ,  $w$  est la largeur d'échantillon en  $m$ ,  $L_0$  est la longueur de la fissure en  $m$ , et  $F_0$  est la force de serrage mesurée en  $N$

5. Procédé selon la revendication 1 dans lequel, au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , l'échantillon (2) est placé dans une enceinte ultra-vide.

6. Procédé selon la revendication 1 dans lequel, au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , l'échantillon (2) est placé totalement ou partiellement dans un liquide non corrosif.

7. Procédé selon la revendication 1 dans lequel, au cours de la détermination de la ténacité  $K_c$ , on remplit de façon hermétique le trou central (8) avec un liquide non corrosif.

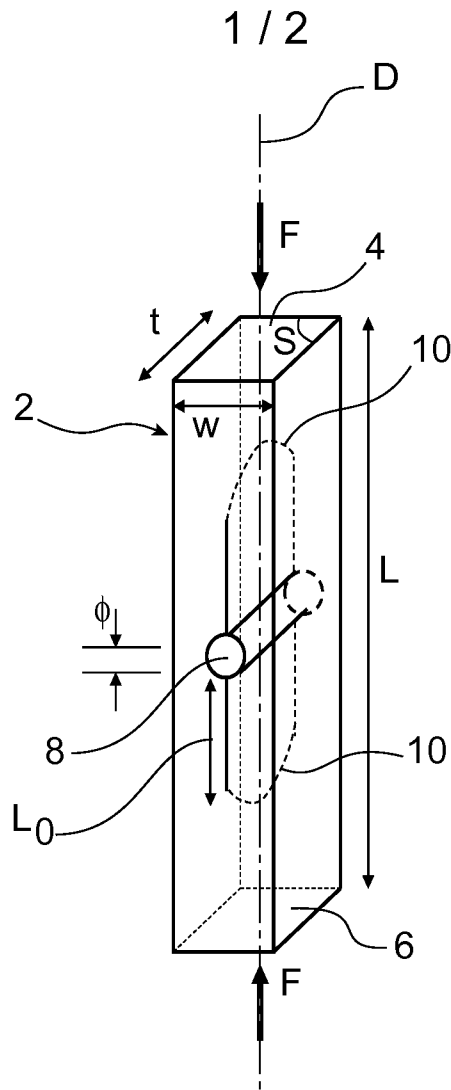


FIG. 1

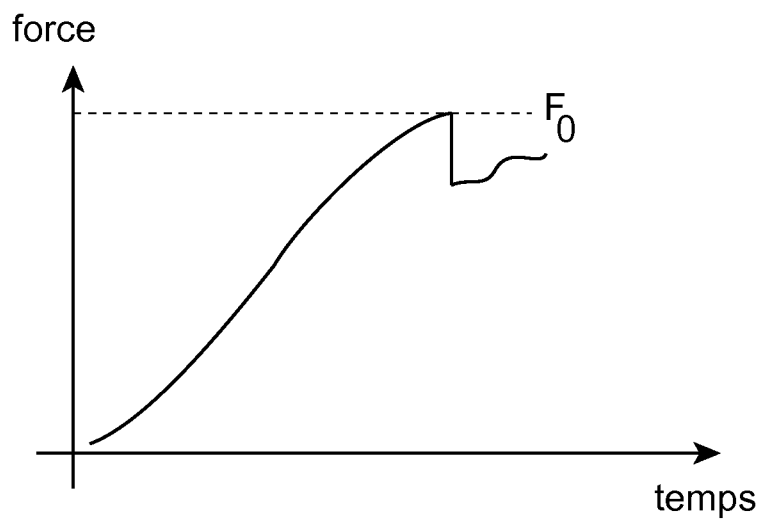


FIG. 2

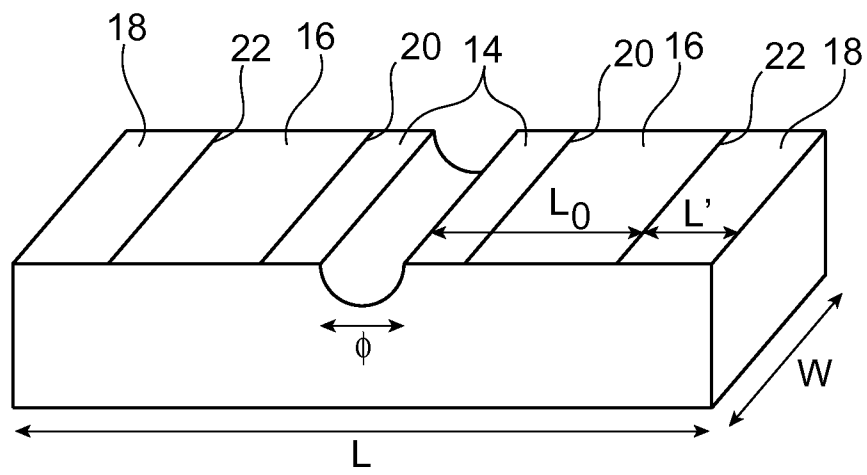


FIG. 3

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/EP2013/066478

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
INV. G01N3/60  
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**  
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 4 821 577 A (THIERCELIN MARC [GB] ET AL) 18 April 1989 (1989-04-18) figures 1-5 column 2, line 33 - line 55 column 4, line 15 - column 5, line 7 -----	1-7
Y	GAÃ Â L PALLARES ET AL: "Crack opening profile in DCDC specimen", INTERNATIONAL JOURNAL OF FRACTURE, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, DO, vol. 156, no. 1, 18 April 2009 (2009-04-18), pages 11-20, XP019675817, ISSN: 1573-2673 figure 1 page 13, column 1, last paragraph - page 14, column 1, paragraph 2 ----- -/--	1-4

Further documents are listed in the continuation of Box C.       See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Date of the actual completion of the international search  12 November 2013	Date of mailing of the international search report  19/11/2013
-----------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Bockstahl, Frédéric
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2013/066478

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	<p>           PRADES S ET AL: "Nano-ductile crack propagation in glasses under stress corrosion: spatiotemporal evolution of damage in the vicinity of the crack tip", INTERNATIONAL JOURNAL OF SOLIDS AND STRUCTURES, NEW YORK, NY, US, vol. 42, no. 2, 1 January 2005 (2005-01-01), pages 637-645, XP004610965, ISSN: 0020-7683, DOI: 10.1016/J.IJSOLSTR.2004.06.024         </p>	5-7
A	<p>           figure 1            page 638, last paragraph - page 640, paragraph 2         </p>	1-4
A	<p>           -----            BONAMY D ET AL: "Nanoscale damage during fracture in silica glass", INTERNATIONAL JOURNAL OF FRACTURE, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, DO, vol. 140, no. 1-4, 1 July 2006 (2006-07-01), pages 3-14, XP019434606, ISSN: 1573-2673, DOI: 10.1007/S10704-006-6579-2            2. Experimental setup         </p>	1-7
A	<p>           -----            FETT T ET AL: "A fracture mechanics analysis of the double cleavage drilled compression test specimen", ENGINEERING FRACTURE MECHANICS, PERGAMON PRESS, NEW YORK, NY, GB, vol. 76, no. 7, 1 May 2009 (2009-05-01), pages 921-934, XP026038195, ISSN: 0013-7944, DOI: 10.1016/J.ENGFRACMECH.2008.12.016            [retrieved on 2009-04-09]            the whole document         </p>	1-7
A	<p>           -----            LECHENAULT F ET AL: "Damage of silicate glasses during stress corrosion", JOURNAL OF PHYSICS: CONFERENCE SERIES, INSTITUTE OF PHYSICS PUBLISHING, BRISTOL, GB, vol. 319, no. 1, 15 September 2011 (2011-09-15), page 12005, XP020210437, ISSN: 1742-6596, DOI: 10.1088/1742-6596/319/1/012005            figure 2c            2. Fracture experiments on page 3         </p>	1-7

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2013/066478

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
US 4821577	A	18-04-1989	CA 1291263 C	22-10-1991
			US 4821577 A	18-04-1989
-----				

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2013/066478

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. G01N3/60 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) G01N		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	US 4 821 577 A (THIERCELIN MARC [GB] ET AL) 18 avril 1989 (1989-04-18) figures 1-5 colonne 2, ligne 33 - ligne 55 colonne 4, ligne 15 - colonne 5, ligne 7 -----	1-7
Y	GAÃ Â L PALLARES ET AL: "Crack opening profile in DCDC specimen", INTERNATIONAL JOURNAL OF FRACTURE, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, DO, vol. 156, no. 1, 18 avril 2009 (2009-04-18), pages 11-20, XP019675817, ISSN: 1573-2673 figure 1 page 13, colonne 1, dernier alinéa - page 14, colonne 1, alinéa 2 ----- -/--	1-4
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets	
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 12 novembre 2013		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 19/11/2013
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Bockstahl, Frédéric

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	<p>PRADES S ET AL: "Nano-ductile crack propagation in glasses under stress corrosion: spatiotemporal evolution of damage in the vicinity of the crack tip", INTERNATIONAL JOURNAL OF SOLIDS AND STRUCTURES, NEW YORK, NY, US, vol. 42, no. 2, 1 janvier 2005 (2005-01-01), pages 637-645, XP004610965, ISSN: 0020-7683, DOI: 10.1016/J.IJSOLSTR.2004.06.024</p>	5-7
A	<p>figure 1 page 638, dernier alinéa - page 640, alinéa 2</p>	1-4
A	<p>----- BONAMY D ET AL: "Nanoscale damage during fracture in silica glass", INTERNATIONAL JOURNAL OF FRACTURE, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, DO, vol. 140, no. 1-4, 1 juillet 2006 (2006-07-01), pages 3-14, XP019434606, ISSN: 1573-2673, DOI: 10.1007/S10704-006-6579-2 2. Experimental setup</p>	1-7
A	<p>----- FETT T ET AL: "A fracture mechanics analysis of the double cleavage drilled compression test specimen", ENGINEERING FRACTURE MECHANICS, PERGAMON PRESS, NEW YORK, NY, GB, vol. 76, no. 7, 1 mai 2009 (2009-05-01), pages 921-934, XP026038195, ISSN: 0013-7944, DOI: 10.1016/J.ENGFRACMECH.2008.12.016 [extrait le 2009-04-09] le document en entier</p>	1-7
A	<p>----- LECHENAULT F ET AL: "Damage of silicate glasses during stress corrosion", JOURNAL OF PHYSICS: CONFERENCE SERIES, INSTITUTE OF PHYSICS PUBLISHING, BRISTOL, GB, vol. 319, no. 1, 15 septembre 2011 (2011-09-15), page 12005, XP020210437, ISSN: 1742-6596, DOI: 10.1088/1742-6596/319/1/012005 figure 2c 2. Fracture experiments on page 3</p>	1-7

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2013/066478

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication	
US 4821577	A	18-04-1989	CA 1291263 C	22-10-1991
			US 4821577 A	18-04-1989
-----				