Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NR chargé: mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure

Nicolas Saintier

▶ **To cite this version:**

Nicolas Saintier. Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NR chargé: mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001. Français. NNT : . tel-00397910

HAL Id: tel-00397910
https://pastel.hal.science/tel-00397910

Submitted on 23 Jun 2009

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.

ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque
|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Nicolas SAINTIER

Le 25 janvier 2001

FATIGUE MULTIAXIALE DANS UN ELASTOMERE DE TYPE NR CHARGE : MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ET CRITERE LOCAL D'AMORCAGE DE FISSURE.

Directeurs de thèse : Georges CAILLETAUD et Roland PIQUES

Jury

M.	Michel CLAVEL	UTC Compiègne	Président
M.	Christian G'SELL	Ecole des Mines de Nancy	Rapporteur
M.	Alain BURR	ESPCI Paris	Rapporteur
M.	Jean Michel MURACCIOLE	ISIM Montpellier	Examinateur
M.	François HOURLIER	PAULSTRA Châteaudun	Examinateur
M.	Georges CAILLETAUD	Ecole des Mines de Paris	Examinateur
M.	Roland PIQUES	Ecole des Mines de Paris	Examinateur

Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris,
B.P. 87, 91003 Evry Cedex

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier Jean-Pierre Trottier, directeur du Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt ainsi que l'ensemble des groupes de recherche avec qui j'ai eu la chance de travailler au cours de ces trois années de thèse. J'y ai côtoyé des personnes passionnées et d'un niveau scientifique remarquable. Ce laboratoire a été un lieu de rencontres. Chacune d'elle fut l'occasion de discussions nombreuses, variées et toujours enrichissantes.

Je tiens à remercier tout particulièrement, mes deux directeurs de thèse Roland Piques et Georges Cailletaud. Roland Piques m'a accueilli au sein de son équipe depuis le D.E.A. jusqu'à la soutenance de la thèse, soit quatre années d'étroite collaboration. Je tiens à souligner à quel point j'ai apprécié de travailler avec Roland tant d'un point de vue professionnel qu'humain. Son bureau est un lieu de discussions ouvertes, sincères et sans concession. Sa grande disponibilité (week-ends et vacances compris.....merci Roland !) malgré un nombre de sollicitations toujours grandissant, sa rigueur et son excellence scientifique, sa volonté de considérer chaque thésard comme un chercheur à part entière sont des qualités qui méritent d'être soulignées. Je le remercie également de m'avoir permis de participer à de nombreuses conférences internationales (dont chacun des moments " off " resterons d'excellents souvenirs) et de réaliser ainsi l'un des impératifs du travail de chercheur : communiquer. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Georges Cailletaud pour avoir accepté d'encadrer la partie numérique de ce travail à laquelle il a apporté toute son expérience et son impressionnante efficacité. J'ai particulièrement apprécié ses qualités pédagogiques. Je le remercie également pour m'avoir donné la chance de présenter mes travaux en séminaire au département de Mechanical Engineering du M.I.T. (Boston, MA, U.S.A.). Ces quelques jours passés en sa compagnie à découvrir l'existence du "rebond post-glaciaire" resteront un excellent souvenir et un des moments forts de ces trois années de thèse.

Je ne saurais oublier Jean-Louis Lebrun ainsi que toute sa sympathique équipe du LM3 de l'E.N.S.A.M. Paris. Ils m'ont familiarisé aux techniques d'analyse par diffraction X. La partie de ce manuscrit consacrée à l'étude par diffraction X des transformations microstructurales sous déformation leur doit beaucoup.

Je remercie Lucien Laiarinandrasana, Valérie Mounoury et Stéphane Quilici, pour leur disponibilité durant toute la thèse. Leur aide a été précieuse pour la partie calcul par éléments finis et implémentation du modèle de prévision de la durée de vie dans ZeBuLoN. Je n'oublierai pas de remercier les autres membres de l'équipe CoCaS qui ont contribué à ce travail à travers les différentes discussions que nous avons pu avoir. Merci donc à Jacques Besson et Samuel Forest ainsi qu'aux thésards du groupe.

J'ai eu la grande joie de partager mon bureau avec Gaëtan Merceron. La manière dont ces trois années se sont déroulées lui doit beaucoup. J'espère avoir été aussi présent pour lui qu'il a su l'être pour moi (et être un " Gaetan Merceron " c'est un métier croyez-moi). Merci pour toutes ces discussions, ces échanges musicaux et ces heures passées en R18, auxquelles je ne peux m'empêcher de penser sans une certaine nostalgie.

Ce travail n'aurait pas pu aboutir sans une équipe de techniciens. Leur ingéniosité a largement été mise à contribution que ce soit pour la réalisation et l'amélioration des machines de fatigue que pour la réalisation des divers montages utilisés en diffraction X et microscopie électronique à balayage. Merci à vous Anne Laurent, René Locicero (prononcer Lochichero afin d'éviter tout problème avec ses

origines siciliennes) et Michel Rousselot (aisément reconnaissable a son inimitable " A Que Je t'aime". Il me semble encore l'entendre parfois).

Je tiens a souligner l'aide précieuse que m'ont apportée François Grillon et Maria Simoes-Betbeder concernant les observations par microscopie électronique à balayage.

Je souhaite également rendre hommage au travail réalisé par les personnes de l'atelier, Jean-Louis Ajzenberg, Jean-Pierre Etourneau, James Gibier, Antoine Locicero, Christophe Meurin. Pas une des éprouvettes (ou si peu) testées ou des montages réalisés au Centre n'est sans passer entre leurs mains. Merci donc à eux pour rendre tout ceci possible.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Michel Clavel pour avoir accepté de présider mon jury de thèse. Ce fut pour moi l'occasion de le remercier pour la qualité de son enseignement qui a sans aucun doute contribué pour une large part à mon éveil à la mécanique des matériaux.

Je remercie Alain Burr et Christian G'sell pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse en tant que rapporteurs et Jean-Michel Muracciole en tant qu'examinateur ainsi que pour leurs judicieuses remarques.

Je souhaite également remercier la société PAULSTA-HUTCHINSON qui a financé cette étude, et en particulier François Hourlier, pour sa participation au jury et pour le suivi de la thèse. J'ai particulièrement apprécié de trouver chez lui un interlocuteur d'une grande qualité scientifique.

Je remercierai enfin l'ensemble des thésards et permanents de l'équipe Mécanique et Matériaux pour avoir su créer une ambiance conviviale au cours de ces trois années. Le " bocal " est un lieu privilégié et j'espère qu'il le restera encore longtemps. Merci donc à Nicolas André pour m'avoir mis le pied à l'étrier au début de cette thèse, Agathe pour tous ces petits moments passés en ta compagnie, Sylvain pour ces (bons) temps de collocation et pour avoir attendu que je soutienne avant d'en faire de même. Je t'aurais bien rendu la politesse mais on m'a poussé ! . Merci Virginie, Rodolphe, Sandrine T., Stéphane B. pour avoir essayé de me persuader que le hard-rock était de la musique, Fazilay, Benoît, Astrid, Luc, Amine, Steph F. et à tous les thésards du groupe que je n'ai pas cités ici pour avoir partagé tous ces moments.

Merci à vous Alex, Fred et Hatim pour avoir permis le "BBQ Quartet" qui a maintenant presque deux ans. Ces heures de complicité musicale ont été pour moi de véritables bouffées d'oxygène dans lesquelles j'ai puisé une part de mon énergie et qui par la même ont contribué, à leur manière, à ces travaux. Ce mémoire devrait donc être lu en musique. La bibliographie aurait également dû être complétée d'une discographie.....comme quoi un manuscrit n'est jamais complètement terminé ! (Monk ou Coltrane seraient cependant des plus adéquats).

Merci à tous ceux que je n'aurais pas du oublier.

Merci à toi Sophie pour ta précieuse relecture et ton infinie patience au cours de ces derniers mois de rédaction.

Enfin je remercie mes parents et grands-parents Louis, Marcelle et Suzanne pour avoir toujours été présents à mes cotés durant toutes ces années. Votre soutien m'a été précieux. Continuez !

Ce mémoire leur est dédié.

Résumé

Si l'endurance des matériaux élastomères soulève un intérêt grandissant, il n'existe que peu d'études quantitatives dans la littérature. Les modèles de prévision de durée de vie sont quant à eux *quasi* inexistants. L'étude menée précédemment par au Centre des Matériaux par N.André a permis d'établir un modèle de prévision de la durée de vie sous sollicitations cycliques uniaxiales. Ce critère constitue le point de départ de cette étude dont l'objectif est double. Il s'agit d'identifier précisément les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures, puis de proposer un critère d'amorçage sous chargement cyclique multiaxial non proportionnel.

La comparaison des observations S.E.M. de la surface d'éprouvettes de fatigue à celles faites lors d'essais de traction in situ indique qu'il n'existe pas de différence majeure entre les modes d'endommagement de fatigues et de sollicitations monotone. La cavitation et la décohésion apparaissent comme les deux mécanismes principaux d'endommagement. Les fissures s'initient à partir d'hétérogénéités dont la taille varie entre 100 et 500 micromètres, pour ensuite se propager dans le reste de l'éprouvette et éventuellement provoquer sa rupture. Des analyses E.D.S. permettent d'identifier différentes classes d'inclusions et le mode d'endommagement associé.

L'élastomère étudié possède la particularité de cristalliser aux grandes déformations. L'étude par diffraction X des transformations de phases aux grandes déformations, l'observation des pointes de fissures de fatigue et les résultats d'essais de traction cycliques originaux ont permis de mettre en évidence un phénomène de cumul de la cristallisation en pointe de fissure, sous certaines conditions de chargements. La forte anisotropie qui en découle permet d'expliquer l'origine de la diminution de la vitesse de propagation (augmentation de la durée de vie) à rapports de charges positifs. Les observations S.E.M. confirment ces conclusions. Enfin, quel que soit le type de sollicitation (uniaxial ou multiaxial), la comparaison de l'orientation des fissures avec le chargement local indique que les fissures se propagent en mode d'ouverture.

Le modèle de prévision de la durée de vie proposé par N. André est tout d'abord repris et ré-identifié en ajoutant notre base de donnée expérimentale à celle établie par le précédent auteur afin d'identifier l'éventuel rôle des fortes compressions. Une méthode d'optimisation des différents paramètres du critère est présentée. Elle est basée sur l'utilisation d'algorithmes génétiques. Un premier modèle multiaxial est proposé en introduisant des invariants du tenseur des contraintes dans le modèle uniaxiale précédant. Les limitations d'un tel modèle sont démontrées, tant en terme de prévision de la durée de vie que de localisation de l'amorçage.

Sur la base des conclusions faites sur les modes d'endommagements, de propagation et sur l'origine du renforcement, un nouveau modèle de prévision de durée de vie est proposé. Ce modèle, écrit en grandes déformations, est identifié sur les essais uniaxiaux. Il est ensuite appliqué aux essais multiaxiaux. Dans tous les cas de chargements appliques le modèle a démontré sa capacité a localiser l'amorçage (notamment dans le cas d'amorçages internes rares en fatigue), prévoir la durée de vie et l'orientation des fissures.

Table des matières

I Matériau de l'étude **1**

I.1 Généralités . . . 2
I.1.1 Origines géographiques . . . 2
I.1.2 Le caoutchouc naturel : bref historique . . . 2
I.1.3 Applications . . . 3
I.2 Process d'élaboration . . . 3
I.2.1 De l'arbre à la gomme . . . 3
I.2.2 Le mélangeage . . . 3
I.2.3 La mise en forme . . . 3
I.2.4 La vulcanisation . . . 4
I.3 Structure composition et propriétés chimiques . . . 5
I.3.1 Une structure de chaînes . . . 5
I.3.2 La classe des élastomères . . . 6
I.3.3 Les additifs : rôles et effets . . . 7
I.3.4 Composition chimique . . . 8
I.4 Propriétés mécaniques . . . 11
I.4.1 Généralités . . . 11
I.4.2 Adoucissement . . . 12
I.5 Evolutions microstructurales . . . 17
I.5.1 Approche théorique . . . 17
I.5.2 Morphologie . . . 18
I.5.3 Analyses par diffraction X . . . 19
I.5.4 Diffraction en micro-foyer . . . 28
I.5.5 Comportement cyclique . . . 30
I.6 Conclusions sur ce chapitre . . . 33
Bibliographie . . . 34

II Programme expérimental et premières observations **37**

II.1 Moyens d'essais . . . 38
II.1.1 Essais de traction sur lanières . . . 38
II.1.2 Essais de traction-compression cyclique . . . 39
II.1.3 Essais de torsion cyclique . . . 39
II.2 Types de géométries . . . 40
II.2.1 Diabolos . . . 40
II.2.2 Eprouvettes axisymétriques entaillées . . . 41
II.3 Essais de fatigue . . . 41
II.3.1 Définition de l'amorçage . . . 41

II.3.2 Résultats d'essais . . . 42
II.4 Aspects macroscopiques de l'évolution de l'endommagement . . . 49
II.4.1 Essais de traction-compression . . . 49
II.4.2 Essais de torsion . . . 50
II.4.3 Essais de traction-compression et torsion statique . . . 51
Bibliographie . . . 55

III Mécanismes d'endommagement **57**
III.1 Moyens d'observations . . . 58
III.2 Endommagement sous sollicitation monotone . . . 58
III.2.1 Méthode expérimentale . . . 58
III.2.2 Observations . . . 60
III.2.3 Cavitation et décohésion . . . 65
III.3 Endommagement de fatigue . . . 70
III.3.1 Eléments de bibliographie . . . 70
III.3.2 Apparition de l'endommagement . . . 72
III.4 Propagation de fissures . . . 83
III.4.1 Observations des profils des fissures . . . 83
III.4.2 Endommagement en pointe de fissure . . . 85
III.4.3 Mécanismes d'endommagement en pointe de fissure . . . 87
III.4.4 Nature des déformations en pointe de fissure . . . 88
III.4.5 Mécanisme de propagation de fissures . . . 92
III.5 Evolution de l'endommagement avec la durée de vie . . . 93
III.5.1 Principe . . . 93
III.5.2 Résultats . . . 94
III.6 Observation des faciès de rupture . . . 95
III.6.1 Nature des particules . . . 95
III.6.2 Localisation des amorçages . . . 105
III.7 Orientations des fissures . . . 105
III.7.1 Essais de traction-compression et torsion statique . . . 105
III.7.2 Essais de torsion sur éprouvette axisymétriques AE2 . . . 105
III.7.3 Mode de coalescence . . . 111
III.8 Conclusions . . . 114
Bibliographie . . . 115

IV Comportement **117**
IV.1 Formalisme des grandes déformations . . . 118
IV.1.1 Description du mouvement. . . . 118
IV.1.2 Tenseur des déformations . . . 118
IV.1.3 Tenseur des contraintes . . . 119
IV.2 Cadre d'écriture des lois de comportement . . . 119
IV.2.1 Travail des actions intérieures . . . 119
IV.2.2 Thermodynamique : résultats essentiels . . . 120
IV.2.3 Expression de la loi de comportement . . . 121
IV.3 Identification de la loi de comportement . . . 124
IV.3.1 Principe . . . 124
IV.3.2 Résultats . . . 124
IV.3.3 Validité d'une loi de comportement unique en fatigue . . . 126

IV.3.4 Comparaisons des déformées : formation des plis aux fortes compressions . . . 128
IV.3.5 Conclusions sur l'identification . . . 129
IV.4 Calculs par éléments finis . . . 130
IV.4.1 Généralités . . . 130
IV.4.2 Comparaison calcul-expérience . . . 132
IV.4.3 Taux de triaxialité rencontrés en fatigue . . . 136
IV.4.4 Gradients de contrainte. . . . 137
Bibliographie . . . 139

V Modélisation de la durée de vie : cas uniaxial 141
V.1 Etat de l'art . . . 141
V.2 Le modèle de départ . . . 144
V.2.1 Les variables critiques . . . 145
V.2.2 Discussion . . . 148
V.3 Extension de la base de données et identification du modèle uniaxial . . . 149
V.3.1 Dépouillement des résultats de calcul . . . 149
V.3.2 Méthode d'optimisation . . . 153
V.3.3 Résultats et discussion . . . 156
V.4 Conclusions sur le modèle uniaxial . . . 157
Bibliographie . . . 160

VI Modélisation de la durée de vie : cas multiaxial 161
VI.1 Un critère formulé à partir d'invariants . . . 162
VI.1.1 Définition d'un terme d'amplitude . . . 162
VI.1.2 Définition du critère . . . 163
VI.1.3 Résultats et discussion . . . 164
VI.1.4 Prévisions de la durée de vie . . . 165
VI.1.5 Conclusions sur ce critère . . . 170
VI.2 Approche par plan critique . . . 170
VI.2.1 Position du problème . . . 170
VI.2.2 Les variables critiques . . . 170
VI.2.3 Identification et discussion . . . 173
VI.3 Validité du critère pour les essais multiaxiaux . . . 176
VI.3.1 Implémentation . . . 176
VI.3.2 Orientation des fissures et rotations matérielles . . . 179
VI.3.3 Localisation de l'amorçage . . . 182
VI.3.4 Prévision de la durée de vie . . . 192
Bibliographie . . . 201

VII Conclusions et perspectives 203
Bibliographie . . . 206

A–I Résultats de déconvolution des diffractogrammes 207

A–II Dépôts de microgrilles d'or 211
A-II.1 Technique de dépôt . . . 211
A-II.2 Difficultés et application aux élastomères . . . 211
A-II.3 Résultats . . . 212
A-II.4 Conclusions . . . 214

Bibliographie 216

A–III Calcul d'un terme d'amplitude sous sollicitation multiaxiale 217
A-III.1 Méthode de double maximisation 217
A-III.2 Méthode de mémorisation progressive 218

A–IV Application des critères uniaxiaux aux essais sur Diabolos 223

Liste des tableaux

I.1 Composition massique du NR en partie en masse pour cent parties d'élastomère (pce). 9
I.2 Propriétés mécaniques du NR. 11
I.3 Paramètres de mesures 21

II.1 Essais de fatigue sur éprouvettes Diabolos en traction-compression. Les essais dont la durée de vie est annotée d'une étoile présentent un amorçage interne. 43
II.2 Essais de fatigue sur éprouvettes Diabolos en traction-compression. Base de données de N.André[3]. 44
II.3 Essais de fatigue en traction-compression sur AE5 (Essais N. André). 45
II.4 Essais de traction-compression sur AE2 46
II.5 Essais de torsion sur Diabolo. Les essais annotés d'une étoile sont des données d'un contrat Renault-Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude). . . 46
II.6 Essais de torsion sur AE2. Les essais annotés d'une étoile sont des données Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude). 47
II.7 Essais de traction-compression et torsion statique sur Diabolo. Les essais annotés *N.A.* sont des résultats de la thèse de N. André. 48

V.1 Résultat de l'optimisation des paramètres du modèle uniaxial. 156

VI.1 Coefficient du modèle exprimé à partir des invariants. 164
VI.2 Durées de vie expérimentales et calculées pour le critère exprimé à partir des invariants. L'étoile indique les essais calculés par la composante "renforcement" du critère. 166
VI.3 Essais de torsion sur Diabolo. Les essais annotés d'une étoile sont des données d'un contrat Renault-Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude). . . 192
VI.4 Résultats de calcul pour les essais de traction-compression sur AE5 194
VI.5 Résultats de calcul pour les essais de traction-compression sur AE2 195
VI.6 Résultats de calcul pour les essais de torsion sur AE2. 197

A-I.1 Résultats de la déconvolution des difractogrammes. 209

A-IV.1 Essais de fatigue pris en compte pour l'optimisation du critère 224
A-IV.2 Essais de fatigue pris en compte pour l'optimisation du critère 225
A-IV.3 Essais de fatigue non pris en compte pour l'optimisation : leur durée de vie expérimentale est indéterminée 226

Liste des figures

I.1 Taux de réticulation et propriétés mécaniques [1]. 4
I.2 Liaisons obtenues après réticulation [2]. 4
I.3 Configurations cis- et trans- 5
I.4 Evolution du module avec la température [3] 6
I.5 Analyses qualitatives à la micosonde de CASTAING 10
I.6 Courbe de traction monotone 11
I.7 Courbe de traction cyclique: faible dissipation 12
I.8 Courbe de traction cyclique: forte dissipation 12
I.9 Evolution de la contrainte maximale atteinte à chaque cycle pour un essai de traction cyclique $R = 0$ et déformation imposée. Les résultats sont normalisés par rapport à la contrainte maximale atteinte à la première traction. 13
I.11 Modèle d'adoucissement proposé par Bueche 14
I.10 Mise en évidence de l'effet Mullins pour le NR et un SBR. [13] 15
I.12 Mécanisme de glissement de chaînes à la surface des charges (C) proposé par Dannenberg 16
I.13 Schématisation de la superstructure sphérolitique et des lamelles qui la composent . 18
I.14 Types de morphologie rencontrées en fonction du taux d'élongation. Observations sur films minces par Phillips et al.[34]. 19
I.15 Dispositif utilisé pour la diffraction X 20
I.16 Dispositif de traction utilisé pour les RX. 21
I.17 Clichés de diffraction X, figure de pôle et indexation 22
I.18 Exemple de déconvolution de spectres ($\lambda = 5.2$). 24
I.19 Evolution de l'intensité maxiamale diffractée avec la déformation. 25
I.20 Spectres de diffraction $\theta/2\theta$ à divers taux d'élongation. 26
I.21 Evolution de l'indice de cristallinité avec la déformation (NR chargé). Comparaison avec les résultats proposés par Lee et Donovan [42], Alexander [32],Goppel [43] et Flory [22]. 27
I.22 Evolution du module tangent et de l'indice de cristallinité en fonction de l'élongation 27
I.23 Mesures de l'intensité diffractée en θ-2θ et mico-foyer 29
I.24 Pilotage en déformation 30
I.25 Evolution de la contrainte ($\sigma = \frac{F}{S}$) 30
I.26 Evolution de la contrainte maximale pour deux vitesses de déformation 31
I.27 Mesures de diffraction X et essais de traction simultané [49]. 32

II.1 Système d'extensométrie laser 38
II.2 Machine de traction cyclique 39
II.3 Machine de torsion cyclique 40
II.4 Géométries des éprouvettes 41

II.5 Evolution de l'effort appliqué en fonction du nombre de cycles 42
II.6 Succession des différentes zones de propagation. 50
II.7 Multi-fissuration en torsion cyclique ($+\theta_1$,$+\theta_2$) sur éprouvette AE2. 51
II.8 Striction lors d'un essai de traction compression et torsion statique. 52
II.9 Macrographie du faciès de rupture d'un essai de torsion statique et traction-compression (essai DIAB-TSTTC-10). 53
II.10 Formation de plis dans le cas de la compression, avec et sans torsion statique. 54

III.1 Machine de traction in-situ. 59
III.2 Eprouvettes de traction *in situ*. Observation avec dépôts de grilles (a) et de surfaces obtenues par découpe au cutter (b) 59
III.3 Mise en évidence des hétérogénéités de déformations lors d'un essai de traction ($\lambda = 1.7$). 60
III.4 Modes de rupture observées en traction monotone 62
III.5 Particules à l'origine des ruptures de type I et II 63
III.6 Mécanisme à l'origine des ruptures de type II, la flèche indique la direction de traction. 64
III.7 Observations faites par Gent [4] sur un élastomère silicone chargé (a) de billes de verres de ϕ1.22mm traitées et (b) de billes de verres de $\phi 610\mu$m non traitées. 65
III.8 Définition de l'angle θ pour le modèle de décohésion 66
III.9 Modélisation du matériau pour le calcul de la déformation à cavitation en traction simple. Le facteur de forme est défini par $f = \frac{a}{b}$ 68
III.10 Maillages utilisés pour le calcul EF. 68
III.11 Oscillations sur le terme de pression juste au-dessus de l'inclusion. 69
III.12 Localisation de la cavitation à partir du critère donné equation III.4 (zone en rouge sur la cartographie) pour une inclusion sphérique de module 150 MPa. Cette cartographie représente le calcul de la partie gauche de l'équation III.4. 70
III.13 Effet de la forme et du module de l'inclusion sur la déformation à cavitation. 71
III.14 "Knotty tearing" : biffurcations de fissures sous sollicitation monotone[23]. 72
III.15 Mécanisme de formation des rugosités observées sur les faciès de rupture en fatigue . 73
III.16 Amorçage en fatigue sous traction uniaxiale. 73
III.17 Amorçage de la figure III.16 après coupe au microtome. 74
III.18 Amorçage de la figure III.16 : analyses à la microsonde de Castaing. 75
III.19 Zoom sur la particule de la figure III.17. 76
III.20 Zone de cavitation au-dessus de la particule. 76
III.21 Observations au MEB (Essai DIAB-TC-7) : (a) amorçage d'une fissure,(b) zoom sur la particule, (c) fibrilles, (d) cavitation et décohésion. 78
III.22 Amorçage à R positif (essais DIAB-TC-39n). Mise en évidence de la bifurcation des fissures. 80
III.23 Gradient de contrainte développé perpendiculairement à la direction de traction au dessus d'inclusions rigides. 81
III.24 Second mode de rupture en fatigue. 82
III.25 Observations en coupe des fissures de fatigue (l'échelle est valable pour les deux images). 84
III.26 Mise en évidence de l'endommagement inter-fibrillaire en fond de fissure. 85
III.27 Crazing observé dans le PET[26]. 86
III.28 Mécanismes en fond de fissure. 87
III.29 Apparition de plis en pointe de fissure de fatigue en position non déformée. On remarquera le repliement des fibrilles 88

III.30 Zone de plis sur les lèvres de la fissure observés dans la zone d'arrêt de la fissure (phase 2). . . . 89
III.31 Essais de propagation de fissure à déformation imposée. . . . 90
III.32 Origine de la formation des plis : flambements locaux en présence d'une zone de déformation visqueuse permanente. . . . 90
III.33 Mise en évidence d'une déformation permanente (a) sur les flancs de fissure, (b) sur les faciès de rupture . . . 91
III.34 Observations en pointe de fissure, en coupe à l'état non déformé. Mise en évidence de la nucléation et de la croissance de cavité derrière le front de fissure. . . . 92
III.35 Observations en pointe de fissure, en coupe à l'état non déformé. Rupture du ligament en fond de fissure. Les flèches indiquent la partie du ligament en cours de rupture. . 92
III.36 Mécanisme de propagation de fissures. . . . 93
III.37 Maillage et isodurées de vie pour un essai 0-75N . . . 94
III.38 Evolution de la taille des fissures avec le rapport $\frac{N_{exp}}{N_{calc}}$. . . . 95
III.39 Faciès de rupture sur éprouvette axixsymétrique AE2 (essais AE2-TC-15). Amorçage sur un agglomérat de noirs de carbone . . . 97
III.40 Particule constituée de cristaux de $CaCo_3$. Essai DIAB-TC-38n . . . 98
III.41 Amorçage sur joint de l'essai DIAB-TC-37n. Agglomérat de $CaCO_3$ à l'origine de la rupture. . . . 99
III.42 Particule de SiO_2 à l'origine de l'amorçage sur l'essai DIAB-TC-14n. . . . 100
III.43 Aluminosilicate. Essai DIAB-TSTTC-10 . . . 101
III.44 Particule de kaolin. Essai DIAB-TSTTC-10 . . . 102
III.45 Particule (NdC graphitique) à l'origine de l'amorçage de l'essai DIAB-TSTTC-9. . . 103
III.46 Particule présente sur le faciès de rupture de l'essai DIAB-TSTTC-9. . . . 104
III.47 Facies de rupture d'une éprouvette en torsion statique et traction compression. Mise en évidence de la bifurcation à l'approche de la surface (essai DIAB-TSTTC-10). . . 106
III.48 Fissures sur AE2 en torsion 0-100° (essai AE2-TOR-15). . . . 107
III.49 Définition des angles mesurés et calculés. . . . 108
III.50 Comparaison entre l'orientation de la normale aux fissures (état non-déformé) et l'orientation de la plus grande contrainte principale (état déformé) pour un essai de torsion sur AE2. . . . 108
III.51 Comparaison entre la rotation de $\sigma^{\vec{P}_1}$ et les rotations matérielles pour un essai de torsion $0 - 100°$. . . . 109
III.52 Comparaison entre l'orientation des fissures et l'orientation de la plus grande contrainte pincipale avec prise en compte des rotations matérielles (résultats en configuration non-déformée). . . . 110
III.53 Evolution du cisaillement (Cauchy) sur les facettes matérielles associées à $\vec{\sigma}^P$ au cours d'un essai de torsion. . . . 111
III.54 Bifurcation des fissures courtes sur éprouvette AE2 lors d'un essai de torsion 20-90°. 112
III.55 Coalescence de fissures de fatigue en surface sous sollicitations cycliques de torsion. . 112
III.56 Schématisation du processus de coalescence de fissures en fatigue. . . . 113

IV.1 Influence de chacun des paramètres sur la loi de comportement. . . . 125
IV.2 Comparaison calcul-expérience : traction simple sur lanière . . . 126
IV.3 Comparaison calcul-expérience : traction-compression sur diabolo . . . 127
IV.4 Comparaison calcul-expérience : Résultats de fatigue sur diabolo . . . 127
IV.5 Déformées en compression : formation des plis. . . . 128
IV.6 Déformées en compression : formation des plis avec l'utilisation d'éléments linéaires. 129

IV.7 Comparaison calcul-expérience : variation diamétrale en compression sur diabolo . . 130
IV.8 Maillages utilisés pour le calcul 2D. 131
IV.9 Maillages utilisés pour le calcul 3D. 131
IV.10 Exemple d'éléments dans le cas de lois incompressibles. 132
IV.11 Comparaison calcul-expérience : traction-compression sur AE2 133
IV.12 Comparaison calcul-expérience : traction-compression et torsion statique de 60° sur Diabolo 133
IV.13 Comparaison calcul-expérience : traction-compression et torsion statique de 80° sur Diabolo 134
IV.14 Comparaison calcul-expérience : torsion sur Diabolo 134
IV.15 Comparaison calcul-expérience : torsion sur AE2 135
IV.16 Taux de triaxialité rencontrés pour les différents essais 136
IV.17 Gradient de contrainte pour chaque type d'essai 137
IV.18 Evolution des gradients de contrainte dans la zone d'amorçage pour chaque type d'essai. 138

V.1 Eprouvettes permettant de calculer explicitement l'énergie de déchirement (liste non-exhaustive, voir également [2]). Dans le cas (a), K est fonction de l'élongation, $K = \pi/\sqrt{\lambda}$ 142
V.2 Courbe de propagation caractéristique d'un caoutchouc naturel chargé obtenue sur une éprouvette de type "Tensil strip" ou "Single Edge Notched" (SEN). L'indice x indique le rapport de charge[3]. 143
V.3 Prévisions de durées de vie à amplitude de chargement constante[6]. 144
V.4 Prévisions de durées de vie à amplitude de chargement constante d'après Beatty[7]. . 145
V.5 Définition de l'amplitude et de la valeur moyenne d'une variable mécanique X au cours d'un essai de fatigue. 146
V.6 Diagramme de Haigh à deux paramètres, $\Delta\sigma$ et $\overline{\sigma}$ pour la prévision de la durée de vie des essais de fatigue en traction-compression sur Diabolos. 147
V.7 Diagramme de Haigh à deux paramètres, $\Delta\sigma$ (Sa) et $\overline{\sigma}$ ($\overline{\sigma}$) pour la prévision de la durée de vie des essais de fatigue sous sollicitation multiaxiale. La légende X53D se réfère à une base de données obtenue sur pièce industrielle par Paulstra. 148
V.8 Rotation de la plus grande contrainte principale pour un essai de torsion sur Diabolo et AE2. Le nœud est pris en fond d'entaille pour l'AE2 et dans la partie cylindrique pour le Diabolo. 149
V.9 Gradient de contrainte σ_{22} (la direction 2 est la direction de traction) à la surface de l'échantillon le long du liset $Zone_{am}$ (S : abscisse curviligne, configuration non-déformée) pour différents déplacements relatifs $U2$ imposés aux têtes de l'éprouvette. 150
V.10 Variation de la contrainte σ_{22} (la direction 2 est la direction de traction) à la surface de l'échantillon le long du liset $Zone_{am}$. U2 est le déplacement relatif imposé aux têtes de l'éprouvette. 151
V.11 Evolution de la contrainte σ_{22}. Moyenne sur l'élément 165. 151
V.12 Evolution de la contrainte σ_{22} sur le liset *lbas* du diabolo. L'abscisse zéro correspond au centre de l'éprouvette. U2 est le déplacement relatif imposé aux têtes de l'éprouvette. 152
V.13 Principe d'optimisation. 153
V.14 Algorithmes déterministes : dépendance vis-à-vis du point de départ. Rond plein : point de départ. Cercle : solution proposée à la fin de l'optimisation. 154
V.15 Algorithmes génétiques : l'utilisation d'une population de solutions évite les pièges des minima locaux. 155

V.16 Représentation dans le diagramme de Haigh du modèle optimisé. Les nombres de cycles sont indiqués en 10^5 Cycles. 157
V.17 Dispersion des résultats de fatigue uniaxiale. 158
V.18 Evolution du rapport entre durée de vie expérimentale et calculée en fonction de la contrainte maximale atteinte au cours de l'essai. 158
V.19 Evolution du rapport entre durée de vie expérimentale et calculée en fonction de la valeur absolue de la contrainte minimale atteinte au cours de l'essai. 159

VI.1 Schématisation de l'amplitude de contrainte dans le cas d'essais multiaxiaux 162
VI.2 Relation entre l'amplitude de contrainte et $J_2^\star$ pour les essais uniaxiaux. 163
VI.3 Relation entre la contrainte axiale et la pression sur l'élément 165 pour les essais uniaxiaux. 164
VI.4 Relation équivalent à la bifurcation à R=0 dans le cas de chargements multiaxiaux. . 165
VI.5 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE2 et AE5. 166
VI.6 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage (calcul aux points de Gauss) en torsion sur AE2 pour le critère C_{IBC}. Essai AE2-TO-6 167
VI.7 Localisation de l'amorçage en traction-compression cyclique et torsion statique de 60° sur Diabolo pour le critère C_{IBC}. 168
VI.8 Comparaison entre durées de vie expérimentales et durées de vie calculées en traction-compression sur AE5. Critère C_{IBC}. 168
VI.9 Eprouvettes à très fort taux de triaxialité. Le maillage (b) correspond au quart de la partie NR de l'éprouvette shématisé en (a). La traction est effectuée dans la direction de l'axe de symétrie. 169
VI.10 Evolution du taux de cristallisation en fonction de la contrainte lors de sollicitations cycliques 172
VI.11 Dispersion obtenue aprés optimisation du modèle. Les lignes en pointillés indiquent un rapport 2 puis 4 entre durée de vie expérimentale et durée de vie calculée. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. 174
VI.12 Dispersion obtenue après optimisation du modèle intégrant $\sigma_u^\star$ et $\sigma_l^\star$. Les lignes en pointillés indiquent un rapport 2 puis 4 entre durée de vie expérimentale et durée de vie calculée. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. 175
VI.13 Evolution de $\sigma_u^\star$ et $\sigma_l^\star$ en fonction de la contrainte minimale du cycle pour les essais avec renforcement. 176
VI.14 Etapes successives de l'algorithme de calcul de la durée de vie. 178
VI.15 Variation d'orientation du plan critique en fonction du chargement appliqué pour différents niveaux de déformation maximale atteints au cours du cycle (légende: 0-θ_{max}). Cas de la torsion sur AE2. 179
VI.16 Comparaison entre l'orientation des fissures et l'orientation du plan critique en position non déformée. Calcul en fond d'entaille (nœud 3423) et à $400\mu m$ de celui-ci (nœud 3748) (résultats en configuration non-déformée). 180
VI.17 Variation d'orientation du plan critique et de la plus grande contrainte principale pour un nœud en peau lors d'un essai de traction-compression cycle et torsion statique de 60°. 181
VI.18 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE2. Essai AE2-TC-18. 182
VI.19 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE5. Essais AE5s4. 183

VI.20 Localisation de la section dans laquelle se situent les nœuds des figures VI.21,VI.22,VI.23 . . . 184
VI.21 Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 7537(3D) et 6(2D)). . . . 184
VI.22 Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 7529(3D) et 22(2D)). . . . 185
VI.23 Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 434(3D) et 1(2D)). . . . 185
VI.24 Mixité des modes sur le contour d'une fissure circulaire lorsque le cisaillement sur le plan de la fissure est non nul. . . . 186
VI.25 Fermeture d'une fissure en mode I. La pointe de fissure relaxée lorsque la fissure se referme. . . . 186
VI.26 Fermeture d'une fissure en mode I+II. La pointe de fissure n'est pas relaxée lorsque la fissure se referme. . . . 187
VI.27 Evolution de $\sigma_{eq}, \sigma_{renf.}$ et N_i suivant la direction radiale dans la section de l'éprouvette. . . . 188
VI.28 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en torsion statique et traction-compression. Essai DIAB-TSTTC-9 . . . 189
VI.29 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en torsion statique et traction-compression. Essai DIAB-TSTTC-10 . . . 190
VI.30 Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage (calcul au points de Gauss) en torsion sur AE2. Essai AE2-TO-6 . . . 191
VI.31 Dispersion obtenue en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de torsion sur Diabolo. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. . . . 193
VI.32 Dispersion obtenues en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de torsion sur éprouvettes AE5. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. . . . 194
VI.33 Dispersion obtenue en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de traction-compression et de torsion sur AE2. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles.. . . . 198
VI.34 Evolution du rapport $\sigma_{eq}(s)/\sigma_{eq}(s_{max})$ sur le liset lbas pour une éprouvette AE2 et torsion et traction-compression à même niveau de $\sigma_{eq}(s_{max})$. . . . 199
VI.35 Sensibilité de la durée de vie calculée à la variation de contrainte équivalente pour des essais sans renforcement. . . . 199
VI.36 Volumes où la durée de vie est inférieure à trois fois la durée de vie minimale de la structure. La durée de vie minimale de la structure est identique dans les deux cas. . 200

A-I.1 Paramètres de la déconvolution. . . . 207

A-II.1 Technique de dépôt des microgrilles d'or. . . . 213
A-II.2 Micro-grilles d'or. . . . 214
A-II.3 Etapes successives pour le calcul des déformations des grilles. . . . 215

A-III.1 Amplitude du cycle . . . 218
A-III.2 Chargement imposé . . . 219

A-III.3 Premier chargement : résultats 220
A-III.4 Deuxième cas de chargement 221
A-III.5 Chargement en étoile : résultats 221

Introduction

Ce mémoire de thèse a pour sujet l'amorçage de fissures sous sollicitations cycliques multiaxiales dans un matériau élastomère chargé : le caoutchouc naturel. On utilisera également l'abréviation N.R. (Natural Rubber) pour qualifier le matériau. Au cours de cette introduction, nous replacerons l'étude dans le cadre industriel puis scientifique avant de présenter chacun des six chapitres du manuscrit.

Contexte industriel

Ce sont près de 5 millions de tonnes de caoutchouc naturel et 10 millions de tonnes de caoutchouc synthétique qui sont consommés mondialement chaque année. Le caoutchouc naturel couvre de vastes champs d'application, depuis l'isolation (joints divers) jusqu'aux transports (automobile, aéronautique...) en passant par les loisirs et le bâtiment (systèmes anti-sismique).
Cette étude a été menée en rapport avec l'industrie automobile et plus particulièrement avec le département antivibratoire automobile de la société PAULSTRA Antivibratoire (Châteaudun,28). Les exigences croissantes des consommateurs que nous sommes en terme de confort, d'insonorisation et de durabilité, amènent les constructeurs, et par conséquent les équipementiers, à développer des systèmes toujours plus performants. Pour exemple, les supports moteur cylindriques des années soixante ont maintenant laissé la place à des pièces aux géométries complexes, intégrant les derniers développements des systèmes de contrôle électronique.
La durée de vie des pièces en service reste une des problématiques essentielles des caoutchoutiers. Une précédente étude [1] a fourni une solution dans le cas de chargements uniaxiaux. Or les chargements multiaxiaux sont plus fréquemment rencontrés en service. La détermination de la durée de vie des pièces est alors obtenue par un processus long et coûteux, d'allers et retours entre le laboratoire d'essais et le bureau d'étude.
L'objectif de cette étude est de proposer un outil numérique de prévision de la durée de vie applicable aux chargements multiaxiaux et suffisamment précis pour limiter au maximum le nombre d'itérations nécessaire à l'obtention du design final de la pièce.

Contexte scientifique et démarche adoptée

Une grande partie des études sur les élastomères raportées dans la littérature sont relatives à la physico-chimie du matériau. Les auteurs traitent de l'influence des charges, de la vulcanisation, des adjuvants et des effets de l'environnement sur certaines propriétés mécaniques particulières du matériau (déformation à rupture, rigidité...). L'établissement de lois de comportement dans le cadre des grandes déformations en présence de fortes non-linéarités constitue également un des axes

principaux d'étude.

Dans le domaine de la fatigue, la plupart des études portent sur l'établissement de lois de propagation. La nature exacte des mécanismes impliqués dans les processus d'amorçage et de propagation de fissure sous sollicitations cycliques est plus rarement discutée. Si l'endurance des matériaux élastomères soulève un intérêt grandissant, il n'existe que peu d'études quantitatives dans la littérature. De plus, les modèles de prévision de durée de vie sont quant à eux *quasi* inexistants. L'étude menée précédemment par N.André [1] a permis d'établir un modèle de prévision de la durée de vie sous sollicitations cycliques uniaxiales. Nous souhaitons, à travers cette étude, proposer un critère d'amorçage sous chargement cyclique multiaxial non proportionnel.

Nous débuterons ce manuscrit par une présentation du matériau de l'étude afin de familiariser le lecteur avec les matériaux élastomères. Après un rappel du contexte historique sur l'introduction du caoutchouc dans l'industrie moderne, les procédés d'élaboration ainsi que les caractéristiques microstructurales du matériau seront présentés. Enfin, nous présenterons une étude par diffraction X de la cristallisation du NR sous chargement monotone de traction. L'effet de sollicitations cycliques sur le mécanisme de transformation de phase sera également abordé.
Le second chapitre présente les matériels expérimentaux utilisés ainsi que l'ensemble des résultats des essais de fatigue sous forme de tableaux récapitulatifs. Une synthèse des observations faites au cours des essais sur l'évolution macroscopique de l'endommagement est présentée.

L'établissement d'un critère de fatigue pertinent nécessite la compréhension des mécanismes d'amorçage à l'échelle sub-millimétrique. Aussi, le troisième chapitre est consacré à l'étude des mécanismes d'endommagement. Les résultats d'essais de traction $in-situ$ au M.E.B. sont présentés. Ils permettent d'identifier les différents mécanismes d'endommagement rencontrés dans notre matériau. Nous aborderons ensuite le cas des sollicitations cycliques à travers l'observation de fissures de fatigue au stade de l'amorçage. Les résultats sont présentés en termes de mécanismes d'amorçage et de propagation. L'orientation des fissures pour chaque mode de sollicitation est étudiée et mise en relation avec le chargement local. Ce chapitre est essentiel à la compréhension du modèle de fatigue présenté chapitre six.

Le chapitre quatre traite du comportement mécanique du matériau. Il pose le cadre théorique des grandes déformations et donne la loi de comportement choisie pour notre matériau. Après identification, les courbes de chargement expérimentales et numériques seront comparées pour les différents modes de sollicitation.

L'aspect modélisation de l'étude est abordé au chapitre cinq. Après une étude bibliographique, le critère uniaxial proposé par N.André [**?**] est introduit. Exprimé en terme de contrainte, le critère uniaxial se base sur une représentation graphique de type diagramme de Haigh à deux paramètres (amplitude de contrainte et contrainte moyenne). Ce critère est identifié en ajoutant nos résultats d'essais uniaxiaux à la base de données obtenue par l'auteur pré-cité. Une procédure d'optimisation basée sur l'utilisation d'algorithmes génétiques est présentée.

Le chapitre six est consacré à l'obtention d'un critère multiaxial. Le critère uniaxial est étendu aux chargements multiaxiaux en introduisant les invariants du tenseur des contraintes. L'adéquation du critère aux essais multiaxiaux est testée en comparant les durées de vie expérimentales aux durées de vies calculées. Les résultats obtenus nous amènent à proposer une nouvelle approche, basée sur la détermination d'un plan critique sur lequel les variables mécaniques pertinentes seront calculées.

L'accent est mis sur les caractéristiques associées aux grandes déformations. Le critère est implémenté dans le code de calcul puis identifié sur les essais uniaxiaux. L'orientation des fissures, la localisation de l'amorçage ainsi que le nombre de cycles à l'amorçage prévu par le critère sont comparés à ceux obtenus expérimentalement.

Bibliographie

[1] N. André. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris* , 1998.

Chapitre -I-

Matériau de l'étude

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériau de l'étude. La première partie concerne la description microstructurale des matériaux élastomères en général et la composition chimique de notre matériau en particulier.
Après une description rapide du comportement mécanique des caoutchoucs naturels, une étude par diffraction X de la cristallisation sous déformation (traction monotone) est proposée. Des résultats d'essais cycliques avec décharges partielles sont présentés. Ils permettent d'identifier l'effet de sollicitations cycliques sur les transformations microstructurales.

Sommaire

I.1 Généralités 2
I.1.1 Origines géographiques 2
I.1.2 Le caoutchouc naturel : bref historique 2
I.1.3 Applications 3
I.2 Process d'élaboration 3
I.2.1 De l'arbre à la gomme 3
I.2.2 Le mélangeage 3
I.2.3 La mise en forme 3
I.2.4 La vulcanisation 4
I.3 Structure composition et propriétés chimiques 5
I.3.1 Une structure de chaînes 5
I.3.2 La classe des élastomères 6
I.3.3 Les additifs : rôles et effets 7
I.3.4 Composition chimique 8
I.4 Propriétés mécaniques 11
I.4.1 Généralités 11
I.4.2 Adoucissement 12
I.5 Evolutions microstructurales 17
I.5.1 Approche théorique 17
I.5.2 Morphologie 18

I.5.3 Analyses par diffraction X 19
I.5.4 Diffraction en micro-foyer 28
I.5.5 Comportement cyclique 30
I.6 Conclusions sur ce chapitre 33
Bibliographie 34

I.1 Généralités

I.1.1 Origines géographiques

Le caoutchouc naturel est extrait de l'*Hevea Brasilinsis* dont l'exploitation est principalement localisée dans les forêts humides d'Amazonie. Hautes températures, humidité, importantes précipitations et basses latitudes, indispensables à sa culture, réduisent considérablement le nombre de pays potentiellement producteurs. On retiendra parmi les principaux lieux d'exploitation : la Malaisie, l'Indonésie, l'Asie du sud–est, l'Afrique de l'ouest, l'Amérique du sud et centrale. La Thaïlande est devenue un des plus gros producteurs avec, en 1993, 1.5 millions de tonnes et 30% du marché mondial.

I.1.2 Le caoutchouc naturel : bref historique

C'est la découverte du nouveau monde qui introduit le caoutchouc en Europe. Celui–ci est cependant connu des indiens depuis longtemps. Le terme *caoutchouc* tire ses origines du mot indien "caa–o–chu" qui signifie "l'arbre qui pleure". L'image du latex (dispersion colloïdale de caoutchouc dans une solution aqueuse) coulant de l'arbre a été associée par de nombreuses civilisations au sang coulant d'un corp humain blessé, d'où son caractère sacré chez les Incas, les Mayas, les Olmèques et les Aztèques. En dehors des pratiques religieuses, le caoutchouc possédait de nombreuses vertus thérapeutiques (toux chronique, maux de dents) et été utilisé pour la fabrication d'objets courants obtenus par moulage sur argile (bouteilles, seringues, bottes). Toutes ces connaissances furent perdues lors de la découverte du nouveau monde par Christophe Colomb.
Les premières applications du caoutchouc en Europe voient le jour en 1735, lorsque Charles Marie de La Condamine redécouvre, lors d'un tour du monde, la substance élastique dont il francise le nom: "caoutchouc". Il en expédie un échantillon à l'Académie des sciences de Paris. Grâce au latex, il crée parapluie, bouteilles et seringues. En 1791, Peal dépose le premier brevet relatif au caoutchouc : l'imperméabilisation des vêtements. Faraday est le premier à déterminer le rapport carbone/hydrogène $C_{10}H_{16}$ du caoutchouc brut. Des analyses plus précises confirmeront cette formule : $(C_5H_8)_n$.
Au début du XIX^{ieme} siècle, la première fabrique de caoutchouc est créée à Paris. Elle produit des bandes pour jarretières et bretelles mais qui ont pour inconvénient de devenir poisseuses par temps chaud et cassantes par temps froid. L'origine de la manufacture de Michelin date de 1830 avec la construction d'un atelier de confection de balles pour enfants. Neuf ans plus tard, son futur rival américain Goodyear s'aperçoit de l'action de la chaleur sur un mélange " caoutchouc/soufre ". Un Maintient à $150°C$ durant 45 minutes permet de fixer l'élasticité de la gomme tout en supprimant son adhésivité. Hancock déposera un brevet nommant ce procédé *vulcanisation*. C'est en 1888 que voit le jour l'industrie la plus consommatrice de caoutchouc : celle du pneumatique. Les bicyclettes sont les premières à profiter des pneumatiques développés par John Dunolp et les frères Michelin qui équiperont très rapidement tous les types de véhicules. Les deux guerres mondiales ont eu pour conséquence d'étendre les zones de production vers d'autres plantations que celles de l'Hevea

(afin d'éviter les manques d'approvisionnement) mais également de développer les recherches vers des caoutchoucs synthétiques. Entre 1941 et 1945, la production de SBR (Styrène Butadiène Rubber) passe de 230 à 731000 tonnes. Les deux chocs pétroliers de 1973 et 1979 vinrent donner un coup d'arrêt au développement exponentiel des caoutchoucs synthétiques (une hausse de 10% du prix du baril donnant une hausse de l'ordre de 5% sur celui du SBR). Il s'ensuit un veritable regain d'intérêt pour le caoutchouc naturel et de nouvelles opportunités commerciales et technologiques.

I.1.3 Applications

Les caoutchoucs ont pour particularité de supporter de très grandes déformations (de l'ordre de 600%) tout en conservant un comportement élastique en traction comme en compression. Ils présentent également de très bonnes propriétés en terme de résistance à l'abrasion et aux agressions chimiques, d'imperméabilité à l'air et à l'eau, ceci dans une gamme de température allant de $-50°C$ à $150°C$. L'ensemble de ces propriétés en font le candidat idéal dans bon nombre d'applications. Si le principal domaine d'utilisation en termes de volume reste le pneumatique avec environ 60% de la production, le domaine de l'anti–vibratoire utilise largement les caoutchoucs. Les laboratoires de recherche et developpement industriels ont mis au point des systèmes anti–vibratoires de haute technologie comme par exemple les supports moteurs hydrauliques développés par le partenaire industriel de notre étude, PAULSTRA–HUTCHINSON. Des secteurs tels que l'aéronautique, font appel aux caoutchoucs pour assurer des liaisons à grands nombres de degrés de libertés entre pièces métalliques.

I.2 Process d'élaboration

I.2.1 De l'arbre à la gomme

Le caoutchouc naturel est obtenu à partir du latex, lui-même extrait de l'Hevea brasiliensis. Il s'agit d'un liquide blanc et laiteux, obtenu par la méthode dite du "tapping" qui consiste à réaliser quotidiennement des saignées profondes de l'écorce dans la zone des canaux laticifères. Avant coagulation, le latex coule des incisions pendant quelques heures.
L'extraction du caoutchouc du latex (suspension aqueuse de particules de caoutchouc représentant en moyenne de 37 % en volume) est réalisée par coagulation à l'aide d'une solution acide. On obtient ainsi une masse spongieuse qui est laminée, lavée (élimination des protides, glucides, lipides et autres constituants du latex) et séchée en plaques. Ces plaques au comportement fortement plastique sont ensuite envoyées aux différents pays manufacturiers. Environ 10% du caoutchouc est vendu comme latex concentré.

I.2.2 Le mélangeage

L'opération de mélangeage a pour but d'incorporer à la gomme crue l'ensemble des additifs qui vont conférer au produit fini ses propriétés mécaniques et chimiques. Les additifs sont donc déterminés en fonction de l'application future du matériau.

I.2.3 La mise en forme

Une fois le mélange obtenu celui–ci est mis en forme avant l'opération de vulcanisation. Les procédés couramment utilisés sont :

- le moulage : différents modes de moulage existent (compression, transfert et injection). C'est le procédé de moulage par injection qui a été utilisé par PAULSTRA pour la mise en forme de nos

éprouvettes. Les têtes d'amarrage métalliques sont pré–enduites d'un dépôt élastomère chloré d'une quinzaine de microns puis placés dans les moules avant injection. La présence de ce dépôt assure une adhésion parfaite entre les têtes métalliques et l'élastomère injecté.

- l'extrusion : procédé utilisé pour l'obtention de profilés.
- le calandrage : le calandrage s'apparente tout à fait au laminage des métallurgistes. Il permet d'obtenir des plaques minces d'une épaisseur de l'ordre de quelques millimètres. Cette technique permet d'enduire de caoutchouc textiles et nappes métalliques utilisées par exemple dans les pneumatiques. Les plaques utilisées lors de cette étude ont été obtenues par cette technique.

I.2.4 La vulcanisation

Pour finir, l'opération qui va donner à l'élastomère la plupart de ses propriétés finales : la vulcanisation. A l'état cru, le caoutchouc ne présente pas de liaisons fortes entre chaînes. A haute température (ie. loin de la température de transition vitreuse), les chaînes glissent librement les unes par rapport aux autres et l'échantillon, soumis à une contrainte, se déforme librement. Une fois la contrainte relâchée, le retour de l'échantillon à sa forme initiale nécessite un temps infini. Le but de la vulcanisation est de créer des liaisons covalentes fortes entre les chaînes macromoléculaires, créant ainsi un réseau tridimensionnel. Cette opération confère à l'élastomère une très forte élasticité. Le nombre de liaisons créées (taux de réticulation) pilote le comportement global du matériau. Des taux de réticulation très élevés permettent d'obtenir des matériaux à très haut module comme les duromères (ébonite). L'influence du taux de réticulation sur les propriétés mécanique est résumé figure I.1.

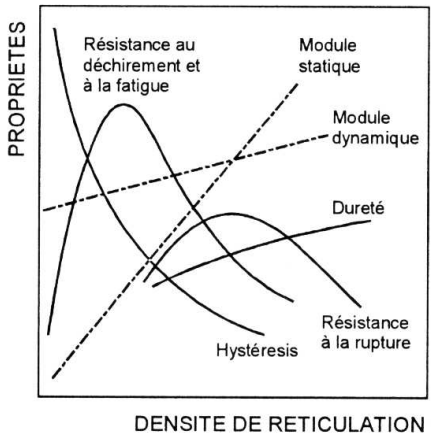


Figure I.1 : Taux de réticulation et propriétés mécaniques [1].

Les différents types de liaisons obtenus par vulcanisation au soufre sont données figure I.2. Dans notre cas la majeure partie des ponts sont de nature di– et polysulfures.

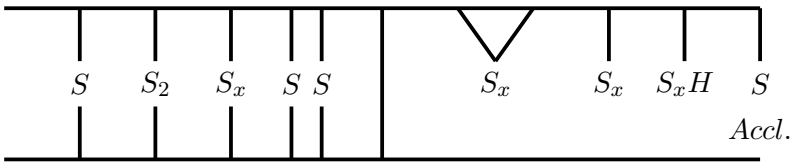


Figure I.2 : Liaisons obtenues après réticulation [2].

Actuellement le principal agent de réticulation utilisé est le soufre. Cependant, la réticulation par le soufre seul ne permet pas de répondre aux exigences de productivité actuelles. Pour cette raison, on fait appel à des accélérateurs, essentiellement organiques tels que les dithiocarbamates, thiurames, thiazoles ou autres sulfénamides. Les accélérateurs, outre la diminution du temps de vulcanisation, permettent de limiter la quantité de soufre introduite, d'augmenter la stabilité dans le temps et de diminuer la température de vulcanisation autorisant ainsi l'utilisation d'une multitude de pigments de coloration. De plus, la combinaison de certains de ces accélérateurs permet de décupler l'effet de chacun d'eux pris individuellement. En général, les accélérateurs nécessitent l'adjonction d'oxydes pour développer toute leur activité. L'activateur le plus couramment rencontré, car le plus efficace est l'oxyde de zinc ZnO. La solubilité naturelle très faible de l'oxyde de zinc dans les élastomères est améliorée par l'adjonction d'acides gras.

I.3 Structure composition et propriétés chimiques

I.3.1 Une structure de chaînes

Le caoutchouc naturel issu de l'*Hevea* est constitué à 99.9% de polyisoprène linéaire cis-1,4. Les deux types de conformation *cis* et *trans* sont représentés figure I.3. La conformation conditionne largement les propriétés mécaniques. Certains caoutchoucs tels que le *Gutta percha* présentent des conformations principalement *trans* et des propriétés radicalement différentes de celles de notre matériau. Une très faible proportion de chaînes présentant cette conformation (de l'ordre de quelques pour-cent) suffit à modifier complètement le comportement du matériau.

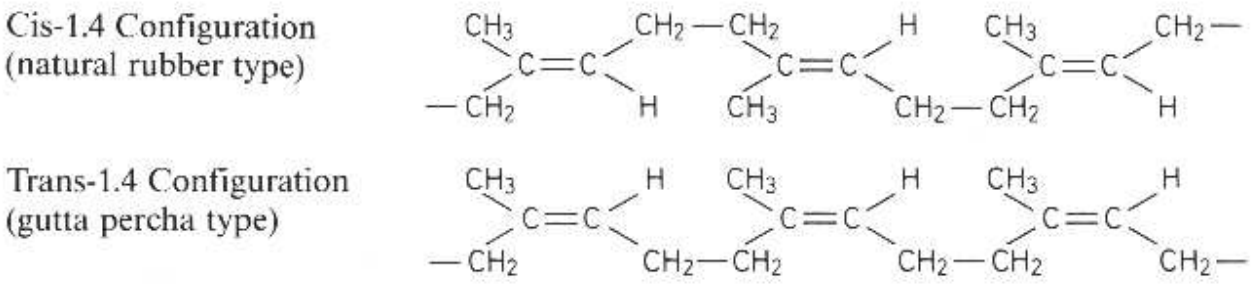


Figure I.3 : Configurations cis- et trans-

En fonction du polyisoprène considéré, le poids moléculaire moyen varie de 200000 à 400000, ce qui correspond à un nombre de monomères compris entre 3000 et 5000. La figure I.3 représente cette unité isoprène. La double liaison ainsi que le groupe α–methyl constituent des groupes réactifs pour la réaction de vulcanisation avec le soufre. Cette double liaison est également un site privilégié pour d'autres types de réactions par exemple avec l'oxygène et l'ozone lors des processus de dégradation. On pourra se reporter au chapitre 10.3.2 de [2] pour plus de précisions sur la réactivité chimique du caoutchouc naturel.

A l'échelle supramoléculaire, le matériau doit être vu comme un enchevêtrement de chaînes polyisoprènes. Chaque chaîne prise individuellement adopte une configuration de *pelote statistique* dans laquelle on ne distingue aucun ordre à grande échelle. Les pelotes correspondant à des chaînes voisines sont étroitement imbriquées et enchevêtrées. On qualifiera cette structure d'état amorphe par

opposition à l'état cristallin. Le caoutchouc naturel peut cependant présenter une forme cristalline sous l'effet de la température ($\leq -20°$) ou de la déformation. C'est cette seconde forme de cristallisation qui nous intéressera plus particulièrement au chapitre I.5 . Elle est principalement due à la stéréorégularité du caoutchouc naturel (succession de configurations de types *cis*). Les interactions entre ces chaînes peuvent être physique (enchevêtrements), covalentes (quelques centaines de kJ/mol), par ponts hydrogène (quelques dizaines de kJ/mol) ou de type Van der Waals (quelques kJ/mol). En plus de ces interactions, les polymères possédant des groupements ou atomes électronégatifs développent des interactions fortes entre dipoles permanents.

I.3.2 La classe des élastomères

La figure I.4 représente l'évolution du module élastique avec la température. On y voit apparaître une donnée essentielle du monde des polymères : la température de transition vitreuse (T_g). Elle représente la température en-dessous de laquelle l'agitation thermique ne permet pas aux chaînes de surmonter les interactions entre leurs segments. La transition vitreuse (transition du $2^{\text{ème}}$ ordre) marque le passage d'un état d'équilible (vitreux) à un état hors équilibre (amorphe). T_g est fortement dépendante du type d'interactions développées et augmente avec l'intensité de celles-ci.

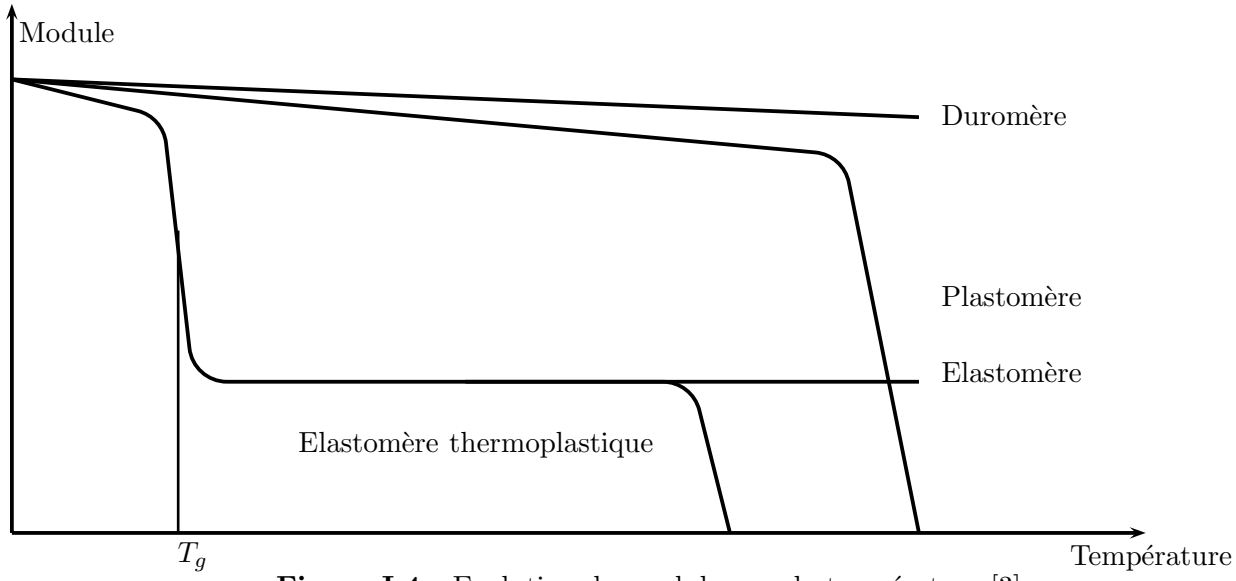


Figure I.4 : Evolution du module avec la température [3]

A la différence des plastomères, la température de transition vitreuse des élastomères est systématiquement inférieure à la température ambiante. Au dessus de T_g les plastomères présentent une forte chute de raideur. Les élastomères présentent également un fort adoucissement au passage de T_g mais conservent une valeur assez importante du module. Il s'agit du plateau caoutchoutique. Sa longueur augmente avec la masse moléculaire. Pour certains élastomères (non vulcanisés) la fin du plateau est marquée par une nouvelle chute du module associée à la rupture des jonctions physiques généralement appelée transition liquide-liquide T_{ll}. On nomme ces matériaux élastomères thermoplastiques. Pour les élastomères vulcanisés le module reste élevé jusqu'à atteindre la température de décomposition. Pour qualifier un élastomère, on peut citer les différents points suivants:

- Il doit être capable de subir de très fortes déformations (plusieurs centaines de pour-cent) sous de relativement faibles contraintes, sans rompre.
- Après relâchement de l'effort, le matériau retrouve immédiatement sa forme initiale (i.e. le

matériau ne présente pas de comportement visqueux. Nous verrons par la suite les limites de cette approche).

- Le processus de déformation est quasi iso–volume.

I.3.3 Les additifs : rôles et effets

a) Les charges

De la même manière que la vulcanisation, l'adjonction de charges conditionne les propriétés de l'élastomère. Les charges ont pour effet d'améliorer de nombreuses propriétés mécaniques (contrainte à rupture, résistance à l'abrasion) et chimiques (vieillissement). L'utilisation d'un seul type de charge ne permettant pas d'optimiser l'ensemble des caractéristiques, des charges de différentes natures sont utilisées, leur choix et leur proportion faisant largement partie du savoir-faire des caoutchoutiers.
Malgré de nombreuses investigations sur le rôle des charges dans les vulcanisats [4], [5], le mécanisme précis du renforcement n'est pas complètement identifié. On évoque généralement l'action des forces d'adhésion entre les charges et la matrice qui réduisent la mobilité des macromolécules. La nature de ces liaisons va d'interactions de type Van Der Waals (liaisons faibles) à des liaisons de type covalentes (liaisons fortes).
Les charges peuvent être classées en deux catégories distinctes: les charges actives et les charges inactives. Les charges actives ont, par opposition aux inactives, un effet renforçant marqué sur le comportement du vulcanisat. Elles permettent également d'augmenter la viscosité du mélange avant vulcanisation (processabilité). L'activité de la charge est fonction de la composition chimique de sa surface spécifique et de sa structure mais également de la réactivité de l'élastomère.
Parmi les charges les plus couramment utilisées, on pourra citer les noirs de carbone qui confèrent à l'élastomère sa couleur noire et bien d'autres propriétés que nous détaillerons par la suite, les silices, les silicates de calcium et d'aluminium, le kaolin, le carbonate de calcium et les oxydes métalliques. Les plus actifs d'entre eux sont les noirs de carbone et les silices obtenues par précipitation ou pyrogénèse.
Les charges inactives sont :

- Carbonates de calcium : utilisés pour améliorer la processabilité.
- Kaolins : utilisés comme "extenders".
- Oxyde de zinc : son rôle a été évoqué lors de l'opération de vulcanisation.
- Les talcs : ils modifient la perméabilité de l'élastomère, en général aux dépens des propriétés mécaniques.

b) Les noirs de carbone : un cas particulier

En 1912, S.C. Mote (India-Rubber) met en évidence une forte amélioration des propriétés d'abrasion des vulcanisats par l'adjonction de noirs de carbone (ndc) par rapport aux autres types de charges. Leur utilisation se généralise alors dans l'industrie des élastomères. Le renforcement par le noir de carbone est un sujet où de nombreuses questions restent encore posées.
La nature des interactions entre les ndc et la gomme est mixte : Van der Waals (adsorption) et covalentes [6]. Les liaisons covalentes sont issues de réactions entre des groupes fonctionnels ou des sites actifs à la surface des ndc et les radicaux obtenus par cission des chaînes macromoléculaires lors de la mise en forme. Les liaisons de type Van der Waals permettent des mécanismes de glissement de chaînes tels que celui proposé par Dannenberg [7] que nous détaillerons par la suite.
A l'image de Harwood [8] qui affirme que "...in rubbers that show hysteresis strongly, only a small proportion of the applied energy is available to propagate flaws", le renforcement des élastomères a

souvent été associé à l'existence d'un mécanisme de dissipation. Payne et Whittaker [9] montrent que l'énergie dissipée augmente avec la teneur en noirs de carbone.
L'amélioration de la résistance à la propagation de fissure par l'ajout de noirs de carbone a été étudiée par de nombreux auteurs. Cet effet se traduit par le développement de propagation sinueuse encore appelée "knotty tearing".
Les noirs de carbone possèdent de nombreuses propriétés qu'il serait impossible de résumer ici sans y consacrer une part importante du manuscrit, ce qui, vis à vis des objectifs de l'étude, ne nous paraît pas justifié. On pourra cependant se reporter à la revue très complète de Zvi Rigbi [10] sur le rôle des ndc sur le renforcement du caoutchouc naturel et des vulcanisats en général.

c) Les plastifiants

Leur action consiste d'une part à assister les mouvements micro- et macro-Browniens (plastifiants primaires) et d'autre part à faciliter le glissement entre les chaînes par lubrification (plastifiants secondaires). Ils facilitent l'ensemble des opérations de mise en forme et de mélangeage. Ils s'agit généralement soit d'huile minérale, soit de produits d'origine animale soit de produits de synthèse.

d) Les agents de protection

Les agents de protection ont pour but d'éviter toute dégradation prématurée de l'élastomère. Les principaux acteurs du vieillissement sont l'oxygène et l'ozone. Leur action modifie largement les propriétés de l'élastomère, tant du point de vue des caractéristiques mécaniques sous sollicitations quasi–statiques (module, allongement à rupture, ...) que dynamiques (résistance à la propagation, à l'abrasion, ...). On pourra se reporter au tableau XI (p413) de [3] pour une vue d'ensemble des antioxydant et antiozonants utilisés. Ils ont pour but d'assurer la protection de l'élastomère en fixant plus rapidement l'oxygène et l'ozone que ne peut le faire l'élastomère lui-même. Une autre forme de dégradation peut apparaître : celle due aux ultra–violets. Les noirs de carbone, déjà présents dans notre mélange, jouent parfaitement le rôle d'anti-uv.

Remarque: Les cinétiques d'oxydation sont largement dépendantes des conditions d'utilisation (température, nature du milieu,..) et de stockage du matériau. Pour cette raison toutes nos éprouvettes sont conservées à l'abri de la lumière et à température contrôlée ($22°C$). La comparaison des courbes contrainte–déformation entre nos éprouvettes et celles de N. André n'ont pas mis en évidence de différences significatives. L'ensemble des essais de fatigue sont réalisés à température ambiante, en absence d'atmosphère particulièrement agressive et pour des durées maximales de 30 jours. Par conséquent, ***nous ne prendrons en compte aucun phénomène de vieillissement dans la modélisation de la durée de vie en fatigue***.

I.3.4 Composition chimique

La composition du matériau est donnée tableau I.1.

On retrouve, dans ce tableau, l'ensemble des éléments évoqués précédemment. Il y apparaît deux grades de noirs de carbones : le N330 et N772. Ils ont été choisis par PAULSTRA dans le but d'obtenir un renfort non-dissipatif. Le N772 permet d'obtenir un bon module dynamique de par sa structure[1] élevée alors que la petite taille du N330 assure le renforcement sans occasionner de trop fortes frictions internes.
Afin de poursuivre dans la description du matériau, des analyses à la microsonde de CASTAING sont

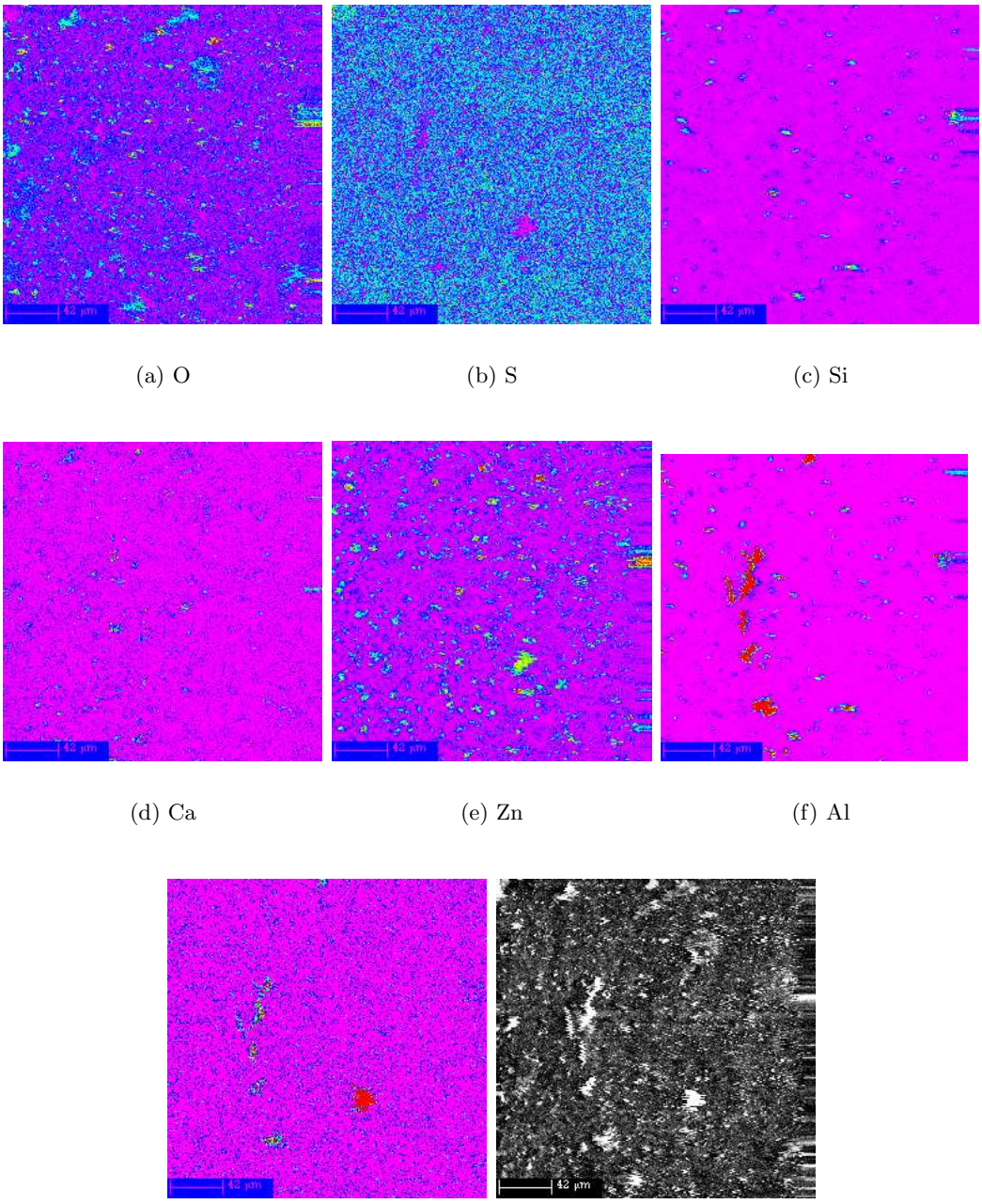
[1]On entend par structure, la forme des aggrégats. Plus leur forme s'écarte d'une forme sphérique, plus la structure est élevée (i.e. plus la structure de l'aggrégat est brancheé).

Gomme 100			
Oxyde de zinc	10 à 20	Acide stéarique	1
Accélérateurs	1 à 2	Agents de protection	1 à 2
Noirs de carbone N772	20	Noirs de carbone N330	3
Soufre	≥ 2	Plastifiants	5

Tableau I.1 : Composition massique du NR en partie en masse pour cent parties d'élastomère (pce).

présentées figure I.5. Les échantillons analysés sont prélevés à partir des éprouvettes de fatigue. Ce type d'analyse nécessitant des surfaces parfaitement planes, les analyses sont réalisées sur des surface obtenues par découpe au microtome cryogénique à des températures de l'ordre de $-100°C$.

On remarque en premier lieu l'homogénéité de répartition en soufre qui laisse supposer un taux de réticulation également homogène. On peut également être rassuré quant à la qualité du mélange et donc de l'homogénéité des propriétés mécaniques. La présence simultanée de zinc et d'oxygène met en évidence l'existence de particules d'oxyde de zinc comme indiqué dans la composition. Ces particules ont des tailles de l'ordre d'une dizaine de microns. La présence conjuguée de silicium et d'oxygène indique l'existence de particules de silices. Plus surprenant, les analyses révèlent la présence de cuivre, d'aluminium, de calcium et de magnésium (non illustré). Si ces éléments ne sont pas prévus dans la composition de base, il faut noter leur présence dans certains silicates ($Mg_3(Si_4O_{10})(OH_2)$ et $Al_2(Si_4O_{10})(OH_2)$), et dans la craie ($CaCO_3$). Lors du procédé d'élaboration certains de ces éléments peuvent être incorporés dans le mélange. En effet, la manipulation des accélérateurs nécessite l'utilisation de supports minéraux qui peuvent se retrouver à l'état de traces dans le vulcanisat. La craie est utilisée lors de certaines opérations de laminage ou de mélangeage (lubrification). Enfin, l'eau industrielle, utilisée lors de l'élaboration, peut également occasionner une pollution du mélange. Il est important de noter que l'origine naturelle de notre matériau n'est pas sans conséquence sur sa population inclusionnaire. Ainsi, on a pu constater la présence occasionnelle de fibres végétales dans les éprouvettes.



(a) O (b) S (c) Si

(d) Ca (e) Zn (f) Al

(g) Cu (h) SE

Figure I.5 : Analyses qualitatives à la micosonde de CASTAING

I.4 Propriétés mécaniques

Comme nous l'avons vu précedemment, les élastomères, à température ambiante, peuvent subir de grandes déformations pour de relativement faibles contraintes tout en restant dans le domaine élastique. On qualifie ce comportement d'hyperélastique. Nous aborderons ci–dessous quelques points particuliers de ce comportement, la modélisation de celui–ci étant reportée au chapitre suivant. Les courbes de traction présentées ici ont été obtenues en utilisant la technique d'extensométrie laser décrite au chapitre Essais mécaniques.

I.4.1 Généralités

Comme le montre la figure I.6, le comportement hyperélastique de notre matériau est également non-linéaire. Pour cette raison, on indiquera généralement les modules tangent à 100% ou 300% d'élongation. Le net renforcement que l'on peut observer pour des élongations supérieures à 300% est caractéristique du NR et résulte de la cristallisation induite par la déformation (discutée au chapitre I.5). Le tableau I.2 donne quelques-unes des caractéristiques mécaniques mesurées sur notre élastomère.

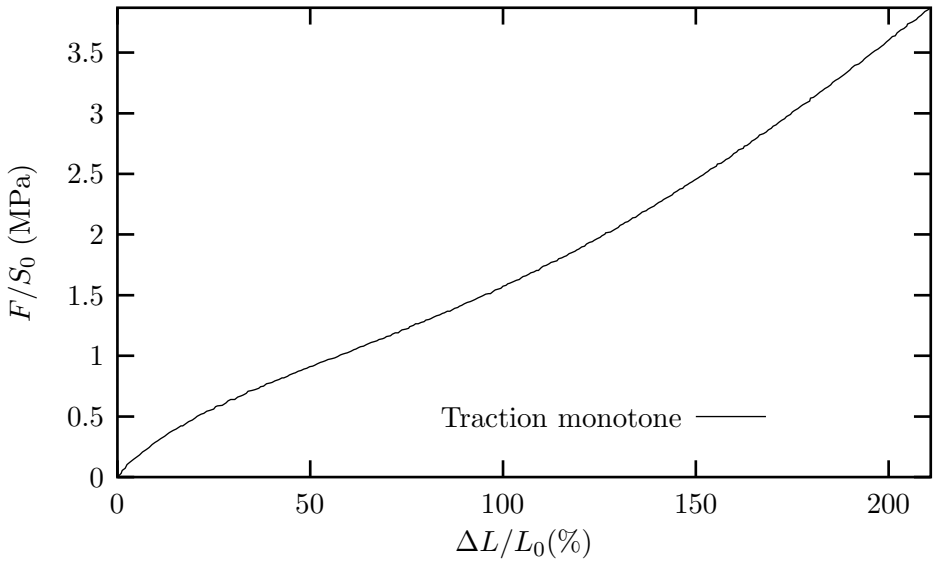


Figure I.6 : Courbe de traction monotone

Densité (g/m^3)	Dureté shore A	UTS (MPa)	$\epsilon_{rupture}$ (%)	module à 300% (MPa)
1.1	48	25.3	500	7.8

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques du NR.

La mesure de dureté Shore a été mise au point pour les élastomères souples. Elle consiste en un essai d'indentation standardisé, la valeur mesurée variant de 0 (très mou) à 100 (très dur).
Du point de vue des propriétés dynamiques, le caoutchouc naturel se caractérise par une très faible valeur de $\tan\delta$ (0.04 à 15Hz) aux faibles élongations ($\leq 100\%$). Ceci signifie donc que l'énergie dissipée au cours d'un cycle est très faible, comme le montre la figure I.7. Aux plus fortes élongations, l'énergie

dissipée devient importante (voir figure I.8). Cette forte dissipation est associée à la cristallisation sous déformation.

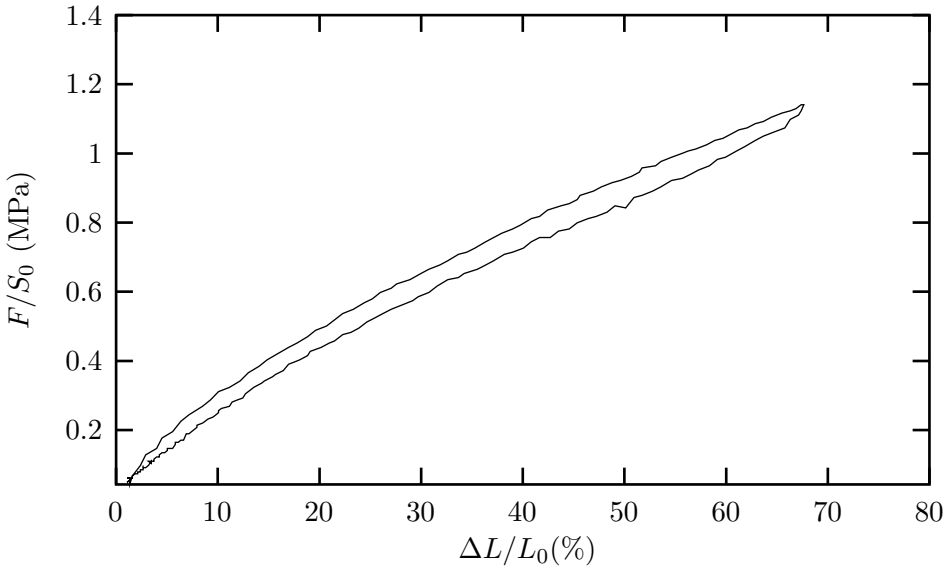


Figure I.7 : Courbe de traction cyclique: faible dissipation

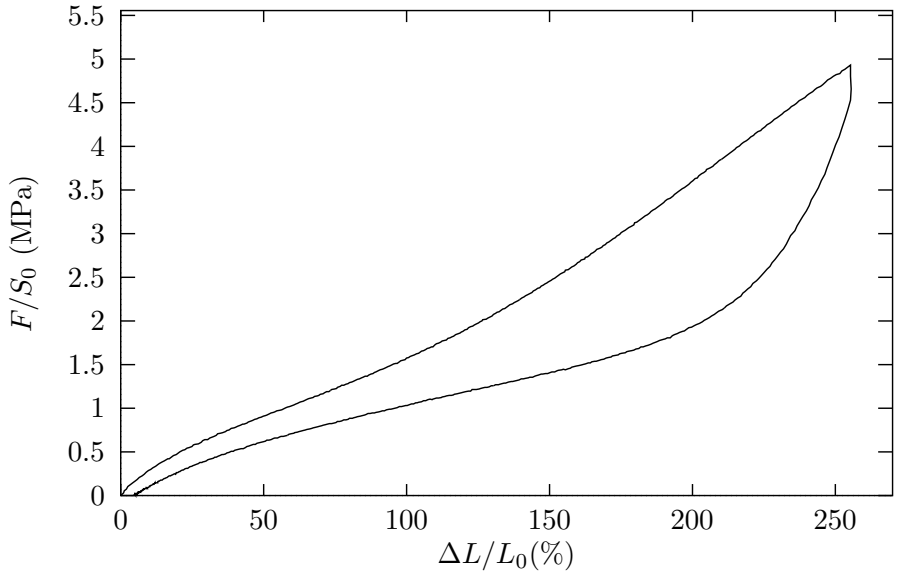


Figure I.8 : Courbe de traction cyclique: forte dissipation

I.4.2 Adoucissement

Lorsqu'un élastomère chargé est soumis à des tractions successives, au même niveau d'élongation maximale, le niveau de contrainte nécessaire pour atteindre cette élongation est maximal au premier cycle, puis décroît progressivement jusqu'à se stabiliser. Mullins [11] a été l'un des premier à étudier ce phénomène d'adoucissement plus souvent connu sous le nom "d'effet Mullins".

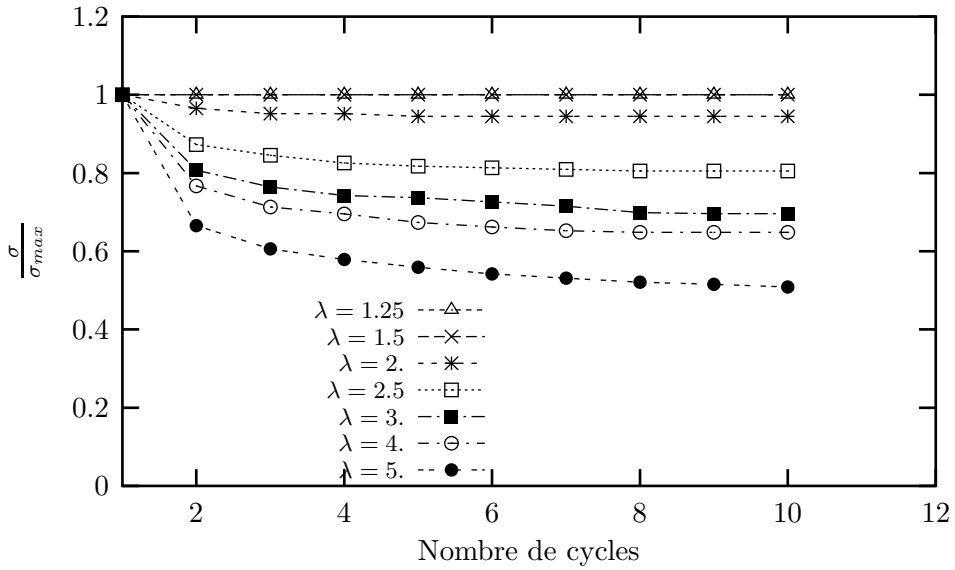


Figure I.9 : Evolution de la contrainte maximale atteinte à chaque cycle pour un essai de traction cyclique $R = 0$ et déformation imposée. Les résultats sont normalisés par rapport à la contrainte maximale atteinte à la première traction.

La figure I.9 représente l'évolution du niveau maximal de contrainte atteint à chaque cycle, pour un cyclage à rapport de charge nul et niveau d'élongation maximal fixé. Deux points sont remarquables :

- L'effet d'adoucissement n'est pas visible en dessous de 125% d'élongation,
- Quel que soit le niveau d'élongation maximal, le cycle est stabilisé au bout d'une dizaine de cycles.

Mullins a constaté que si, à partir de ce niveau stabilisé, la même éprouvette est étirée à un niveau d'élongation supérieur à celui du premier cycle, le matériau retrouve le comportement de première traction. Cette caractéristique est également connue sous le nom d'effet Mullins. La figure I.10 met en évidence ce phénomène sur deux types de matériaux : un Styrène Butadiène (SBR) (non–cristallisable) et notre caoutchouc naturel. Pour le SBR, l'effet Mullins est très marqué. Pour le caoutchouc naturel, les courbes correspondant aux phases de chargements successifs ne semblent pas rejoindre la courbe de première traction. Certains auteurs attribuent cette différence entre le SBR et le NR au caractère cristallisable du NR [12], sans pour autant y apporter d'explication précise. On remarquera que, à niveau d'élongation maximal identique, les courbes de déchargements de première et $n^{\text{ième}}$ traction sont assez proches l'une de l'autre. Cet adoucissement fut constaté dès 1903 par Bouasse et Carriere [14]. Les premières explications théoriques vinrent de Mullins [15] [16] qui le premier montra que cet effet d'adoucissement n'était réellement démontrable que sur les élastomères chargés. De nombreuses études suivirent, toutes basées sur la prise en compte des interactions matrice–particules.
Suite aux premiers travaux de Mullins, Mullins et Tobin [17] proposent une explication de ce phénomène en voyant le matériau comme un milieu hétérogène biphasé constitué d'une phase molle (la matrice) et de phases dures (les charges). L'accommodation de la déformation est alors principalement assurée par la phase molle. La phase dur peut cependant être rompue sous l'action de la contrainte. On assiste alors à la transformation d'une phase dure en phase endommagée, plus souple, expliquant ainsi l'adoucissement observé.

Bueche [18] attribua le phénomène d'adoucissement à un mécanisme de rupture de chaînes entre charges adjacentes. Dans son modèle, la rupture d'une chaîne intervient au moment où la distance entre deux charges atteint l'extension limite de celle–ci. La distribution des longueurs de chaînes est telle qu'il existe des rupture de chaînes à tout niveau d'élongation. Le mécanisme peut être schématisé par la figure I.11. Ainsi la chaîne A sera la première à rompre, suivie de B à une plus forte élongation et finalement de C pour un très fort taux d'élongation. Bueche proposa également une modélisation de l'adoucissement observé entre la première et la seconde élongation :

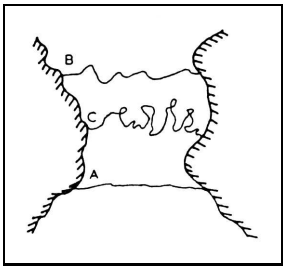
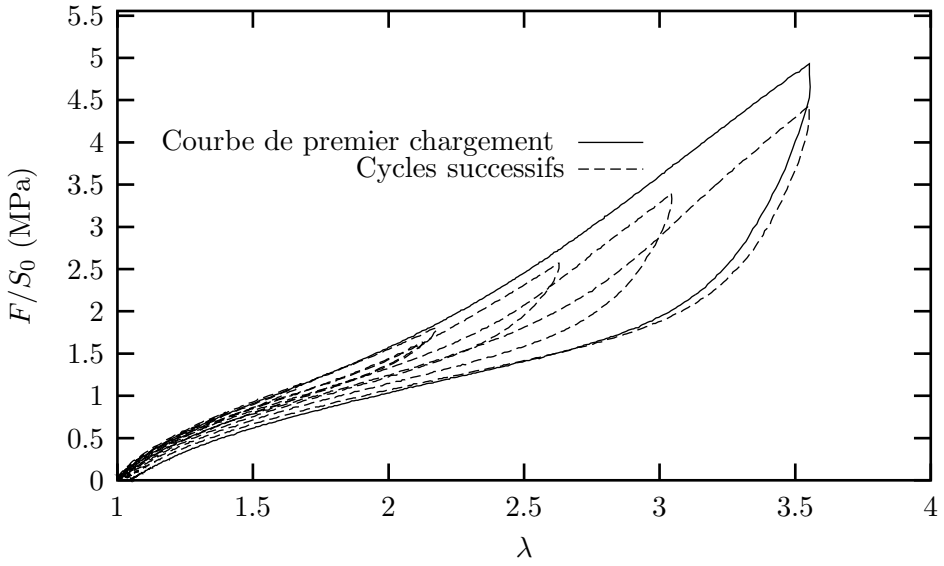


Figure I.11 : Modèle d'adoucissement proposé par Bueche

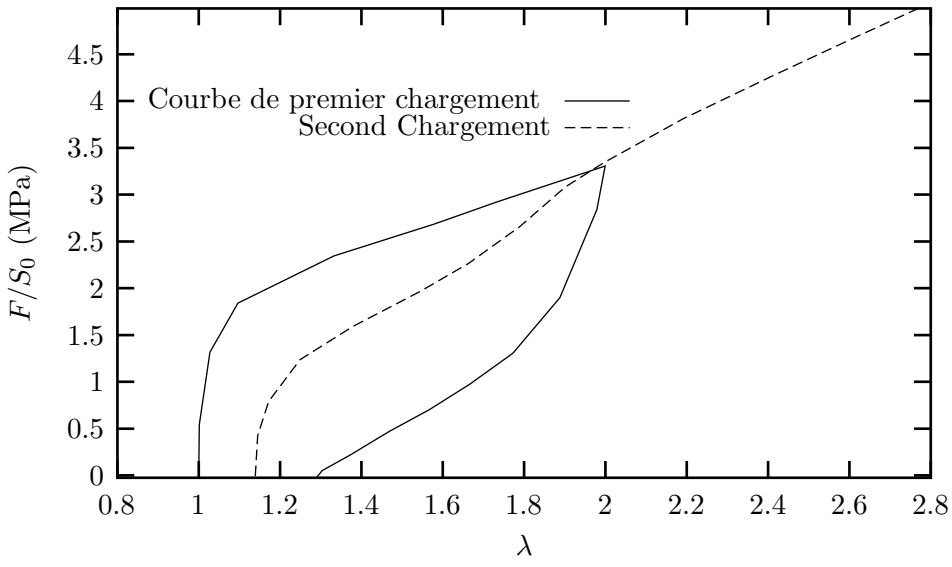
$$\Delta\sigma = Ke^{4.7*\sqrt{\frac{a\lambda}{b}}}\left(\lambda ln\left(\frac{\lambda'\gamma+\lambda'-\lambda}{\lambda}\right)-\frac{ln(\lambda'\gamma+\lambda'-\gamma)}{\lambda\gamma+\lambda-\gamma}\right) \qquad \text{(I.1)}$$

avec $K = 0.00475F_c\sqrt{\frac{a}{b}}\left(\frac{a}{s}\right)^2(\gamma{+}1)^{-1}$. Dans l'équation I.1, λ' représente le niveau maximal atteint lors de la première élongation alors que λ représente l'élongation actuelle ($\lambda' \geq \lambda$). γ est une mesure de la résistance des liens qui rompent et est donné par $F_c\frac{a}{kT}$ avec F_c tension dans la chaîne à la rupture, et a la longueur du segment de chaîne. s et b rendent compte de la fraction volumique de particule et de leur dispersion dans la matrice. Cependant, en 1966, Dannenberg propose un modèle de glissement de chaînes à la surface des charges (voir figure I.12). Son modèle complète celui proposé par Bueche puisqu'il permet d'aborder le renforcement, l'adoucissement et le recouvrement éventuel à contrainte nulle.

Harwood, Mullins et Payne [19] puis Harwood et Payne [8] [20] ont montré que le phénomène d'adoucissement cyclique pouvait également être observé sur des vulcanisats non chargés, invoquant alors d'autres mécanismes tels que le glissement de chaînes.



(a) NR



(b) SBR

Figure I.10 : Mise en évidence de l'effet Mullins pour le NR et un SBR. [13]

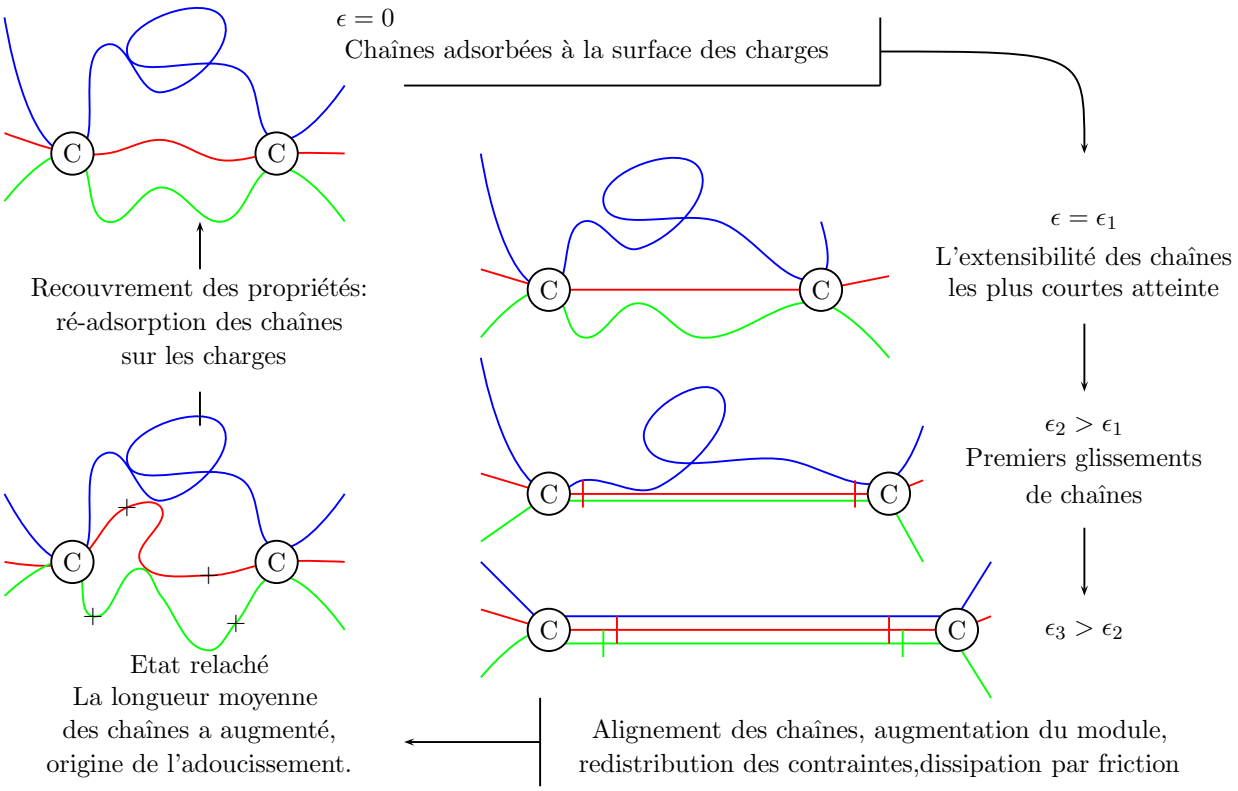


Figure I.12 : Mécanisme de glissement de chaînes à la surface des charges (C) proposé par Dannenberg

I.5 Evolutions microstructurales

Nous l'avons vu précédemment, les élastomères ont une structure amorphe à température ambiante et aux faibles taux d'élongation. Cependant, l'action conjointe de la température et de la déformation permet d'aboutir à la coexistence de deux phases, l'une amorphe, l'autre cristalline. L'existence de cette phase cristalline dépend de la température de fusion T_m des cristallites, elle-même fonction de la température et de la déformation vues par le matériau.
Comme dans la plupart des mécanismes de transformation de phases, la cristallisation du NR est un processus mixte de germination et croissance de nuclei. A la différence des matériaux métalliques où la croissance d'un cristal est limitée par celle des cristaux environnants, l'équilibre thermodynamique du système (caractérisée par un taux de cristallinité fixe), résulte d'un processus complexe de restrictions des chaînes. La perte de mobilité induite par les zones cristallisées sur les chaînes encore à l'état amorphe inhibe le processus de croissance. On aboutit ainsi à un état d'équilibre biphasé.

I.5.1 Approche théorique

Deux principales approches semblent avoir participé à la théorie de la cristallisation : les modèles thermodynamiques et les modèles cinétiques, d'Avrami et de chaînes repliées.

a) Modèles thermodynamiques

La cristallisation peut être thermodynamiquement décrite ainsi :

$$\begin{aligned} \Delta G &= G_{crist} - G_{amorphe} \\ &= \Delta H - T\Delta S \end{aligned} \tag{I.2}$$

où G_{crist} (resp. $G_{amorphe}$) est l'énergie libre de la phase cristalline (resp. amorphe) et $\Delta H, \Delta S$ l'enthalpie et l'entropie de cristallisation. La cristallisation devient possible lorsqu'elle provoque une diminution de l'énergie libre du système (i.e. lorsque l'énergie libre du fondu excède l'enthalpie de fusion) et se poursuit jusqu'à ce que ΔG soit minimale. Ce minimum est atteint bien avant que l'ensemble de la phase amorphe soit transformé en phase cristalline. Ceci vient du fait que le passage d'une chaîne de la phase amorphe à cristalline modifie la structure de l'amorphe environnant et rend la transformation amorphe/cristallin énergétiquement moins favorable. L'approche thermodynamique a permis de décrire les phases de germination [21] et d'équilibre (détermination du taux de cristallinité à l'équilibre). Dans le cas de la cristallisation induite par la déformation, le taux de cristallisation à l'état d'équilibre a été proposé par Flory[22] :

$$V_c(\infty) = 1 - \left(\frac{\frac{3}{2} - (\frac{6}{\pi \overline{n}})^{0.5}\lambda - (\frac{\lambda^2}{2} + \frac{1}{\lambda})\frac{1}{\overline{n}}}{\frac{3}{2} - \frac{h}{R}(\frac{1}{T_m} - \frac{1}{T})} \right)^{0.5} \tag{I.3}$$

avec $\overline{n}$ nombre de segments de chaînes entre points de réticulation, R constante des gaz parfaits, λ taux d'élongation, T_m température de fusion des cristallites.

b) Modèles cinétiques

Les modèles développés par Avrami [23] pour les matériaux métalliques puis utilisés par Gent [24] et Mandelkern [25] pour les polymères, permettent de décrire la cinétique de cristallisation. La forme la

plus simple reliant la fraction de phase non-cristallisée au temps t et au taux de transformation k est la suivante :

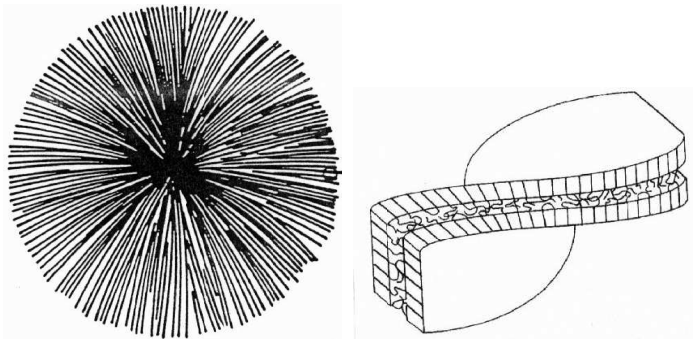
$$\theta = e^{-kt^n}$$

n est fonction du mode de nucléation, de l'ordre de 3 pour une cristallisation induite par la déformation et de 1 pour une cristallisation à basse température. Cependant, les hypothèses de transformation iso-volume et de cristallisation complète sous-jacentes au modèle d'Avrami sont difficilement acceptables dans le cas des polymères. Des modifications de cette loi furent proposées par certains auteurs, le lecteur souhaitant approfondir les aspects cinétique de la cristallisation pourra consulter la référence [26]. On citera également le modèle de chaînes repliées proposé par Hoffman [27].

I.5.2 Morphologie

La morphologie de la phase cristalline est fortement dépendante du niveau de déformation et de la vitesse de refroidissement à laquelle elle se forme. A déformation nulle et vitesse de refroidissement modérée, la superstructure cristalline est de type sphérolitique. A la différence d'autres polymères où les taux de cristallinité sont plus élevés comme par exemple le polyéthylène ($X_c = 50\%$) et où la croissance d'un sphérolite est limitée par celle des sphérolites environnants, la forme stabilisée du sphérolite conserve la symétrie sphérique de germination. Les sphérolites sont composés de fines lamelles (épaisseur 70-80 $\mathring{A}$) émanant radialement du centre de nucléation [28]. A l'intérieur des lamelles, Davies et Long [29] ont montré que les chaînes sont disposées perpendiculairement à l'axe du sphérolite suivant un modèle de chaînes repliées (voir figure I.13).

A niveau d'élongation non nul, la morphologie de la phase cristalline tend vers une structure de type



(a) Sphérolite (b) Lamelle

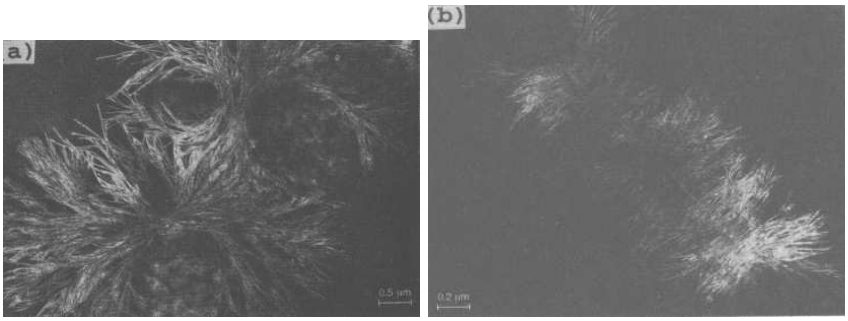
Figure I.13 : Schématisation de la superstructure sphérolitique et des lamelles qui la composent

fibrillaire encore appelée "*Shish Kebab*". Les lamelles sont alors regroupées perpendiculairement à une fibre centrale alignée dans la direction de traction. L'observation de ces microstructures nécessite des équipements particuliers puisqu'elles doivent être observées sur films minces, à basse température et/ou sous déformation. Des observations au M.E.B. obtenues sur films minces sont présentées figure I.14.

Deux types de mailles ont été proposées pour décrire le cristal : orthorombique ou monoclinique [30] [31] [32] [33]. La maille monoclinique ne s'éloignant que très peu de la maille orthorombique (angle de 92° dans le cas monoclinique et de 90° dans le cas orthorombique) c'est cette dernière que nous choisirons comme modèle de maille cristalline.

Il est important de souligner le caractère fortement anisotrope de la structure cristalline tant du point

de vue de la morphologie des superstructures (effet de la déformation) que du point de vue du cristal lui-même. En effet, les macromolécules sont allongées suivant l'axe $\vec{c}$ de la maille orthorombique. La nature des liaisons majoritairement actives dans cette direction sont des liaisons covalentes, fortement énergétiques. A l'inverse, les liaisons qui agissent dans le plan basal $(\vec{a}, \vec{b})$ sont des liaisons faibles, de type Van der Waals ou liaisons par pont hydrogène. L'orthotropie qui en résulte, a naturellement des conséquences sur les propriétés mécaniques. Le rôle de cette microstructure est souvent évoqué dans les phénomènes de bifurcation de fissures observés sur le NR. Le lecteur souhaitant approfondir certains aspects de la morphologie des structures cristallines des élastomères pourra se reporter à l'ouvrage cité en référence [3].



(a) $\lambda = 1$ (b) $\lambda = 5$

Figure I.14 : Types de morphologie rencontrées en fonction du taux d'élongation. Observations sur films minces par Phillips et al.[34].

I.5.3 Analyses par diffraction X

La cristallisation s'accompagne d'un certain nombre de phénomènes physiques qui permettent de la mettre en évidence. Le premier d'entre eux, observé par Bunn [33], est une densification par rapport à la phase amorphe. Bunn trouve des valeurs de 1 g/cm^3 pour la phase cristalline contre 0.91 g/cm^3 pour la phase amorphe. Ce changement de volume peut être exploité pour quantifier le pourcentage de phases cristallines par dilatométrie [35]. D'autres méthodes existent, on citera parmi elles, la diffraction des Rayons-X [36] et de neutrons, la microscopie optique [29] , électronique à balayage et transmission [28], la spectroscopie IR [37], la DSC et enfin la NMR. Dans le cas de matériaux massifs (par opposition aux films ultra-minces utilisés dans de nombreuses études) la diffraction X permet d'identifier séparément, la phase amorphe (diffraction diffuse, également appelée halo-amorphe, caractéristique de la matière désordonnée) et la, ou les phases cristallines présentes dans le matériau. Elle permet d'obtenir des informations en termes d'orientation et de quantification de la phase cristalline. C'est cette méthode que nous avons choisie pour étudier la cristallisation du NR sous déformation.

a) Dispositif expérimental

Les mesures de diffraction X ont fait l'objet d'une collaboration entre le Centre des Matériaux de L'Ecole des Mines et le LM_3 de l'E.N.S.A.M. . Diverses techniques ont été utilisées : clichés de diffraction (LM_3), figures de pôles (LM_3) et diffractogrammes $\theta/2\theta$ (CdM). Un dépôt d'or (barreaux de $0.1mm$ espacés de $1.0mm$) est préalablement réalisé afin de déterminer le niveau d'élongation

atteint à chaque essai.

Clichés de diffraction:
Le dispositif utilisé pour les clichés de diffraction X est schématisé figure I.15. L'intensité diffractée

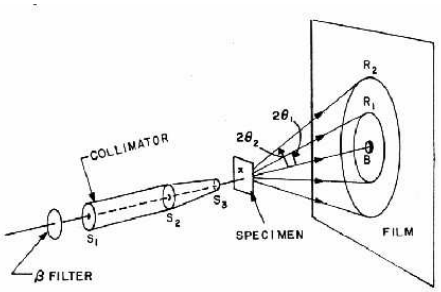


Figure I.15 : Dispositif utilisé pour la diffraction X

en chacun des points de la plaque photographique est fonction de la présence d'une phase cristalline à l'angle de Bragg correspondant. Cet angle est déterminé par construction géométrique, à partir de la distance D de la plaque par rapport à l'échantillon et du point considéré au centre de cette plaque. L'orthogonalité faisceau incident-échantillon et faisceau incident-plaque est essentielle. Afin de limiter l'absorption des RX par l'échantillon, son épaisseur a été limitée à environ $500\mu m$ par polissage.

Figures de pôles:
Les figures de pôles ont été réalisées sur le diffractomètre SIEMENS D500 –3 axes– du LM_3. L'ensemble des tests que nous avons pu réaliser nous ont amené à choisir une anticathode de Chrome. Elle permet d'éviter les trop petits angles tout en conservant un rayonnement suffisamment énergétique. L'utilisation d'un filtre Vanadium permet d'obtenir un rayonnement de type K_α. La focalisation du faisceau (localisation du centre de rotation du goniomètre) est réalisée à $0.1mm$ de la surface de l'échantillon, soit la moitié de la profondeur de pénétration (évaluation par logiciel LM_3). Deux figures de pôles ont été réalisées. L'une sur les plans de type (120) des cristallites du NR, la seconde sur les plans de type (100) de l'oxyde de Zinc. Une troisième figure de pôle, réalisée à un angle de diffraction ne correspondant à aucune phase cristalline et hors halo-amorphe ($2\theta = 50°$), permet l'acquisition du bruit de fond et sera soustraite aux deux précédentes avant interprétation.

Spectres de diffraction $\theta - 2\theta$:
Les spectres $\theta - 2\theta$ ont été réalisés sur le diffractomètre SIEMENS D500 du CdM équipé d'un détecteur ELPHYSE de type proportionnel à localisation linéaire. Les conditions expérimentales sont données tableau I.3. La plage d'angle choisie (10-40°) permet d'intégrer dans le spectre les pics associés au halo amorphe, à la phase cristalline recherchée et au pic (100) du ZnO. Le dispositif de traction est schématisé figure I.16. On remarquera que, de par sa conception, la présence des mors ne gène en rien la diffraction des RX, même aux petits angles. Les spectres sont réalisés à angle azimutal fixe, la direction du faisceau coïncidant avec la direction de traction. La comparaison des spectres entre eux ne peut se faire qu'à condition d'obtenir une source de rayonnement parfaitement stable, des caractéristiques d'absorption et des quantités diffractantes identiques. Pour prendre en compte la fluctuation éventuelle de l'une ou l'autre de ces caractéristiques il est nécessaire de normaliser ces spectres par rapport à une quantité permettant d'en rendre compte. Pour cette raison, et du fait de l'homogénéité de la répartition en oxyde de zinc, tous les spectres ont été normalisés par rapport à l'intensité diffractée totale du pic (100) du ZnO. Les diffractogrammes obtenus sont donnés figure I.20.

	Laue	Figure de Pôle	θ-2θ
Anti-cathode	Mn	Cr	Cu
Tension (kV)	40	40	40
Courant(mA)	30	40	40

Tableau I.3 : Paramètres de mesures

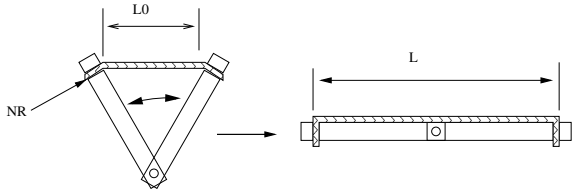


Figure I.16 : Dispositif de traction utilisé pour les RX.

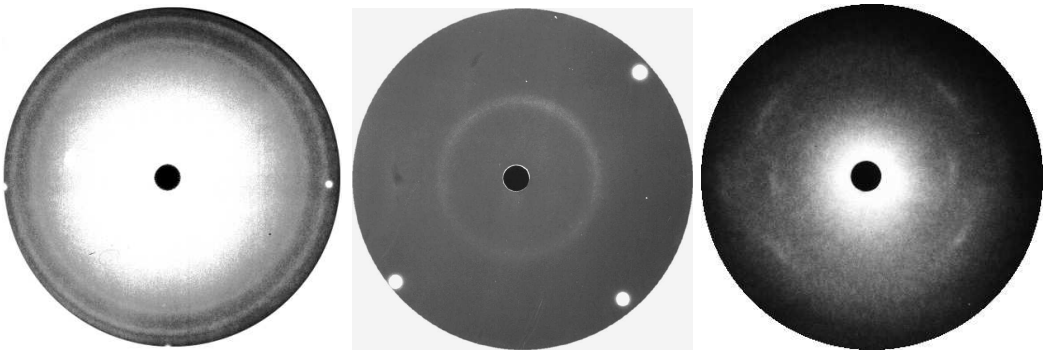
b) Texture de la phase cristalline

Les clichés obtenus sont donnés figure I.17. A niveau de déformation nul deux zones sont remarquables : un anneau diffus, proche du centre et une succession d'anneaux fins et de forte intensité à la périphérie. La première est la signature de la phase amorphe. En effet, malgré le désordre caractéristique de cette phase, des grandeurs comme la distance entre atomes d'une même chaîne ou la distance entre chaînes les plus proches ne sont pas distribuées totalement aléatoirement au sein du matériau. Ce quasi-ordre à courte distance donne lieu à ce type de diffraction. Les anneaux sont caractéristiques des phases cristallines présentes dans le matériau. On remarquera que ces phases ne présentent aucune texture particulière (l'intensité ne dépend pas de l'angle azimutal).

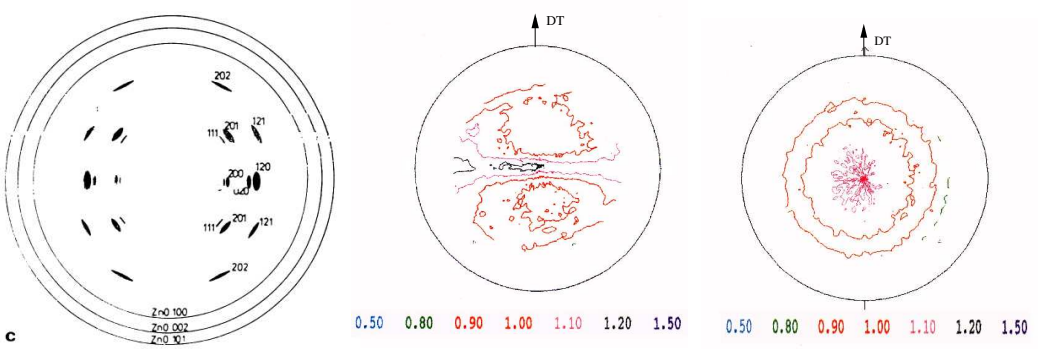
A partir d'une élongation de $\lambda = 4$ apparaissent sur les clichés des zones claires, caractéristiques de l'apparition d'une nouvelle phase cristalline : la cristallisation du NR. A la différence des phases cristallines précedemment citées, il ne s'agit pas d'anneaux mais de taches, signe d'une forte texture. En supposant une maille orthorombique, il est possible d'indexer le cliché de diffraction (figure I.17 d). Cette texture est confirmée par la figure de pôle réalisée sur la famille de plan (120) (voir figure I.17 e). La direction de traction (DT) indique que l'axe $\vec{c}$ de la maille orthorombique est alignée dans la direction de traction et que les directions $\vec{a}$ et $\vec{b}$ sont réparties aléatoirement dans le plan normal à la direction de traction.

c) Evolution du taux de cristallinité

Le but ici, est de déterminer l'évolution du taux de cristallinité avec l'élongation, à partir de l'exploitation des diffractogrammes θ-2θ. La comparaison des diffractogrammes est possible à condition d'obtenir une source de rayonnement parfaitement stable, des caractéristiques d'absorption et des quantités diffractantes identiques pour chacun d'eux. Or ces quantités varient inévitablement entre deux spectres. Pour prendre en compte ces fluctuations, il est nécessaire de normaliser les spectres par rapport à une quantité sensible à ces variations et qui, en l'absence de fluctuations, serait identique pour chaque diffractogramme. L'homogénéité de la répartition en oxyde de zinc et le caractère isovolume de la déformation permettent d'utiliser l'intensité diffractée totale du pic (100) du ZnO comme facteur de normalisation. Après normalisation, les diffractogrammes obtenus sont donnés figure I.20. A partir de $\lambda = 2.6$ apparaissent trois pics caractéristiques de la phase cristalline. Leur indexation est obtenue à partir de l'indexation du diffractogramme de Laue.



(a) $\lambda = 1, D = 48mm$ (b) $\lambda = 1, D = 52mm$ (c) $\lambda = 4, D = 52mm$



(d) Indexation (e) $\lambda = 4, (120)_{NR}$ (f) $\lambda = 4, (110)_{ZnO}$

Figure I.17 : Clichés de diffraction X, figure de pôle et indexation

La détermination du taux de cristallinité est depuis longtemps un problème délicat. La méthode choisie par de nombreux auteurs [32] [38][39][40][41][42] [43] consiste à suivre l'évolution de l'intensité diffractée par le halo amorphe. Cette méthode prend pour hypothèse que l'intensité totale diffractée sur tout l'espace est indépendante de l'organisation des entitées diffractantes. Debye [44] donne l'expression de l'intensité diffractée :

$$I(s) = \sum_i \sum_j f_i f_j \frac{sin(Sr_{ij})}{Sr_{ij}}$$

avec f_i et f_j facteurs de diffraction des particules i et j séparées d'une distance r_{ij} et $S = 4\pi(sin\theta)/\lambda$ avec θ angle de diffraction. On peut écrire, à tout niveau d'élongation λ :

$$I^{\lambda}_{totale} = I^{\lambda}_{amorphe} + I^{\lambda}_{cristallin} = I^{0}_{totale}$$
$$\text{soit } X_c = 1 - \frac{I^{\lambda}_{amorphe}}{I^{0}_{totale}} \tag{I.4}$$

Plutôt que de taux de cristallinité, la plupart des auteurs utilisent prudemment le terme d'index de cristallinité. Si les pionniers de la diffraction X dans les polymères ont travaillé directement sur les spectres globaux, à partir des intensités maximales des pics, le développement de l'outil informatique a

permis l'utilisation de techniques de déconvolution de diffractogrammes, particulièrement utiles dans le cas de recouvrement de pics comme c'est le cas ici.

Des études précédentes sur des matériaux polymères ont montré l'adéquation des fonctions de type PEARSON VII pour la déconvolution des pics cristallins et du halo amorphe. Cette fonction s'écrit sous la forme :

$$I = \frac{I_0}{\left[1 + 4(2^{\frac{1}{m}} - 1)\left(\frac{x - x_0}{\Delta\phi}\right)^2\right]^m} \tag{I.5}$$

avec $I_0 =$ hauteur du pic

$x_0 =$ position du pic

$\Delta\phi =$ largeur à mi-hauteur

$m =$ paramètre de forme

Chaque diffractogramme sera déconvolué en considérant la présence de 5 pics : trois associés à la phase cristalline recherchée, un pic correspondant au halo amorphe, un dernier pour l'oxyde de zinc. Le logiciel de déconvolution autorise les pics non symétriques en décomposant chaque pic en deux parties, de part et d'autre du maximum. On a donc, au maximum, six paramètres par pic soit 30 paramètres par diffractogramme plus le bruit de fond à identifier. Les résultats obtenus, sans contraintes sur les paramètres, se sont avérés peu stables (variations importantes entre deux optimisation successives du même spectre). Afin de stabiliser le processus de déconvolution, les paramètres de formes associés à la phase cristalline du NR ont été fixés. Les valeurs retenues sont calculées sur le pic $(020)_{NR}$ à $\lambda = 5.2$ (pic de forte intensité et facilement dissociable du halo amorphe). Malgré tout, l'intensité diffractée totale évolue avec l'élongation (Figure I.19). Cet écart à la théorie peut être attribué à des variations dans la détermination du bruit de fond.

La figure I.18 donne un exemple de déconvolution de spectre. Les résultats de déconvolution sont donnés en annexe A-I tableau A-I.1. On remarquera que l'aire du halo amorphe diminue avec l'élongation, en accord avec l'équation I.4.

Le calcul des paramètres de maille, à partir de la position des pics (200) et (120), donne des valeurs très proches de celles de la littérature avec $a = 1.25nm$ et $b = 0.9nm$ (Davies [45] obtient $a = 1.26nm$ et $b = 0.92nm$). La figure I.21 présente l'évolution du taux de cristallinité et compare nos résultats à ceux obtenus par différents auteurs sur du NR chargé.

L'évolution du taux de cristallinité peut se décomposer en trois stades :

- 0-A : Il existe une élongation limite λ_{lim} en dessous de laquelle le taux de cristallinité est nul. Ce seuil est un **seuil de détection**, le seuil réel pouvant être bien inférieur à cette valeur.
- A-B : Au delà de ϵ_{lim} le taux de cristallinité augmente rapidement avec la déformation.
- B-C : Le taux de cristallinité se stabilise progressivement, la courbe (λ, X_c) présentant une asymptote horizontale, $X_c = 0.27$.

Les valeurs de λ_{lim} proposées par Alexander et Goppel sont plus élevées que celles que nous mesurons : resp. 3.5 et 4.2 contre 2.3 dans notre cas. Lee ne détecte pas de seuil et obtient une cristallinité de l'ordre de 4% à partir de $\lambda = 2$. La valeur à saturation, $X_c = 0.27$, correspond au taux de cristallinité maximal du NR proposé par les auteurs utilisant la même technique ($X_{c,max}\varepsilon[0.3, 0.35]$). Le comportement asymptotique est la seule différence majeure avec les précédents auteurs. Il est pourtant bien prévu par l'approche thermodynamique comme le montre la courbe correspondante au modèle de Flory (équation I.3, avec $\overline{n}$=50, $T_m = 250°C$, $T = 300°C$, donnés de la littérature).

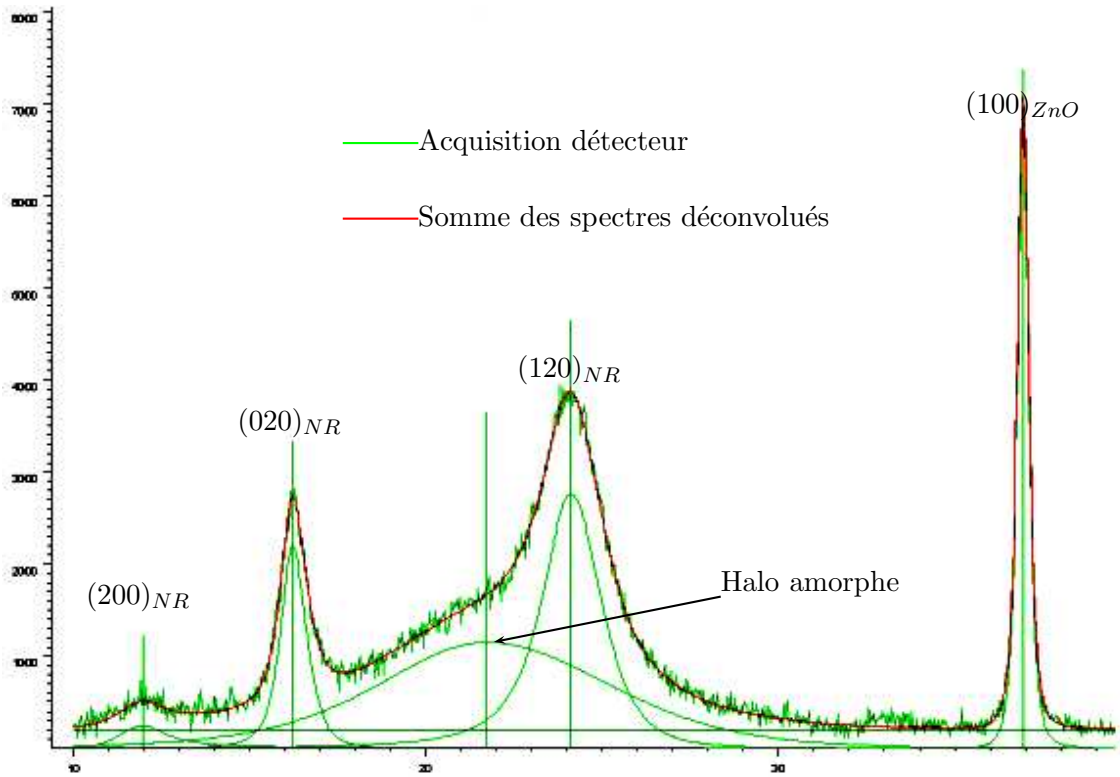


Figure I.18 : Exemple de déconvolution de spectres ($\lambda = 5.2$).

On se propose de comparer l'évolution microstructurale à celle du comportement mécanique, plus précisément, à l'évolution du module tangent en fonction de la déformation (voir figure I.22). Le minimum de la courbe module/déformation correspond au début du renforcement. Il a lieu à environ 40% de déformation, assez loin du seuil de détection de la phase cristalline. Ce début du renforcement en absence de cristallisation s'explique par l'orientation progressive de la phase amorphe et la notion d'extensibilité limite des chaînes les plus courtes. De plus, la cristallisation débute probablement avant que la mesure par diffraction X ne soit capable de la détecter. La cristallisation s'accompagne d'une forte augmentation du module.
Le début du plateau cristallin correspond au maximum du module tangent. A cet instant, la microstructure du matériau doit être vue comme biphasée: la première phase cristalline, la seconde amorphe et fortement orientée. Le module chute légèrement au delà de $\lambda = 4.3$. La structure cristalline étant apparemment stable (taux de cristallinité constant), l'adoucissement (la chute de raideur) ne peut être attribué qu'à des mécanismes agissant au niveau de la phase amorphe.

L'adoucissement peut être envisagé sous deux angles : celui de l'endommagement et celui du comportement. Ce dernier stade est assez rarement évoqué dans la littérature surtout en ce qui concerne les élastomères. Peterlin [46][47][48] a étudié les mécanismes de rupture des polymères **non chargés, fortement cristallins** et présentant une microstructure microfibrillaire orientée. Les microfibrilles sont constituées d'une alternance de cristaux et de parties amorphes composées de "molécules liens" reliant les cristaux entre eux. La microstructure de ces matériaux n'évolue pas au cours de la déformation. Dans notre cas, la morphologie de type *Shish kebab* peut être assimilée à une microstructure microfibrillaire fortement orientée. Par contre, le taux de cristallinité est beaucoup plus faible que celui des matériaux étudiés par Peterlin.

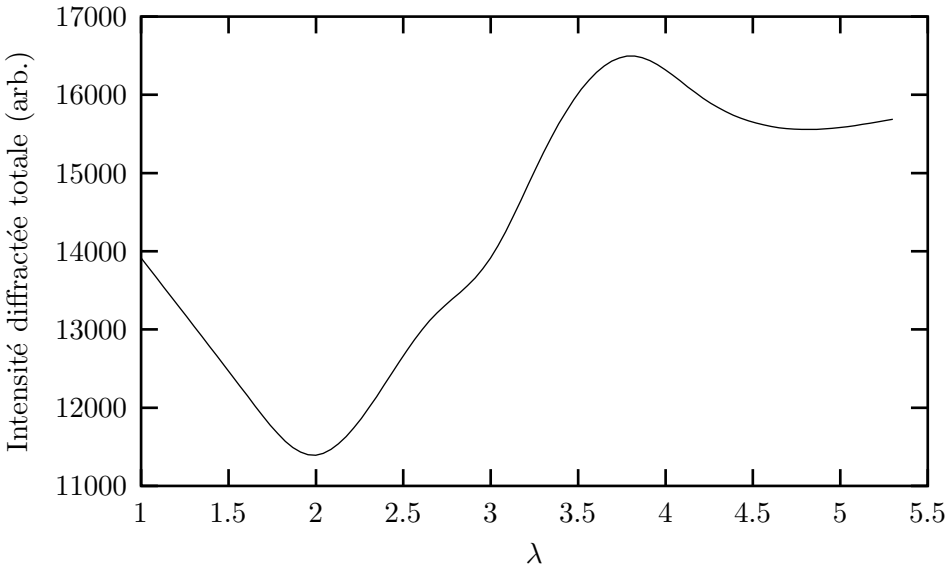


Figure I.19 : Evolution de l'intensité maxiamale diffractée avec la déformation.

Ce dernier propose un mécanisme d'adoucissement piloté par la création de radicaux libres mis en évidence par Résonance Paramagnétique Electronique. Les radicaux seraient formés par la rupture des molécules liens les plus tendues, situées dans les zones amorphes. L'apparition de ces radicaux libres est détectée bien avant la rupture finale de l'échantillon. Les fissures amorcées à partir de ces micro-vides se propagent soit transversalement dans la phase amorphe intra-fibrillaire (cas du Nylon) soit le long des fibrilles (cas du PET) et provoquent la rupture finale de l'échantillon. L'adoucissement vu comme endommagement ne semble pas pertinent dans notre cas, d'après la courbe de second chargement. En effet, elle présente également cet adoucissement, ce qui ne devrait pas être le cas dans l'hypothèse du mécanisme proposé par Peterlin.
L'adoucissement doit donc être perçu comme le comportement de la phase amorphe orientée, aux très grandes déformations. Nous l'avons vu précédemment, la structure du matériau est stabilisée à partir de 330% de déformation. A ce niveau de déformation coexistent une phase cristalline orthotrope de haut module et une phase amorphe orientée. Chaque cristal doit être considéré comme un domaine microrigide et constitue un noeud physique au même titre qu'un enchevêtrement. La stabilisation du taux de cristallinité indique que la mobilité des chaînes participant à la phase amorphe est fortement limitée. De fait, il devient très difficile de déformer le matériau. L'adoucissement observé peut alors s'expliquer par un mécanisme de glissement de chaîne analogue à celui proposé par Danenberg. En d'autres termes, **cet adoucissement doit être vu comme le comportement visco-élastique de la phase amorphe aux très grandes déformations**. Il peut être assimilé au début du "genou" observé sur la courbe de traction de certains polymères.

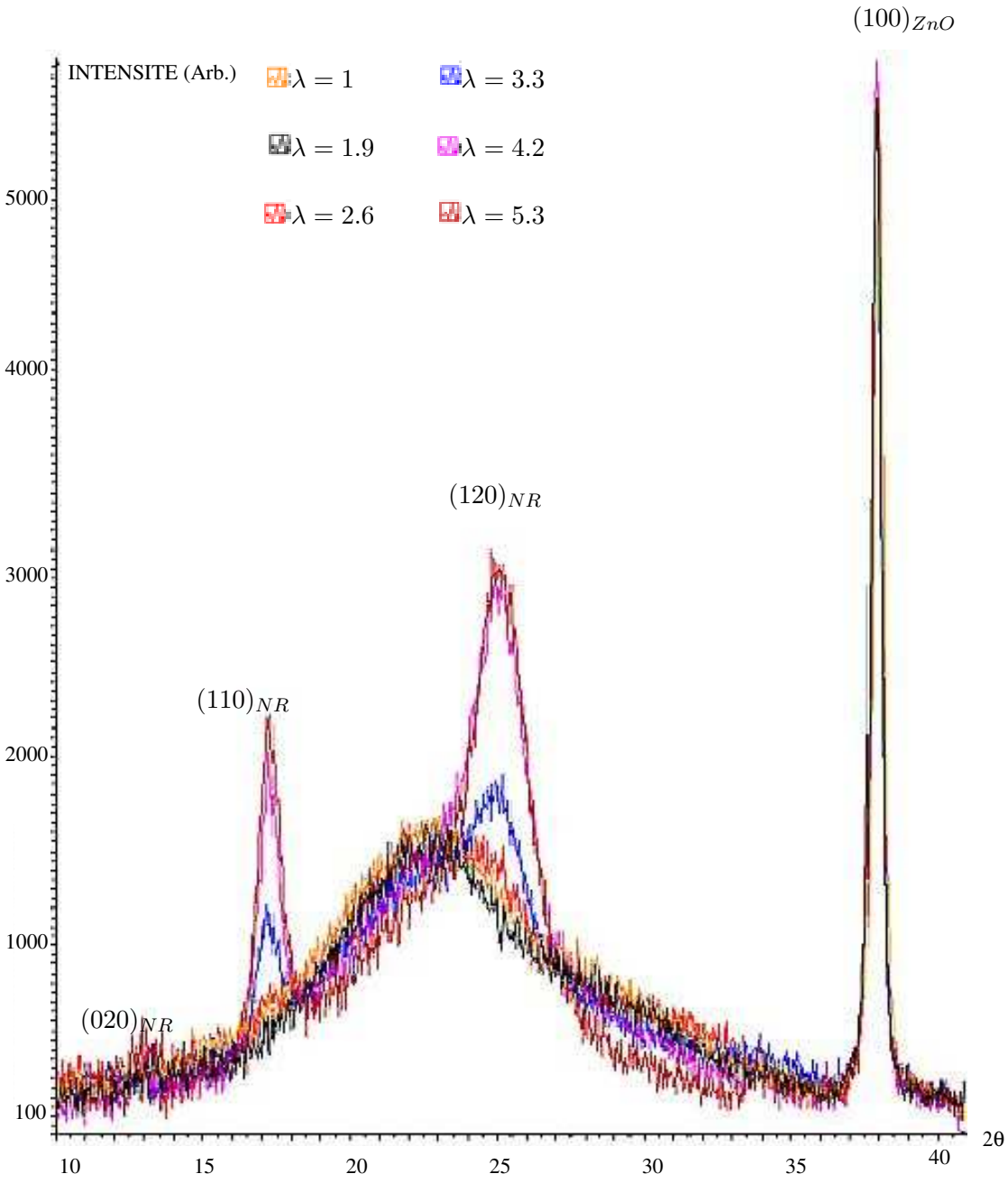


Figure I.20 : Spectres de diffraction $\theta/2\theta$ à divers taux d'élongation.

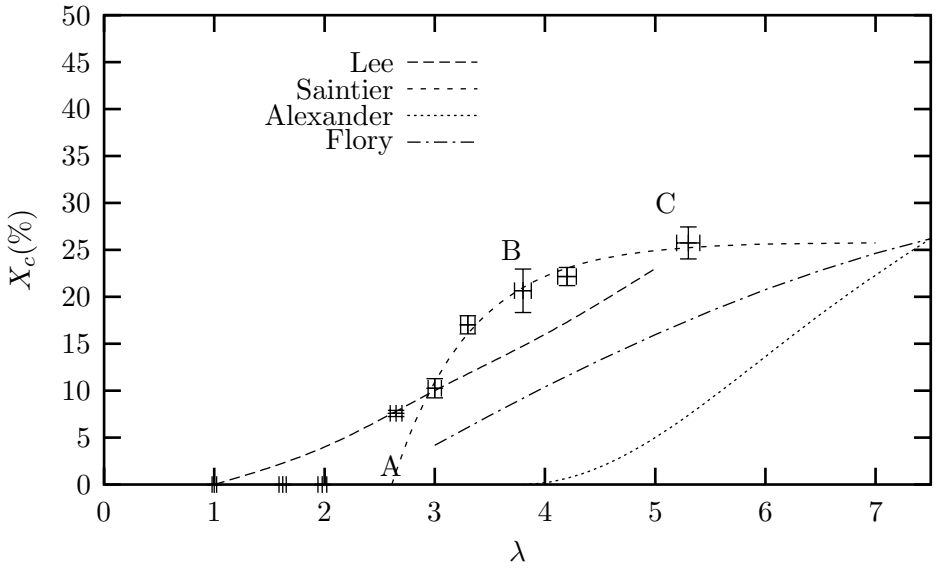


Figure I.21 : Evolution de l'indice de cristallinité avec la déformation (NR chargé). Comparaison avec les résultats proposés par Lee et Donovan [42], Alexander [32],Goppel [43] et Flory [22].

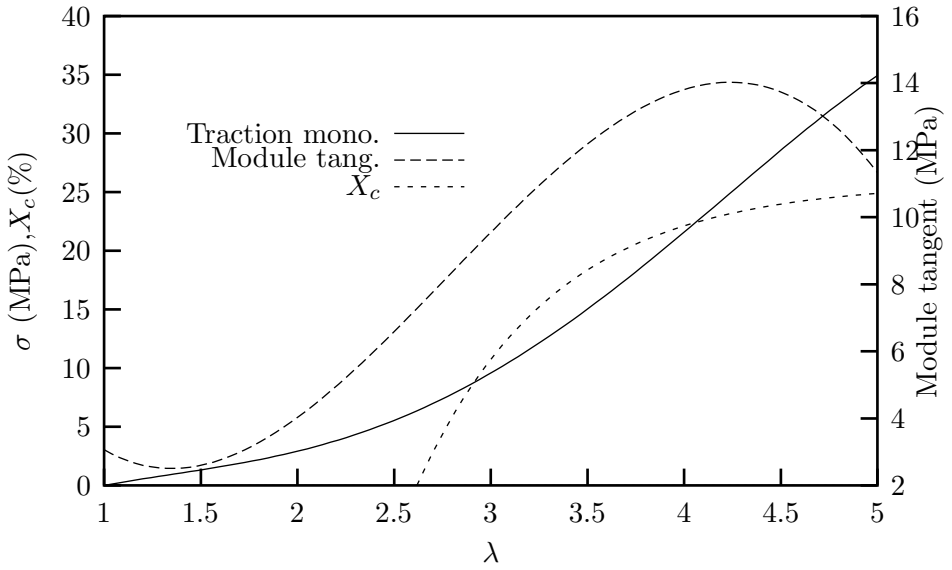


Figure I.22 : Evolution du module tangent et de l'indice de cristallinité en fonction de l'élongation

I.5.4 Diffraction en micro-foyer

Nous avons vu que la cristallisation apparaît à partir de taux d'élongation de l'ordre de 2.6. Le domaine de déformation exploré lors des essais de fatigue se situe en dessous de ce seuil critique. Cependant, la présence d'hétérogénéités de déformation à l'échelle micro peut provoquer l'apparition de zones localement cristallisées. Nous avons tenté de détecter la présence de zones cristallisées dans le cas d'une fissure. L'élongation appliquée macroscopiquement est de $\lambda = 2$. Pour pouvoir identifier la présence de domaines cristallins de l'ordre de la centaine de micromètres, il est nécessaire d'utiliser une taille de faisceau de RX dont le diamètre est du même ordre de grandeur. Nous avons donc utilisé un faisceau de diamètre $100\mu m$ grâce au dispositif de réduction de faisceau équipant le diffractomètre Philips 4 axes du LM_3 de l'E.N.S.A.M.. La taille de faisceau est à peu près dix fois inférieure à celle des mesures décrites précédemment. Nous avons donc réduit la plage de mesure au maximum et augmenté le temps de comptage jusqu'à $20s$/pas à raison de $0.2°$/pas. Le rayonnement utilisé est de type $Co\text{-}K\alpha(\lambda = 1.8\mathring{A})$. Les premiers spectres sont réalisés à la pointe de la fissure, puis par incréments de $150\mu m$ par rapport à celle-ci, dans une direction perpendiculaire à la direction de traction. Les résultats sont donnés figure I.23.

Seuls les deux premiers pas sont représentés, les suivants ne fournissant pas plus d'informations. Le nombre de coups enregistrés par le détecteur est très faible et le bruit très important. Cependant, pour le spectre le plus proche de la pointe de fissure, il semble possible de dicerner une sorte de "pic" à l'angle correspondant au pic $(120)_{NR}$ identifié sur les diffractogrammes précédents. Ce "pic" disparaît rapidement puisque il n'est pas identifiable sur le diffractogramme réalisé à $150\mu m$ de la pointe de la fissure.

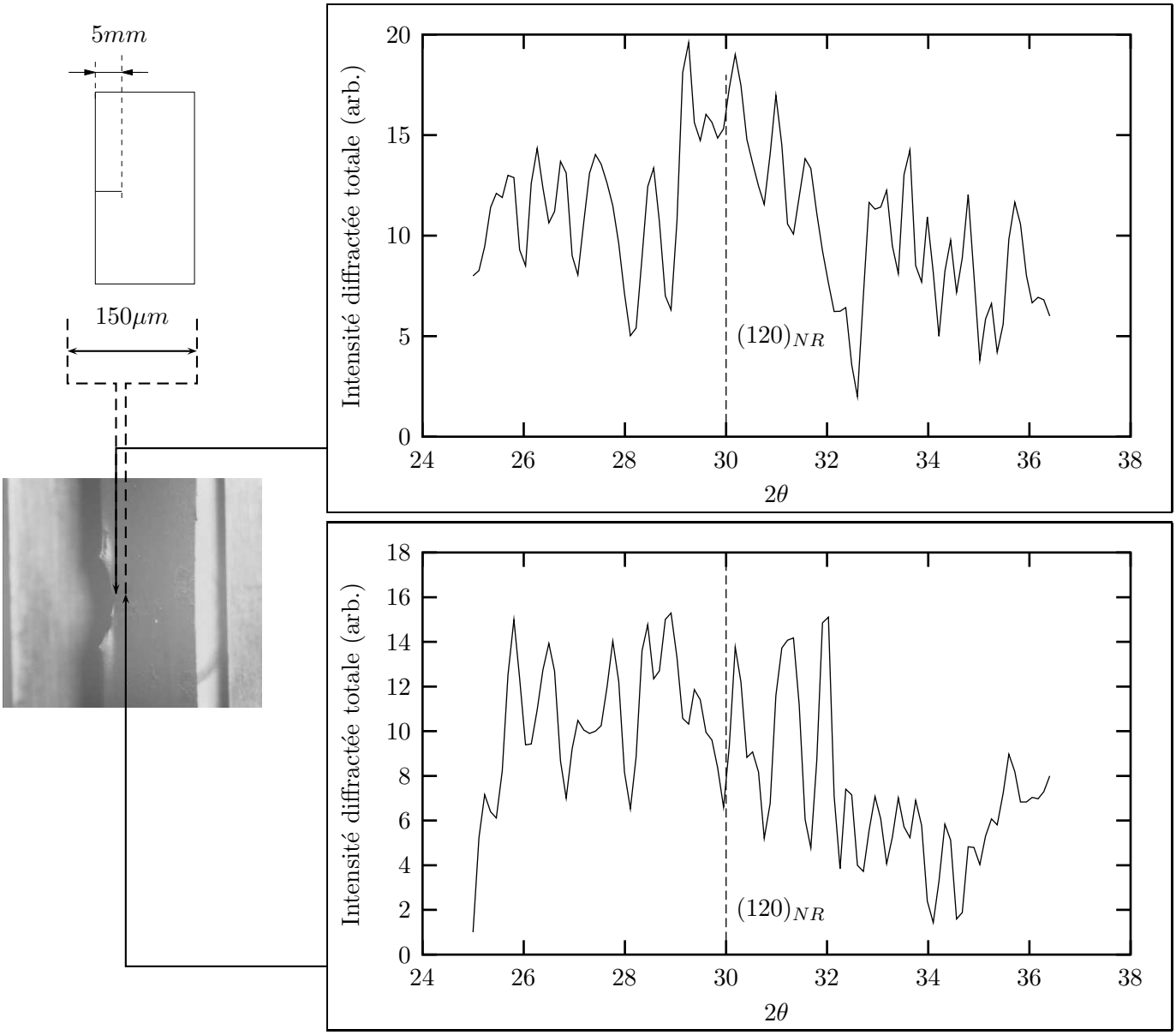


Figure I.23 : Mesures de l'intensité diffractée en θ-2θ et mico-foyer

I.5.5 Comportement cyclique

Dans cette partie, nous présentons les résultats d'essais cycliques avec décharge partielle. A chaque cycle le niveau de déformation minimal augmente alors que le niveau de déformation maximal reste constant. L'éprouvette a été stabilisée une dizaine de cycles à la déformation maximale. La déformation est calculée à partir d'une longueur de référence mesurée à l'état stabilisé et non sollicité. Les figures I.24 et I.25 représentent l'évolution de la déformation et de la contrainte ($\sigma = \frac{F}{S}$) en fonction du temps. La figure I.26 donne l'évolution de la contrainte maximale atteinte à chaque cycle normalisée par la contrainte maximale du premier cycle.

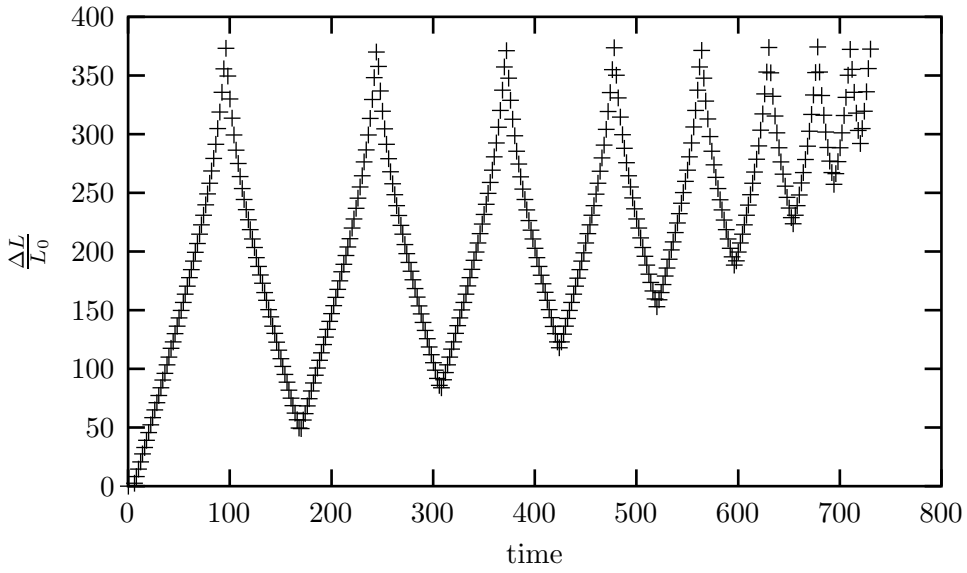


Figure I.24 : Pilotage en déformation .

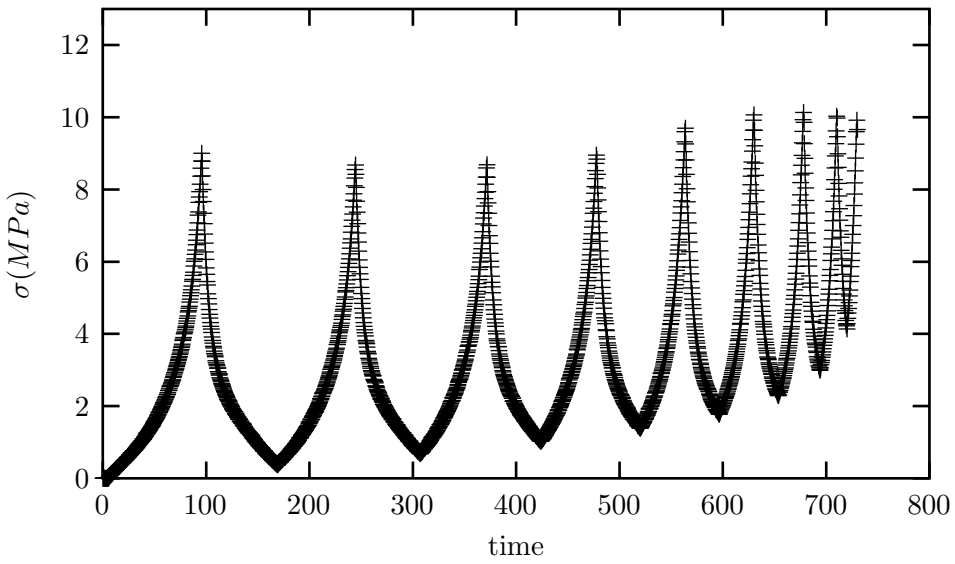


Figure I.25 : Evolution de la contrainte ($\sigma = \frac{F}{S}$) .

On peut distinguer trois stades :

- Stade 1 : légère chute de la contrainte maximale σ_{max} entre le premier et le second cycle (quelques pour-cent).
- Stade 2 : Augmentation régulière de σ_{max} à chaque cycle, au delà d'une déformation minimale (λ_{min}) de 1.9.
- Stade 3 : nouvelle chute de σ_{max} pour $\lambda_{min} > 3.6$.

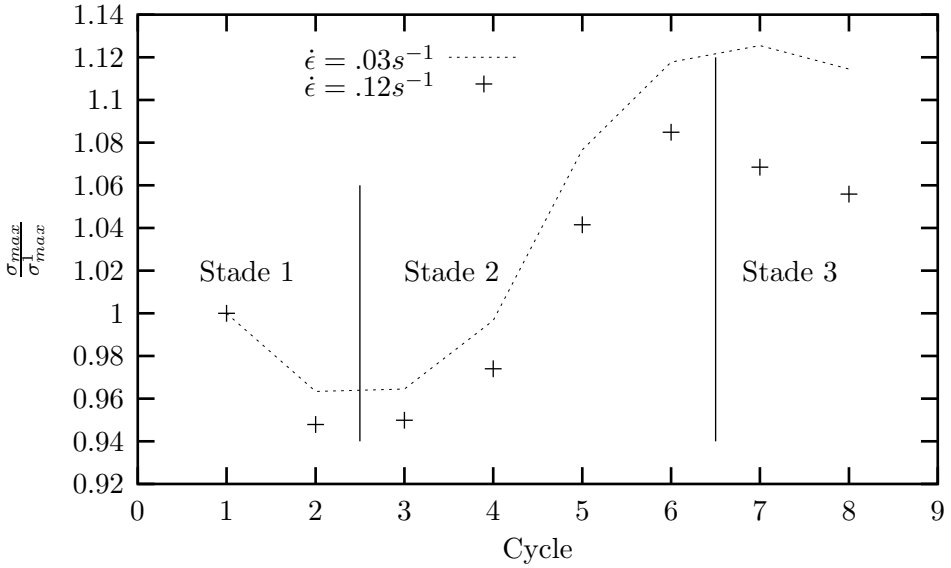
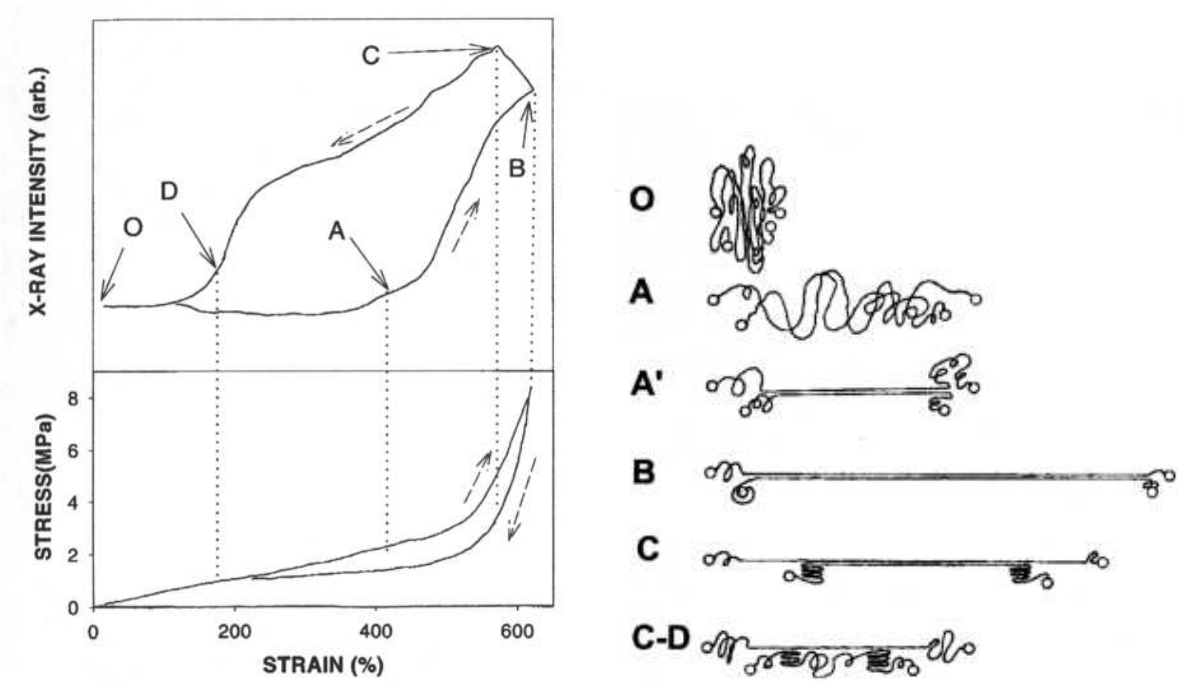


Figure I.26 : Evolution de la contrainte maximale pour deux vitesses de déformation

Le premier stade peut être associé au phénomène d'écoulement visqueux aux très grandes déformations décrit précédemment. L'augmentation de contrainte observée dans le stade 2 est à première vue plus difficile à interpréter et n'a, à notre connaissance, pas été rapportée dans la littérature. L'augmentation de σ_{max} traduit une augmentation du module tangent entre chaque cycle pour un niveau de déformation donné. Nous avons vu que l'augmentation du module tangent observée sur un essai de traction monotone pouvait être corrélée à l'augmentation du taux de cristallisation. Nous nous proposons d'interpréter de la même manière le stade 2. A la première mise en charge l'évolution du taux de cristallisation avec la déformation suit celle décrite figure I.22. Lors du i^{eme} cycle (cycles du stade 2) le matériau cristallise puis décristallise progressivement jusqu'au niveau de déformation $\lambda^i_{min,décharge}$. L'augmentation du module tangent à la montée en charge i+1 indique que le taux de cristallisation résiduel à $\lambda^i_{min,décharge}$ est supérieur à $\lambda^i_{min,charge}$. En d'autre termes, **le taux de cristallisation dépend de l'histoire de la déformation vue par le matériau : il existe un effet de cumul de cristallisation.**

Ces résultats sont à rapprocher de ceux obtenus par Toki et al. [49]. Ils se proposent de mesurer, en continu, l'évolution du taux de cristallisation au cours d'un essai de traction. L'essai de traction n'étant pas interrompu, il leur est impossible d'effectuer des balayages θ-2θ. Il supposent donc que l'évolution du taux de cristallinité est directement proportionnelle à l'intensité du pic correspondant au plan (120) du caoutchouc naturel ($2\theta = 21.67°, Cu - H\alpha$). Leurs résultats sont représentés figure I.27.

Ils analysent la courbe de charge-décharge en terme d'évolution microstructurale ainsi :



(a) (b)

Figure I.27 : Mesures de diffraction X et essais de traction simultané [49].

O-A : la contrainte augmente en accord avec la théorie de l'élasticité caoutchoutique,

A' : la cristallisation débute. Le matériau est alors constitué de chaînes partiellement orientées et cristallisées. Les parties non-cristallisées se comportent comme une chaîne dont la distance bout à bout est réduite. Il s'ensuit une légère diminution de la contrainte (cette diminution n'est pas observée dans notre cas).

A-B : l'augmentation rapide de la contrainte est due au fort module des portions de chaînes cristallisées.

B-C : légère augmentation du taux de cristallinité due à une seconde forme de cristallisation, de type chaînes repliées. Cette cristallisation secondaire serait similaire à celle observée lors d'essais de relaxation (dépendante du temps et non de la déformation).

C-D : la concentration totale en cristallite diminue progressivement avec la déformation. Au point D, les cristallites ont complètement disparu et la courbe de charge et de décharge coïncident.

On pourra également citer Mandelkern ([25],p195) qui met en évidence un phénomène de surfusion dans le cas de cyclage thermique de fibres polyéthylène semi-cristallin.
Ces études confirment nos conclusions sur l'évolution du taux de cristallinité lors de chargements cycliques.
Le stade 3 est caractérisé par des niveaux de déformations supérieurs à $\lambda = 3.6$. Il est probable qu'à de tels niveaux de déformation la structure cristalline du caoutchouc soit quasiment stabilisée et que le phénomène d'écoulement visqueux l'emporte sur celui de cumul de cristallisation.

I.6 Conclusions sur ce chapitre

• Les analyses à la mico-sonde de Castaing mettent en évidence l'homogénéité de la composition du matériau ce qui laisse supposer une homogénéité des propriétés mécaniques. La répartition inclusionaire est majoritairement constituée d'oxydes de zinc de faible dimension (de l'ordre d'une dizaine de micromètres).

• Le comportement du matériau est élastique non-linéaire pour des déformations inférieures à $\lambda = 3$. Au delà de $\lambda = 3$, le matériau présente un adoucissement qui peut être attribué au comportement visco-élastique de la phase amorphe (non cristallisée) aux grandes déformations.

• Les analyses par diffraction X montrent que le matériau cristallise sous déformation. La déformation minimale nécessaire à l'apparition de la phase cristalline ($\lambda = 2.6$) est légèrement inférieure à celle trouvée par d'autres auteurs. L'allure globale de la courbe (λ, X_c) correspond bien aux prévisions du modèle de Flory et donne une valeure limite de $X_c = 0.26$. Les mesures de diffraction X en pointe de fissure sont difficiles à interpréter sans équivoque mais laissent penser qu'il existe une zone cristallisée d'une centaine de microns à proximité de la pointe de fissure. Les essais de traction cyclique avec décharge partielle ont permis de mettre en évidence un effet de cumul de cristallisation. L'effet de cumul est visible macroscopiquement à partir du moment où, lors d'un essai cyclique, la déformation minimale reste supérieure à $\lambda = 1.9$ et que la déformation maximale excède le seuil de cristallisation en traction monotone.

Bibliographie

[1] M.N. Bouchereau. *Formulation des élastomères.* Gsell, G. and Coupar A., APOLLOR, INPL, LRCPP, FIRTEC, 1997.

[2] W. Hofmann. *Rubber Technology Handbook*, page 223. Hanser, 1989.

[3] J.E. Mark, E. Erman, and F.R. Eirich. *Science and technology of rubber*, page 291. Academic press, 1978.

[4] E.M. Dannenberg. The effect of surface chemical interactions on the properties of filled-reinforced rubbers. *Rubber Chem. Technol.*, 48:Review, 1975.

[5] E.M. Dannenberg. Filler choice in the rubber industry. *Rubber Chem. Technol.*, 55:860, 1982.

[6] A. Glesser. *Rubber Chem. Technol.*, 42:850, 1969.

[7] E.M. Dannenberg and J. J. Brennan. *ACS Div. Rubb. Chem., Philadelphia, paper N°22*, 1965.

[8] J. A. C. Harwood and A. R. Payne. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 10:315, 1966.

[9] A.R. Payne and R.E. Whittaker. *Renforcement des élastomères. Importance of hysteresis in the reinforcement of elastomers.*, page 233. J.B. Donnet, CNRS, 1975.

[10] Z. Rigbi. Reinforcement of rubber by carbon black. *Advances in polymer Science*, 36:21, 1980.

[11] L. Mullins. Effect of stretching on the properties of rubber. *Rubber Chem. Technol.*, 21:281–300, 1948.

[12] J. A. C. Harwood, L. Mullins, and A. R. Payne. Stress softening in rubbers : A review. *Journal of the IRI*, pages 17–27, 1967.

[13] A. Robisson. *Comportement visco-hyperélastique endommageable d'élastomères SBR et PU : Prévision de la durée de vie en fatigue.* Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Evry, France, 2000.

[14] H. Bouasse and Z. Carriere. *Annales de la faculté des sciences de Toulouse*, 5:257, 1903.

[15] L. Mullins. Effect of streching on the properties of rubber. *J. Rubb. Res.*, 16:275–289, 1947.

[16] L. Mullins. *L. J. Phys. and Coll. Chem.*, 54:239, 1950.

[17] L. Mullins and N. R. Tobin. Theorical model for the elastic behavior of filled–reinforced vulcanized rubbers. *Proceedings of the third Rubber Technology Conference*, pages 397–412, 1956.

[18] F. Bueche. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 4:107–114, 1960.

[19] J. A. C. Harwood, L. Mullins, and A. R. Payne. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 9:3011, 1965.

[20] J. A. C. Harwood and A. R. Payne. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 10:1203, 1966.

[21] D. Turnbull and J.C. Fisher. Rate nucleation in condense systems. *J. chem. Phys.*, 17:71, 1949.

[22] P.J. Flory. Thermodynamics of crystallization in high polymers. 1. crystallization induced by streching. *J. chem. phys.*, 15:397, 1947.

[23] M. Avrami. Kinetics of phase change. 1. general theory. *J. chem. phys.*, 8:1103, 1939.

[24] A.N. Gent. *Trans. Faraday chem.*, 50:521, 1954.

[25] L. Mandelkern. *Crystallisation of polymers*, page 215. Mc Graw Hill, 1964.

[26] J.H. Magill, S.V. Peddada, and G.M. Manus. *Polym. Sci. Eng.*, 21:1, 1981.

[27] J.D. Hoffman, G.T. Davis, and J.I. Lauritzen. *Treatise on solid state*. Plenum Press, 1976.

[28] A.E. Woodward. Atlas of polymer morphology. 1989.

[29] C.K.L. Davies and Ong Eng Long. Morphology of trans-1,4-polyisoprene crystallized in thin films. *J. of Mat. Sci.*, 12:2165–2183, 1977.

[30] A. Morss. *J. Am. Chem. Soc.*, 60:237, 1938.

[31] H. Hiratsika, M. Hashiyama, S. Tomita, and H. Kawai. *The solid state of polymers*, page 101. P. H. Geil, 1974.

[32] L.E. Alexander, S. Ohlberg, and G. Russell-Taylor. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 26:1068.

[33] C. Bunn. Molecular structure and rubber-like elasticity. 1. the cristal structure of b gutta–percha, rubber and polychloroprène. *Proc. Roy. Soc. A*, 40:180, 1942.

[34] P.J. Phillips and N. Vatansever. *Macromolecules*, 20:2138, 1987.

[35] W.L. Holt and A.T. McPherson. Change of volume of rubber on streching. effects of time, elongation and temperature. *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, 17:657, 1941.

[36] G.R. Mitchel. A wide-angle x-ray study of the development of molecular orientation in crosslinked natural rubber. *Polymer*, 25:1562–1569, 1984.

[37] I.S. Choi and C.M. Roland. Strain-crystallisation of guayule and hevea rubbers. *Rubber Chem. Technol.*, 70:202–210, 1997.

[38] M. Cyr, B. Husson, and A. Carles-Gibergues. Détermination, par diffraction des rayons x, de la teneur en phase amorphe de certains matériaux minéraux. *J. Phys. IV France*, 8:Pr5–23, 1998.

[39] J.J. Sahores. *Adv. X-Ray Anal.*, 16:186–197, 1973.

[40] A.M. Wims, M.E. Myers, J.L. Johnson, and Carter J.M. *Adv. X-Ray Anal.*, 29:281–290, 1995.

[41] D.J. Johnson. Cristallinity, crystallite size and lattice perfection in fibrous polymers. *Adv. X-Ray Anal.*, 24:25–36, 1981.

[42] D.J. Lee and J.A. Dononvan. Microstructural changes in the crack tip region of carbon-black filled natural rubber. *Rubber Chem. Technol.*, 60:910–924, 1987.

[43] J.M. Goppel and J.J. Arlman. *Appl. Sci. Res.*, page 462, 1949.

[44] P. Debye. *Ann. Physik*, 46:809, 1915.

[45] C.L.K. Davies, S.V. Wolfe, R. Gelling, and A.G. Thomas. Strain crystallisation in random copolymers produced by epoxidation of cis-1,4 polyisoprene. *Polymer*, 24:107–113, 1983.

[46] A. Peterlin. Radical formation and fracture of highly drawn crystalline polymers. *J. Macromol. Sci.*, B6(4):583–598, 1972.

[47] A. Peterlin. Fracture mechanism of drawn oriented crystalline polymers. *J. Macromol. Sci.*, 4:705–727, 1973.

[48] A. Peterlin. Structural model of mechanical properties and failure of crystalline polymer solids with fibrous structure. *Int. J. Frac.*, 11:761–780, 1975.

[49] S. Toki, T. Fujimaki, and M. Okuyama. Strain-induced crystallization of natural rubber as detected real-time by wide-angle x-ray diffraction technique. *Polymer*, 41:5423–5429, 2000.

Chapitre -II-

Programme expérimental et premières observations

Ce chapitre présente les matériels expérimentaux utilisés au cours de cette étude. L'ensemble des résultats d'essais de fatigue sont donnés sous forme de tableaux récapitulatifs. Une synthèse des observations faites au cours des essais sur l'évolution macroscopique de l'endommagement est également présentée. Enfin, la fin de ce chapitre est consacrée à une comparaison des faciès de rupture pour différents cas de chargements.

Sommaire

II.1 Moyens d'essais 38

II.1.1 Essais de traction sur lanières 38

II.1.2 Essais de traction-compression cyclique 39

II.1.3 Essais de torsion cyclique 39

II.2 Types de géométries 40

II.2.1 Diabolos 40

II.2.2 Eprouvettes axisymétriques entaillées 41

II.3 Essais de fatigue 41

II.3.1 Définition de l'amorçage 41

II.3.2 Résultats d'essais 42

II.4 Aspects macroscopiques de l'évolution de l'endommagement 49

II.4.1 Essais de traction-compression 49

II.4.2 Essais de torsion 50

II.4.3 Essais de traction-compression et torsion statique 51

Bibliographie 55

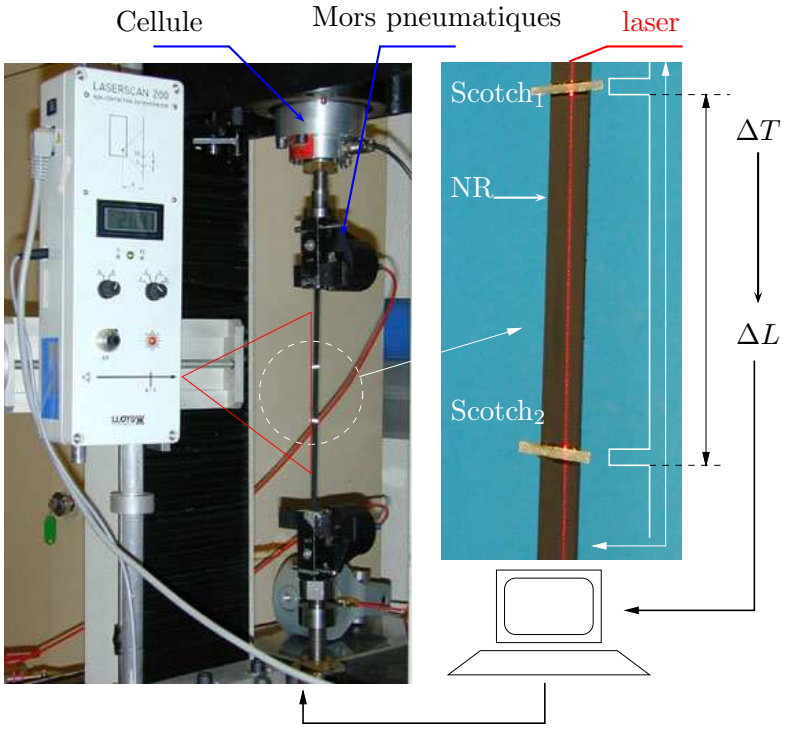


Figure II.1 : Système d'extensométrie laser

II.1 Moyens d'essais

II.1.1 Essais de traction sur lanières

Les essais de traction sur lanières ont été réalisés sur une machine à vis de type INSTRON 1122. La vitesse de déplacement de la traverse varie de 0 à 20 mm par seconde. Le système d'amarrage est constitué de mors pneumatiques (pression de fonctionnement 6 bars). Les mors pneumatiques permettent de compenser la diminution d'épaisseur des lanières au cours de la déformation. L'utilisation de mors classiques à serrage mécanique obligerait à précontraindre excessivement le matériau. Le mors supérieur est relié à la traverse par l'intermédiaire d'une cellule de charge d'une capacité de 20 daN.
La déformation est mesurée par un extensomètre laser de type LLOYD Laserscan200. Le système d'extensométrie est décrit figure II.1. Il est constitué d'un faisceau laser oscillant à une fréquence de 80Hz et dirigé vers l'éprouvette. Deux bandes adhésives réfléchissantes sont placées sur l'éprouvette. Le faisceau balaye l'échantillon verticalement. Il est réfléchi vers le détecteur au passage sur les bandes adhésives, l'intervalle de temps entre deux réflexions donne une mesure de la distance qui les sépare. La distance maximale entre deux marqueurs, mesurable par l'extensomètre, est de 200 mm. Les essais sont pilotés par ordinateur, en charge ou en déformation, en fonction du type de sollicitation. Le pilotage comme l'acquisition des données sont réalisés grâce au logiciel Notebook.
Les éprouvettes lanières sont découpées au cutter, dans des plaques carrées de 20 cm de côté et 2 mm d'épaisseur obtenues par calandrage. Le dispositif de découpe permet d'obtenir une découpe franche, sans bavure. La largeur des éprouvettes varie de 20 mm à 40 mm de côté en fonction du niveau d'effort maximal atteint au cours de l'essai (capacité de la cellule).
Dans le cas particulier des essais de traction cyclique à rapport de charge nul et déformation maximale

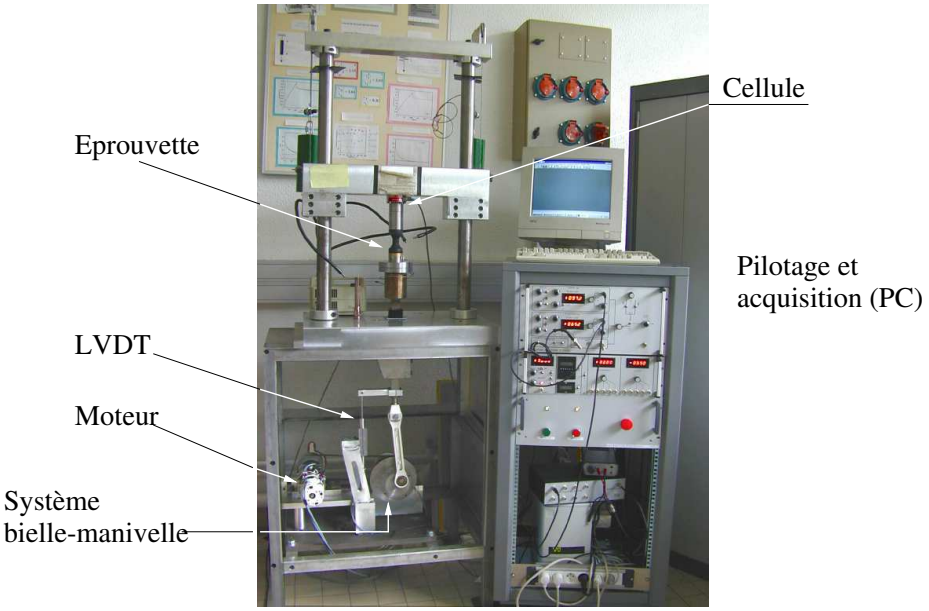


Figure II.2 : Machine de traction cyclique

imposée, les essais sont pilotés à la fois en contrainte et en déformation. La phase de chargement est pilotée en déformation. Le pilotage en contrainte de la phase de déchargement permet d'éviter le flambement de la lanière à déformation nulle (la déformation rémanante est non-nulle).

II.1.2 Essais de traction-compression cyclique

La "mort subite" du moteur entraînant la machine de fatigue de traction-compression utilisée par N. ANDRE nous a amené à modifier largement cette machine. Le bâti de la machine a été conservé, le moteur, le système d'entraînement et d'amarrage modifiés. La solution éléctromécanique a été conservée (voir figure II.2). Les pièces mécaniques ont été réalisées par l'atelier du Centre des Matériaux. Le système d'amarrage permet de superposer une torsion statique au chargement cyclique de traction-compression (chargement non-proportionel). Un pot de métal de Wood permet d'aligner les têtes d'amarrage. Lors de l'alignement, pour des raisons évidentes de rigidité et de température, l'éprouvette caoutchouc est remplacée par une pièce cylindrique en acier aux surfaces rectifiées. Le déplacement est mesuré par un LVDT grands déplacements et la force par une cellule de charge appropriée. Le pilotage et l'acquisition sont assurés par un ordinateur (logiciel d'acquisition WIN-ATS).
La machine de traction-compression permet également de faire des essais de traction-compression cyclique et torsion statique. Il suffit d'appliquer une pré-déformation de torsion à l'éprouvette avant le serrage des mors. Cette pré-torsion s'applique à la partie inférieure de l'éprouvette. Une bague graduée par intervalles de 5° et un marqueur fixé au mors inférieur permettent de mesurer l'angle de pré-torsion. Les couples mis en jeux ne perturbent pas la cellule de charge. Pour ces essais, le couple n'est pas mesuré.

II.1.3 Essais de torsion cyclique

Cette étude a nécessité le développement d'une machine d'essais de torsion (figure II.3). Une fois encore, la solution éléctromécanique a été retenue. Cette machine permet des déplacements angulaires

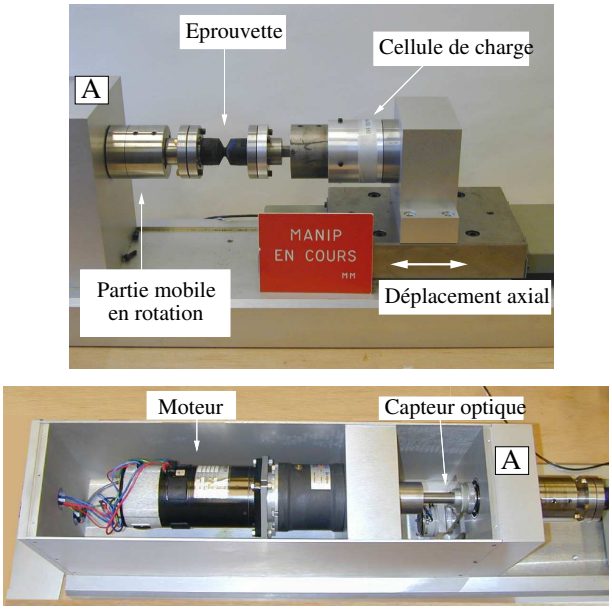


Figure II.3 : Machine de torsion cyclique

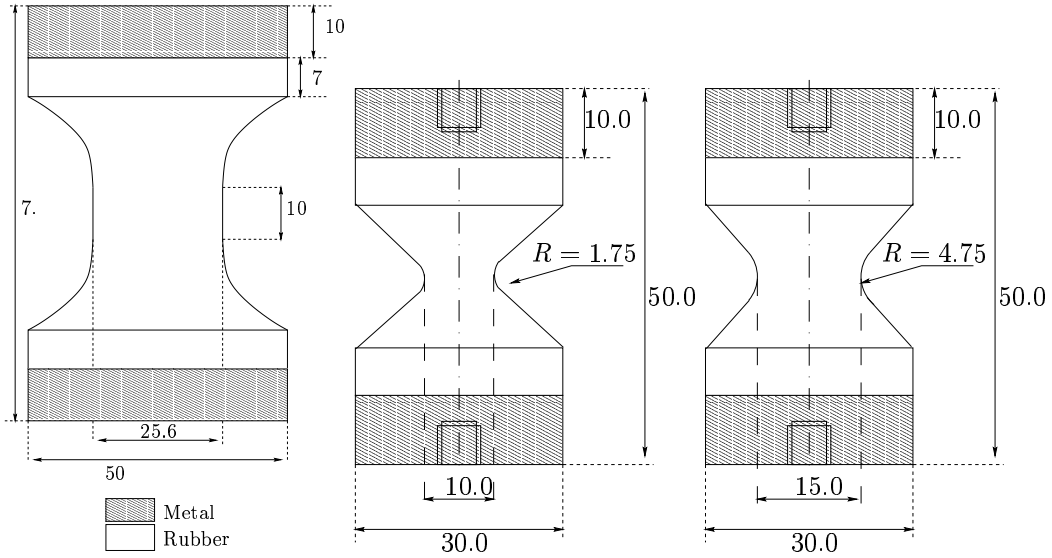
de 180°. L'angle est mesuré par un capteur optique. Deux cellules de charge ont été fabriquées : l'une de 6 daNm, la seconde de 6 Nm. Elles permettent une mesure précise du couple pour tous les types d'éprouvettes utilisés. Du fait des grandes déformations que subissent les éprouvettes et du comportement incompressible du matériau, la déformation de torsion entraîne une forte composante de déformation axiale. Cette composante n'est pas négligeable dans nos essais. Pour cette raison, la cellule de charge est montée sur rail, laissant ainsi une des têtes de l'éprouvette libre de se déplacer suivant l'axe de l'éprouvette et minimisant la contrainte dans cette direction.

II.2 Types de géométries

Les géométries utilisées dans cette étude sont en partie similaires à celles utilisées par N. ANDRE. Toutes les éprouvettes axisymétriques ont été moulées en une seule série et à partir du même lot de gomme. Les éprouvettes sont conservées à l'abri de la lumière et à température contrôlée (22°C). Nous rappelons les caractéristiques des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue.

II.2.1 Diabolos

Les éprouvettes Diabolos sont caractérisées par une répartition des contraintes quasiment uniaxiale dans la partie utile de l'éprouvette, en traction comme en compression. Cette géométrie, définie par Paulstra lors d'études précédentes [1] [2], permet de limiter le phénomène de ballonnement en compression.
L'éprouvette est schématisée figure II.4(a). La partie centrale, cylindrique, est raccordée aux têtes métalliques (en hachuré sur le schéma) par des congés dont la génératrice est hyperbolique. Chaque tête métallique est percée et filetée pour permettre l'amarrage.



(a) Diabolo (b) AN2 (c) AN5

Figure II.4 : Géométries des éprouvettes

II.2.2 Eprouvettes axisymétriques entaillées

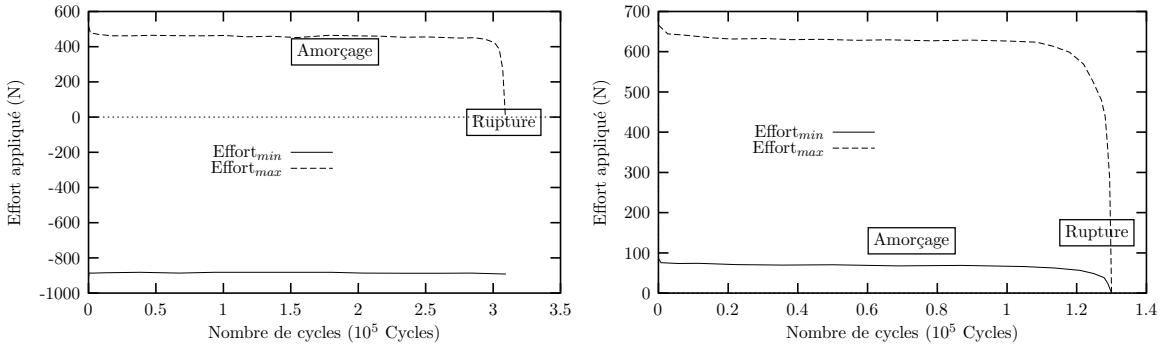
Les éprouvettes entaillées sont représentées figure II.4(b) et II.4(c). Les éprouvettes de rayon d'entaille 4.75 mm seront nomentlaturées AE5 (Axisymétrique Entaillée) et celles de 1.75 mm, AE2. A faible taux de déformation, ces éprouvettes permettent d'atteindre des taux de triaxialité légèrement supérieurs à celui du Diabolo : de l'ordre de 0.35 pour l'AE5 et de 0.45 pour l'AE2 en traction. Les grandes déformations modifient rapidement les rayons de courbure et font chuter les taux de triaxialité comme nous le verrons par la suite.

II.3 Essais de fatigue

II.3.1 Définition de l'amorçage

Le modèle de fatigue que nous allons établir est un modèle d'amorçage et non de rupture. Il doit être capable de déterminer le moment où apparaît un défaut critique au sein de l'éprouvette testée. **L'amorçage est considéré comme atteint lorsqu'il existe, au sein de l'éprouvette une fissure de taille critique 1 mm**. Cette définition, conventionnelle, peut poser des problèmes lorsque le millimètre devient grand par rapport à l'échantillon ou aux volumes élémentaires représentatifs (cas des forts gradients).

La figure II.5 montre l'évolution de l'effort maximal atteint à chaque cycle pour un essai de traction-compression et de traction-traction sur Diabolo. Il y figure également le moment où l'amorçage a été atteint. On peut constater que, mis à part l'adoucissement cyclique des premiers cycles, l'effort maximal atteint à chaque cycle ne varie quasiment pas. Pour cette raison, il est impossible de déterminer l'amorçage à partir de la variation d'une grandeur mécanique globale. L'amorçage est donc déterminé visuellement par l'expérimentateur. Ceci implique que l'amorçage soit visible et par



(a) Essai DIAB-TC-17n

(b) Essai DIAB-TC-38n

Figure II.5 : Evolution de l'effort appliqué en fonction du nombre de cycles

conséquent surfacique. Nous verrons que c'est le cas pour la majeure partie des essais avec quelques exceptions que nous détaillerons par la suite.

La méthode de détermination de l'amorçage est intrinsèquement subjective. L'erreur introduite peut être largement réduite par l'utilisation d'un millimètre étalon qui est comparé à la taille de la fissure observée. Cette méthode oblige à observer très régulièrement les éprouvettes et ne permet pas de laisser les essais se poursuivre la nuit.

II.3.2 Résultats d'essais

Nous regroupons ici l'ensemble des résultats des essais de fatigue. Ces résultats sont donnés sous la forme d'un tableau pour chaque type d'essai. On y trouvera la référence de l'essai, le chargement macroscopique appliqué ainsi que la durée de vie à l'amorçage expérimentale (N_i) et éventuellement le nombre de cycles à rupture. Sur les Diabolos, lorsque deux amorçages apparaissent sans inter-agir (fissures de 1mm diamétralement opposées), deux valeurs de N_i sont retenues. Cette base de données a été établie en vue d'étendre celle établie par N.André[3], notamment dans le domaine des fortes compressions afin d'affirmer ou d'infirmer la nocivité de la phase de compression sur la durée de vie en fatigue.

Ref.	L_{min} mm	L_{max} mm	F_{min} N	F_{max} N	N_i $10^5 Cycles$
DIAB-TC-1	-16	20	-967	449	<1.5
DIAB-TC-2	-20	16	-1348	405	1.76
DIAB-TC-3	-20	16	-1348	405	3.6
DIAB-TC-4	-20	16	-1348	405	<3.2
DIAB-TC-5	-20.6	4.76	-1430	244	>8.3
DIAB-TC-6	-19.6	19.6	-1426	498	1.3
DIAB-TC-7	0	16.5	0	405	3.7
DIAB-TC-8	-19.6	20	-1362	464	1.6
DIAB-TC-10	-18	15	-1243	375	10.78
DIAB-TC-11n	5	19.5	154	454	>8.1
DIAB-TC-12n	0	15	0	375	.76
DIAB-TC-13n	-15	20	-850	490	1.6
DIAB-TC-14n	-10	20	-460	490	1.1
DIAB-TC-15n	-10	20	-522	454	2.9
DIAB-TC-16n	-10	20	-522	454	1.76
DIAB-TC-16n	-10	20	-522	454	1.5
DIAB-TC-16n	-10	20	-522	454	2.01
DIAB-TC-17n	-15.7	19.9	-883	460	1.47/1.73
DIAB-TC-18n	-15.7	19.9	-883	460	>1.26
DIAB-TC-19n	-15.7	19.9	-883	460	2.00*
DIAB-TC-20n	-15.7	19.9	-883	460	1.55/1.82
DIAB-TC-21n	-16.0	22.3	-1000	500	1.1
DIAB-TC-22n	-16.0	22.3	-995	500	>1.47
DIAB-TC-23n	-16.0	11.0	-1000	300	4.86*
DIAB-TC-24n	-18.22	19.7	-1205	458	1.8
DIAB-TC-25n	-14.2	16.7	-840	407	2.77
DIAB-TC-26n	-17.5	24.7	-1140	555	.73
DIAB-TC-27n	-19.2	26.0	-1300	560	6.5
DIAB-TC-28n	-19.2	26.0	-1300	560	5.0
DIAB-TC-29n	-12.0	12.0	-650	318	6.0
DIAB-TC-30n	-14.2	11.6	-920	309	6.0*
DIAB-TC-31n	-11.5	11.8	-634	313	7.4
DIAB-TC-32n	-14.1	11.65	-915	310	>9.0
DIAB-TC-33n	-17.4	11.65	-1100	310	> 16.6
DIAB-TC-34n	2.2	25.	61	562	0.9
DIAB-TC-35n	2.2	25.5	61	562	0.9
DIAB-TC-36n	4.	31.5	118	633	0.4
DIAB-TC-37n	2.5	30.	69	624	0.6
DIAB-TC-38n	2.5	30.	69	624	0.16
DIAB-TC-39n	4.	30.8	115	630	0.46

Tableau II.1 : Essais de fatigue sur éprouvettes Diabolos en traction-compression. Les essais dont la durée de vie est annotée d'une étoile présentent un amorçage interne.

Ref.	L_{min} mm	L_{max} mm	F_{min} N	F_{max} N	N_i $10^5 Cycles$
l2sD2	0	19.5	-18	438	1.2
l2sD4	-9.4	5.2	-485	157	≥ 40
l2sD5	3	28	65	552	0.6
l2sD6	3	28	65	552	0.5
l2sD7	-10.0	30.7	-489	593	0.15
l2sD8	3.1	24	73	502	0.6
l2sD9	1	17	7	395	2.0
l2sD10	6	29	141	561	≥ 10
l2sD11	0	15.6	-18	585	≤ 1.7
l2sD12	6	29	140	563	6.5
l2sD13	-16.1	17.6	-866	417	3
l2sD14	-7.6	8.	-400	220	≥ 40
l2sD15	-9.8	23.7	-480	504	1.0
l2sD16	-4.8	28.7	-221	571	0.35
l2sD17	3	18.5	66	421	3.5
l2sD18	4	22.4	92	472	5.
l2sD19	-2.4	15.2	-119	376	3.4
l2sD20	3	26	75	534	0.7
l2sD21	5	24	119	503	14
l2sD22	-1.3	16.3	-63	400	2
l2sD23	-1.1	16.5	-48	410	1.8
l2sD24	-17	0.4	-991	27	≥ 40
l2sD25	7.5	39	160	680	1.5
l2sD26	-5.4	20.4	-248	464	1.7
l2sD27	0	20.6	-22	461	1.0
l2sD28	-4	20.6	-192	461	1.3
l2sD29	-6	20.6	-303	467	1.1
l2sD30	-13.	16.6	-710	403	3.5
l2sD31	-13.	16.6	-700	407	5.0
l2sD32	-13.5	19.6	-730	452	1.3
l49sD1	-10	30	-525	590	0.4
l49sD2	0	19.2	-28	442	0.9
l49sD3	0	19.2	-34	439	1.1
l0sD1	1.	27.	38.	577.	0.7
l0sD3	-6.7	19.4	-330	463	2.3
l0sD4	5.0	31.2	123	611	1.1
l0sD5	10.0	36.2	241	668	≥ 40
l0sD6	1	27.2	29	576	0.5
l0sD7	4.1	23.6	99	513	3
l1sD1	-0.5	25.6	-24	539	0.6
l1sD2	-7.8	15.0	-360	380	5.5
l1sD3	5.1	39.5	106	696	0.3

Tableau II.2 : Essais de fatigue sur éprouvettes Diabolos en traction-compression. Base de données de N.André[3].

Ref.	L_{min} mm	L_{max} mm	F_{min} N	F_{max} N	N_i $10^5 Cycles$
AE5s1$^{N.A.}$	-0.2	13.5	-4.6	236	0.1
AE5s2$^{N.A.}$	-0.2	12.0	-4	218	0.1
AE5s3$^{N.A.}$	-0.2	9.7	-4	185	0.3
AE5s4$^{N.A.}$	-0.2	8.1	-3.3	163	0.6
AE5s5$^{N.A.}$	-0.3	7.0	-7.1	146	1
AE5s6$^{N.A.}$	0.5	5.7	11.5	125	2.9
AE5s7$^{N.A.}$	-1.5	7.6	-44	155	1
AE5s8$^{N.A.}$	-2.75	6.3	-91	135	3

Tableau II.3 : Essais de fatigue en traction-compression sur AE5 (Essais N. André).

Ref	F_{min} N	F_{max} N	N_i $10^5 Cycles$
AE2-TC-1	-0.5	69	0.85
AE2-TC-2	-4.6	76	0.6
AE2-TC-3	-14.3	14.3	20
AE2-TC-4	-13.2	44	6
AE2-TC-5	4	49	5.5
AE2-TC-6	5.9	68	1.2
AE2-TC-7	10	75	1.2
AE2-TC-8	8	63.5	2.5
AE2-TC-9	-22.5	63	2.3
AE2-TC-10	0.9	59	2.1
AE2-TC-11	8	64	1.9
AE2-TC-12	7	58	2.6
AE2-TC-13	-50.6	62.6	2.2
AE2-TC-14	-42	69	0.84
AE2-TC-15	-42	69	0.87
AE2-TC-17	-42	69	1.12
AE2-TC-18	-42	69	0.50
AE2-TC-19	-42	69	0.97
AE2-TC-20	-42	69	1.13
AE2-TC-21	-42	69	0.86
AE2-TC-22	-42	69	0.86
AE2-TC-23	-42	69	0.81
AE2-TC-24	-42	69	1.1

Tableau II.4 : Essais de traction-compression sur AE2

Ref.	θ_{min} *deg.*	θ_{max} *deg.*	N_i $10^5 Cycles$
DIAB-TO-1*	0	200	1.1
DIAB-TO-2*	-200	200	0.6
DIAB-TO-3	-150	150	0.8
DIAB-TO-4	-150	150	0.6
DIAB-TO-5	0	150	1.7
DIAB-TO-6	0	100	5.8
DIAB-TO-7	0	130	2.7
DIAB-TO-8	0	200	0.3

Tableau II.5 : Essais de torsion sur Diabolo. Les essais annotés d'une étoile sont des données d'un contrat Renault-Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude).

Ref.	C_{min} N.m	C_{max} N.m	θ_{min} $deg.$	θ_{max} $deg.$	N_i $10^5 Cycles$
AE2-TO-1*	0.	0.222	0	100	0.5
AE2-TO-2*	0	0.184	0	80	1.3
AE2-TO-3	0	0.202	0	90	0.7
AE2-TO-4	0	0.164	0	70	1.5
AE2-TO-5	0	0.164	0	70	0.84
AE2-TO-6	0	0.184	0	80	0.8
AE2-TO-7	0	0.202	0	90	1.12
AE2-TO-8	0	0.099	0	40	10.0
AE2-TO-9	0	0.164	0	70	0.84
AE2-TO-10	0	0.184	0	80	0.82
AE2-TO-11	0	0.202	0	90	> 2.23
AE2-TO-12	0	0.164	0	70	1.5
AE2-TO-13	0	0.086	0	35	>55.0
AE2-TO-14	0	0.222	0	100	0.4
AE2-TO-15	0	0.222	0	100	0.5
AE2-TO-16	0	0.176	0	75	1.4
AE2-TO-17	0	0.176	0	75	< 1.54
AE2-TO-18	0	0.176	0	75	1.67
AE2-TO-19	0	0.176	0	75	1.66
AE2-TO-20	0	0.176	0	75	1.78
AE2-TO-21	0	0.176	0	75	1.76
AE2-TO-22	0	0.176	0	75	> 3
AE2-TO-23	0	0.176	0	75	1.9
AE2-TO-24	0	0.176	0	75	$1.7 < n < 3.2$
AE2-TO-25	0	0.176	0	75	1.34
AE2-TO-26	0	0.176	0	75	1.4
AE2-TO-27	0.056	0.202	20	90	1.22
AE2-TO-28	0	0.184	0	80	2.3
AE2-TO-29	0.028	0.176	10	75	1.1
AE2-TO-30	0.0	0.222	0	100	0.4
AE2-TO-31	0.028	0.222	10	100	0.5
AE2-TO-32	0.028	0.222	10	100	0.55

Tableau II.6 : Essais de torsion sur AE2. Les essais annotés d'une étoile sont des données Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude).

Ref.	θ_{st} $deg.$	F_{min} N	F_{max} N	$N^{EXP}_{a_{surface}}$ $10^5 Cycles$	$N^{EXP}_{a_{interne}}$ $10^5 Cycles$	$N_{rupture}$ $10^5 Cycles$
DIAB-TSTTC-1$^{N.A.}$	30	-12	450	2.5	2.5	
DIAB-TSTTC-2$^{N.A.}$	60	-857	445	6.9	3.8	
DIAB-TSTTC-3$^{N.A.}$	60	-488	533	1.8	1.15	
DIAB-TSTTC-4$^{N.A.}$	60	66	528	5	4	
DIAB-TSTTC-5$^{N.A.}$	60	-245	465	2.9	2	
DIAB-TSTTC-6$^{N.A.}$	60	-35	451	4.5	3	
DIAB-TSTTC-7	60	-730	490	1.3		1.5
DIAB-TSTTC-8	60	-730	490			0.95
DIAB-TSTTC-9	60	-180	600			1.75
DIAB-TSTTC-10	80	-200	600			0.98

Tableau II.7 : Essais de traction-compression et torsion statique sur Diabolo. Les essais annotés $N.A.$ sont des résultats de la thèse de N. André.

II.4 Aspects macroscopiques de l'évolution de l'endommagement

Les paragraphes qui suivent synthétisent les remarques faites pour chacun des essais. Ils permettent d'avoir une idée générale des caractéristiques de chacun d'eux et de l'évolution de l'endommagement du point de vue macroscopique. Ces paragraphes sont purement descriptifs, la compréhension des différents points étant reportée à la partie endommagement, chapitre III.

II.4.1 Essais de traction-compression

a) Observations en cours d'essai

Pour les essais de traction-compression, il se développe entre une et trois fissures de taille supérieure à 1 mm. Une de ces fissures devient prépondérante, se propage et provoque la rupture totale de l'éprouvette. L'amorçage et la propagation sont toujours perpendiculaires à la direction de sollicitation. Pour les essais de traction-traction avec un niveau de déplacement minimal (L_{min}) inférieur à 2 mm l'essai se déroule de manière assez semblable à un essai de traction compression. Lorsque le niveau de déplacement minimal est supérieur à cette valeur de 2 mm, il apparaît un net phénomène de renfort. Il se traduit de deux manières différentes en fonction du niveau de déplacement minimal. Pour les faibles renforcements ($2.\leq L_{min} \leq 4$), N.André[3] montre que la fissure principale bifurque par rapport à la direction perpendiculaire à la sollicitation. La biffurcation a lieu dès l'amorçage et se poursuit sur quelques millimètres depuis la surface. Pour L_{min} supérieur à 4 mm, le nombre de fissures se développant avant la rupture est beaucoup plus élevé. Ce phénomène de renforcement a également été observé par N.André [3]. Il semble que les fissures qui apparaissent à la surface du Diabolo soient bloquées ou du moins ralenties dans leur progression, permettant la nucléation puis la croissance d'autres fissures. Ce phénomène est d'autant plus marqué que le niveau de contrainte minimal au cours du cycle est important. Dans les cas extrêmes, on assiste à un phénomène de pelage de la surface et des durées de vie très élevées. Nous terminerons en précisant que ces remarques sont indépendantes du type d'éprouvette.

La synthèse des essais montre que deux tiers des fissures surfaciques apparaissent au raccordement avec les congés, le tiers restant s'amorce dans la partie cylindrique de l'éprouvette. Cette localisation est à associer avec la légère concentration de contrainte au niveau du raccordement. La présence d'un plan de joint ne semble pas jouer de rôle particulier vis à vis de l'amorçage des fissures.

Pour les essais fortement chargés en compression, il est possible de voir apparaître un pli à proximité du raccordement. Ce pli, axisymétrique, est consécutif à la mise en tonneau de la partie cylindrique de l'éprouvette et probablement à l'existence d'instabilités locales. Le pli est légèrement marqué pour 13 mm de déplacement en compression et devient très prononcé à 19 mm. Le contact répété des surfaces en vis à vis provoque une modification de leur état de surface : les surfaces en contact deviennent plus ternes que le reste de l'éprouvette. L'observation au M.E.B. indique la présence de gouttelettes dont la composition ne diffère pas du reste du matériau (résultats d'analyses E.D.S. présentées dans la partie III.6.1). De plus, aucun endommagement de type abrasif n'est observable, ce qui indique que les surfaces en contact ne subissent pas de déplacement relatif. Cependant, on peut supposer que le contact répété provoque des échauffements locaux qui dégradent le matériau. Du point de vue de l'amorçage, ce type de pli ne semble pas jouer de rôle particulier puisque même pour les essais présentant un fort pli il n'existe pas de corrélation spatiale entre la zone d'amorçage et la zone de pli . Dans le cas d'une forte composante abrasive, il est possible que la présence de plis soit nocive et influe négativement sur la durée de vie. **Le critère de fatigue que nous établirons ne prendra pas en compte l'endommagement qui pourrait résulter de la formation de ces plis (phénomènes d'abrasion, d'échauffements et de dégradation locaux)**.

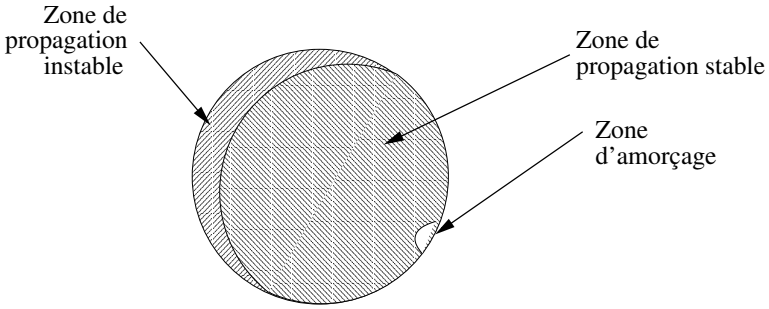


Figure II.6 : Succession des différentes zones de propagation.

b) Macrographie des faciès de rupture

L'observation des lignes de propagation qui rayonnent à partir du site d'amorçage permettent de le localiser facilement sur les faciès de rupture. A partir de ce site d'amorçage, il est possible de distinguer trois zones :

- La zone d'amorçage : La zone d'amorçage est une zone de faible rugosité située à proximité immédiate du site d'amorçage.

- La zone de propagation stable: Jointive de la zone d'amorçage , la zone de propagation stable se caractérise par une rugosité plus importante, rugosité qui augmente avec la taille de la fissure. La limite entre la zone d'amorçage et la zone de propagation stable est difficile à définir précisément. Cette phase de propagation stable débouche sur une phase de propagation instable.
- La zone de propagation instable: L'aspect de cette zone est parfaitement lisse. Elle laisse supposer une vitesse de propagation élevée. Cette phase de propagation aboutit à la rupture finale de l'échantillon.

La figure II.6 indique la répartition de chacune des zones.

Seuls quelques essais de traction-compression ont donné lieu à des amorçages internes (essais dont la durée de vie est annotée d'une étoile dans le tableau II.1). Dans les cas où l'endommagement volumique l'emporte nettement sur l'endommagement surfacique, le critère d'amorçage visuel (fissure en surface) est discutable et l'essai n'est pas pris en compte pour l'identification du critère uniaxial. L'observation des faciès montre qu'il existe une compétition entre l'amorçage volumique et surfacique. Cependant, la taille des fissures internes est négligeable par rapport à celle des fissures se propageant depuis la surface et n'a pas d'influence sur l'apparition de l'endommagement surfacique. Par conséquent, le critère visuel reste valable.

La détermination de la nature exacte des défauts à l'origine de la rupture nécessite des techniques d'analyse et d'observation plus lourdes et sera abordée après l'étude des mécanimes d'endommagement.

II.4.2 Essais de torsion

Le cas des essais de torsion est différent. Nous pouvons identifier trois cas, en fonction de la sollicitation cyclique appliquée :

- La torsion alternée ($-\theta$,$+\theta$) : Les fissures apparaissent perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette. La rupture de l'éprouvette intervient par la propagation d'une fissure principale et éventuellement par la coalescence avec quelques fissures secondaires.

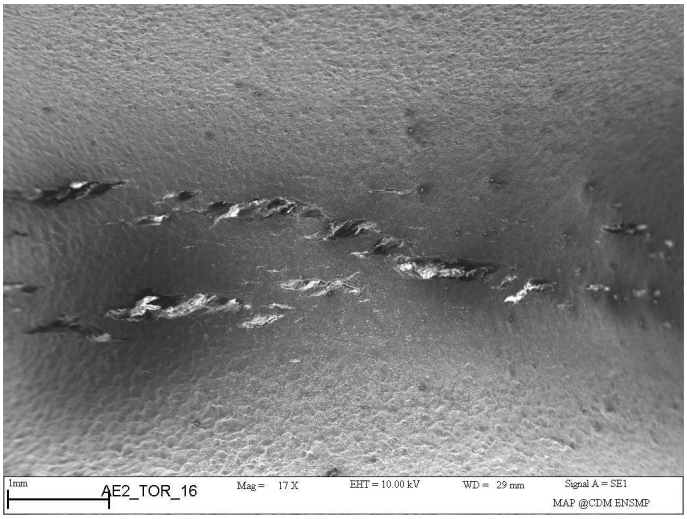


Figure II.7 : Multi-fissuration en torsion cyclique ($+\theta_1$,$+\theta_2$) sur éprouvette AE2. .

- La torsion (0,$+\theta$) : Dans ce cas les fissures apparaissent dans une direction variant entre 30 et 18° avec l'axe de l'éprouvette (le paragraphe III.7 est consacré à la mesure précise de ces directions). Au cours de la propagation, la fissure sort de la zone de concentration de contrainte induite par l'entaille et finit par se stabiliser. Ainsi, la propagation d'une seule fissure ne provoque pas la rupture de l'éprouvette. D'autres fissures peuvent se développer et l'essai peut se poursuivre jusqu'à la multifissuration de la zone entaillée. Les fissures finissent par coalescer en surface mais il persiste un ligament central non rompu.

- La torsion ($+\theta_1$,$+\theta_2$) : Ces essais sont comparables aux essais de traction-traction en terme de renforcement. Une multitude de fissures de petite taille se créent à la surface et se propagent radialement, vers le cœur de l'éprouvette (voir figure II.7). La coalescence des microfissures en surface n'est pas observable macroscopiquement. Il est probable que la coalescence à l'echelle macroscopique soit observable à très grand nombre de cycles.

II.4.3 Essais de traction-compression et torsion statique

a) Observations en cours d'essai

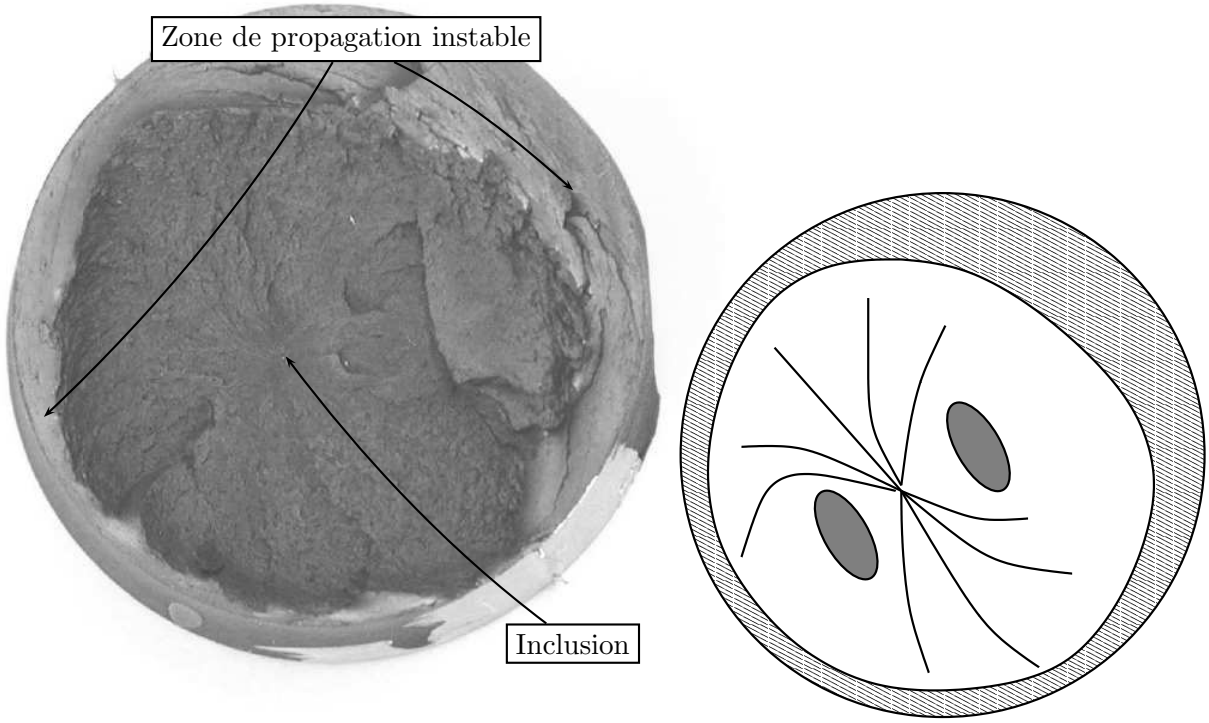
Ces essais présentent systématiquement un amorçage interne. La *quasi* totalité de l'essai se déroule sans qu'aucune fissure ne soit visible en surface. La rupture se produit brutalement. Le développement de la fissuration interne se traduit par une nette diminution de la section (striction) au niveau de la partie cylindrique de l'échantillon comme le montre la figure II.8.

b) Macrographie des surfaces

Les macrographies (figure II.9) montrent que la phase de propagation stable recouvre la *quasi* totalité de l'éprouvette. L'observation des lignes de propagation indique que la fissure a tendance à contourner les deux zones grisées (voir figure II.9(b)). L'origine de ce contournement nécessite une analyse plus approfondie de l'état de contrainte local et une compréhension des mécanismes d'amorçage. Ce point sera abordé par la suite. La zone de propagation stable débouche sur une zone de propagation instable qui, à la différence des essais de traction-compression, est annulaire. Ces observations confirment les

Figure II.8 : Striction lors d'un essai de traction compression et torsion statique.

remarques faites sur l'évolution macroscopique de l'endommagement.
Comme dans le cas de la compression simple, il apparaît des plis, à partir de 9 mm de déplacement (dans le sens de la compression). La composante de torsion modifie l'aspect de ces plis qui ne sont plus axisymétriques mais orientés par rapport à l'axe du Diabolo (voir figure II.10). De toute évidence, ces plis peuvent être associés à des phénomènes d'instabilité locale.



(a) Cliché M.E.B.

(b) Lignes de propagation

Figure II.9 : Macrographie du faciès de rupture d'un essai de torsion statique et traction-compression (essai DIAB-TSTTC-10).

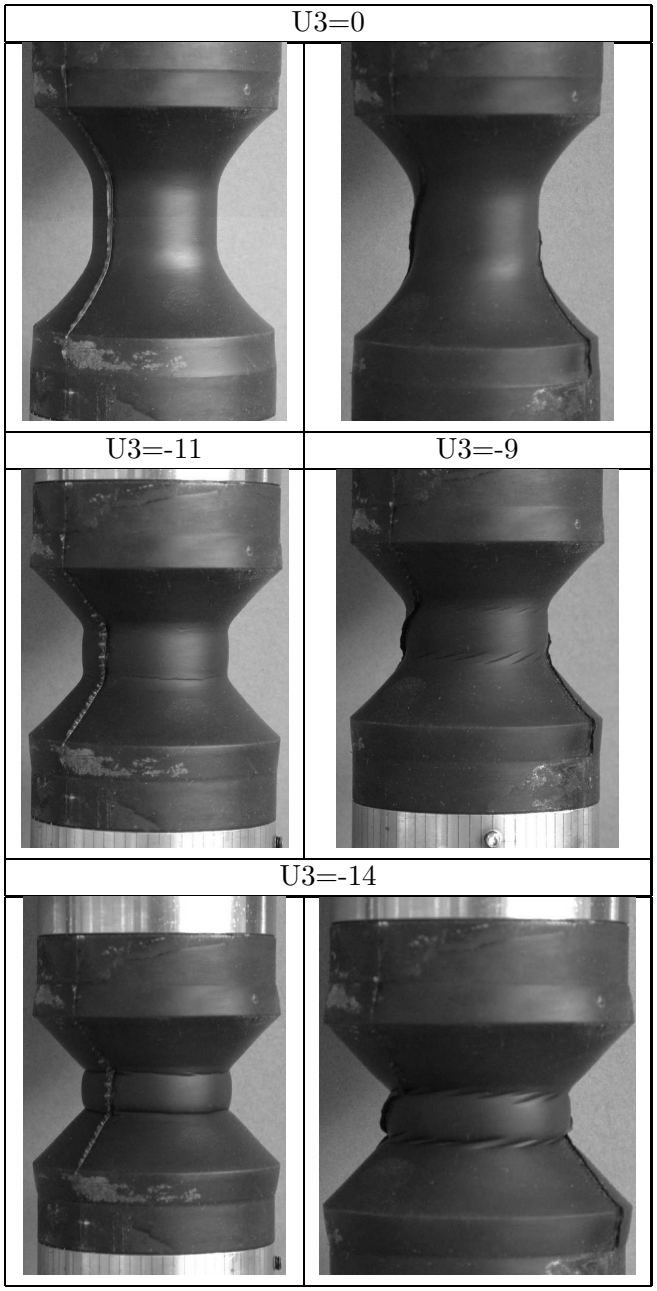


Figure II.10 : Formation de plis dans le cas de la compression, avec et sans torsion statique.

Bibliographie

[1] C. Lu. Etude du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement des élastomères en fatigue et en fissuration par fatigue. *Thèse, Conservatoire National des Arts et Métiers*, 1991.

[2] L. Ménabeuf. Etude de la fatigue d'un caoutchouc. *Communication interne,collaboration Hutchinson-Paulstra-Renault*, 1992.

[3] N. Andre. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1998.

Chapitre -III-

Mécanismes d'endommagement

La détermination du mécanisme d'amorçage des fissures de fatigue dans les élastomères chargés est l'un des objectifs de cette étude. Ce chapitre propose une synthèse des observations des modes d'endommagement observées sur le NR sous sollicitations monotones et cycliques.
Pour les sollicitations cycliques, l'effet du rapport de charge sera étudié en vue d'une meilleure compréhension de l'origine du renforcement.

Sommaire

III.1 Moyens d'observations 58
III.2 Endommagement sous sollicitation monotone 58
III.2.1 Méthode expérimentale 58
III.2.2 Observations 60
III.2.3 Cavitation et décohésion 65
III.3 Endommagement de fatigue 70
III.3.1 Eléments de bibliographie 70
III.3.2 Apparition de l'endommagement 72
III.4 Propagation de fissures 83
III.4.1 Observations des profils des fissures 83
III.4.2 Endommagement en pointe de fissure 85
III.4.3 Mécanismes d'endommagement en pointe de fissure 87
III.4.4 Nature des déformations en pointe de fissure 88
III.4.5 Mécanisme de propagation de fissures 92
III.5 Evolution de l'endommagement avec la durée de vie 93
III.5.1 Principe 93
III.5.2 Résultats 94
III.6 Observation des faciès de rupture 95
III.6.1 Nature des particules 95
III.6.2 Localisation des amorçages 105
III.7 Orientations des fissures 105
III.7.1 Essais de traction-compression et torsion statique 105

III.7.2 Essais de torsion sur éprouvette axisymétriques AE2 105
III.7.3 Mode de coalescence 111
III.8 Conclusions 114
Bibliographie 115

III.1 Moyens d'observations

Nous avons utilisé deux techniques classiques d'observation fractographique : la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (M.E.B.). La microscopie optique ne nécessite pas de préparation particulière de nos échantillons si ce n'est un nettoyage préalable à l'alcool dans un bain à ultrasons. L'observation au M.E.B. est plus exigeante. Nos échantillons n'étant pas conducteurs, il est nécessaire d'effectuer, en plus du nettoyage à l'alcool, un dépôt conducteur soit métallique (Au,Au-Pd,Al) soit de carbone. Une épaisseur de dépôt trop faible ne permet pas d'éviter les phénomènes de charge, une épaisseur trop importante masque les détails les plus fins. L'optimisation des paramètres de dépôts nous a amené à choisir un dépôt d'or de 5nm (vaporisateur Cressington H20). Les échantillons à métalliser sont fixés sur une platine tournante afin d'obtenir une homogénéité optimale. Malgré ces précautions, l'observation de faciès très perturbés reste délicate (l'homogénéité de dépôt est quasiment impossible à obtenir). L'expérience acquise au cours de cette étude montre qu'il est extrêmement important de pouvoir travailler à très faible tension d'accélération (5 à 2 kV) si l'on souhaite apréhender les détails de surface les plus fins. L'utilisation d'un M.E.B. à effet de champ a été un atout certain dans la compréhesion des mécanismes d'amorçage .

III.2 Endommagement sous sollicitation monotone

Afin d'avoir une idée précise des mécanismes d'endommagement que l'on peut rencontrer dans les caoutchoucs, nous avons réalisé des essais de traction *in-situ*. Les paragraphes qui suivent synthétisent les résultats obtenus au cours de ces essais.

III.2.1 Méthode expérimentale

a) Machine de traction *in-situ*

Nous avons utilisé la machine de traction in-situ développée par le laboratoire de Villetaneuse (C Rey) et commercialisée par la société "FONDIS electronic" (voir figure III.1). Cette machine, développée pour des matériaux métalliques, possède une capacité de 10kN en traction et un débatement de 12 mm. Si la capacité de la machine est largement suffisante pour nos matériaux, le débatement est assez limitant. Il impose des éprouvettes de longueur initiale inférieure à 10 mm si l'on souhaite atteindre des déformations suffisantes pour endommager le matériau. Les éprouvettes sont obtenues par découpe au cutter dans des plaques. La déformation est mesurée via le déplacement donné par un LVDT, la charge par une cellule de charge 10 daN.

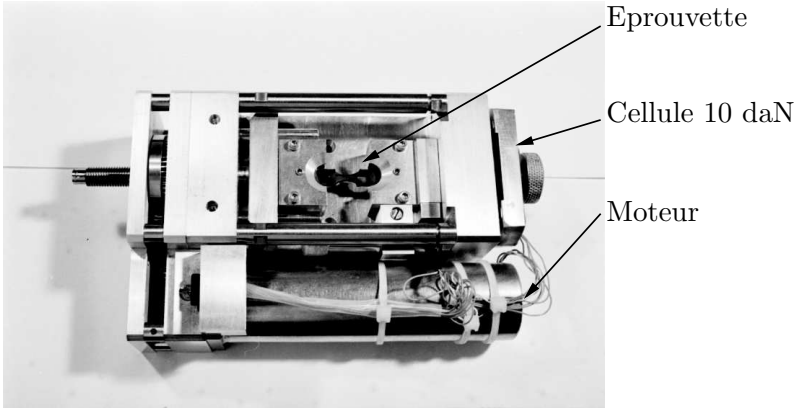


Figure III.1 : Machine de traction in-situ.

b) Eprouvettes de traction

Il s'agit d'éprouvettes lanières (2*5*10 mm) auxquelles on colle des têtes métalliques qui permettent la fixation sur la machine de traction. Au cours de la déformation, le dépôt d'or se craquelle progressivement. Ce craquellement provoque des phénomènes de charges locaux qui rendent l'observation impossible. En vue d'améliorer l'observation à des stades intermédiaires, l'éprouvette est démontée, maintenue en position déformée grâce à un dispositif particulier et métallisée à différentes reprises. Ces essais de traction sont particulièrement longs à réaliser, le temps de pompage dépassant les vingt minutes.

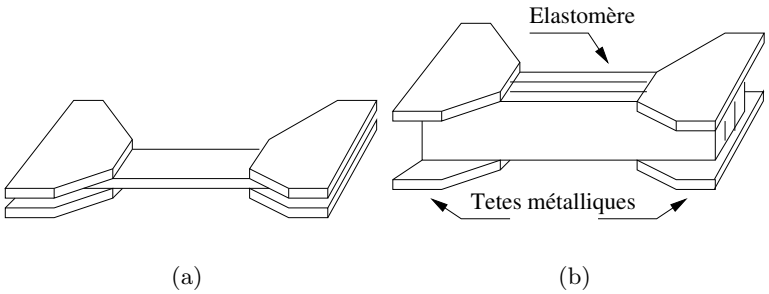


Figure III.2 : Eprouvettes de traction *in situ*. Observation avec dépôts de grilles (a) et de surfaces obtenues par découpe au cutter (b)

c) Dépôt de micro-grilles

L'utilisation de micro-grilles d'or est maintenant largement répandue dans le domaine de la micromécanique. Elle permet de mettre en évidence les modes de déformations à l'échelle de l'agrégat polycristallin. Cette technique permet de mesurer le champ de déformation par le suivi du déplacement des noeuds d'une micro-grille (grille rectangulaire de pas variant entre 5 et 30 μm) préalablement déposée sur le substrat. Cette grille doit être constituée d'un matériau suffisamment souple (Au,Au-Pd,Cu) pour suivre la déformation du substrat. Elle est généralement utilisée pour quantifier des déformations allant jusqu'à une dizaine de pour-cents. Nous avons souhaité utiliser cette technique pour deux raisons :

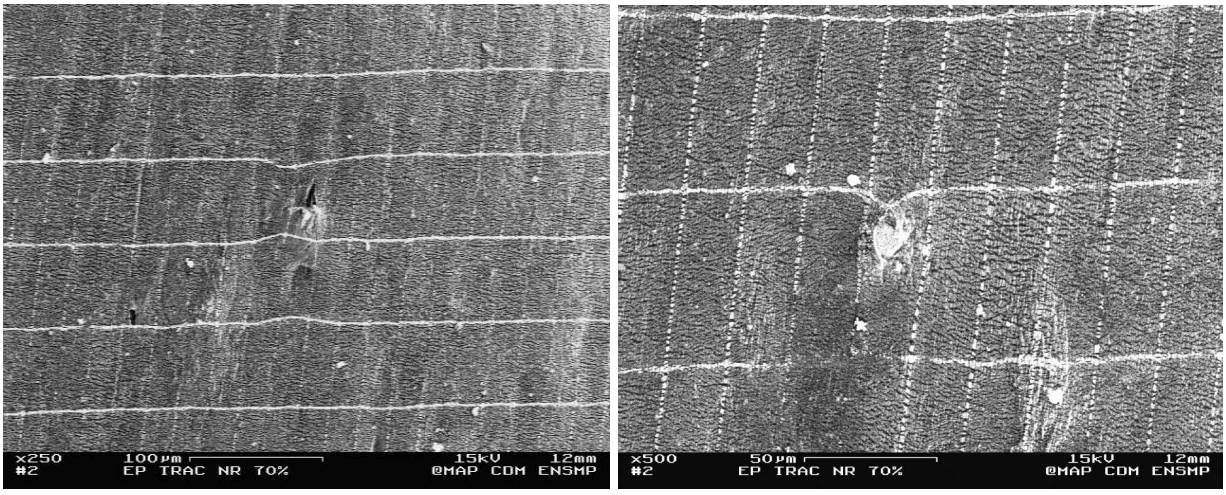
- mettre en évidence des hétérogénéités de déformation lors d'un essai de traction et les mesurer,

- mesurer le champ de déformation en pointe de fissure et le comparer à des résultats analytiques et numériques.

La technique de dépôt est bien établie dans le cas des matériaux métalliques. Il a été nécessaire de modifier le mode opératoire afin de rendre le dépôt possible sur notre matériau. La technique de dépôt est décrite en annexe A-II. La rugosité de surface des éprouvettes de traction est un des facteurs les plus limitatifs pour la technique (il est bien entendu impossible de réduire cette rugosité par polissage comme pour les matériaux métalliques) et le taux de réussite reste très faible (de l'ordre de 10%). De plus, le M.E.B. permettant de réaliser ces grilles a été remplacé juste après la mise au point de la technique de dépôt et son remplaçant ne permet pas de réaliser de telles grilles. Pour cette raison, Il n'a pas été possible de mesurer le champ de déformation en pointe de fissure. Néanmoins, cette technique ouvre des perpectives intéressantes.
Des clichés M.E.B. de la grille déformée sont donnés en annexe A-II . Notons que la grille se disloque aux grandes déformations mais qu'elle ne se décolle pas complètement du substrat. L'extraction de la grille par analyse d'image puis l'utilisation d'une interface appropriée permet de déterminer le champ de déformation à partir du champ de déplacement des noeuds de la grille.

III.2.2 Observations

La figure III.3 représente une grille de pas initial 30μm à l'état déformé. Elle met en évidence la présence d'hétérogénéités de déformations (donc de contrainte), signe de la présence de zones de plus haut module que le reste de la matrice. Il s'agit probablement de particules situées sous la surface qui rigidifient localement le matériau. Nous le voyons ici, il est difficile de distinguer nettement la présence de particules en surface. Celles-ci sont "enrobées" de caoutchouc ce qui masque la majeure partie des mécanismes agissant à l'interface matrice-particule ou à la périphérie de l'inclusion. De plus, dans la majeure partie des cas, il est impossible de déterminer la nature des particules. Nous avons donc choisi



(a) (b)

Figure III.3 : Mise en évidence des hétérogénéités de déformations lors d'un essai de traction ($\lambda = 1.7$).

d'observer la tranche d'éprouvettes coupées au cutter, afin de permettre l'observation des mécanismes

agissant autour des inclusions dégagées par la découpe.

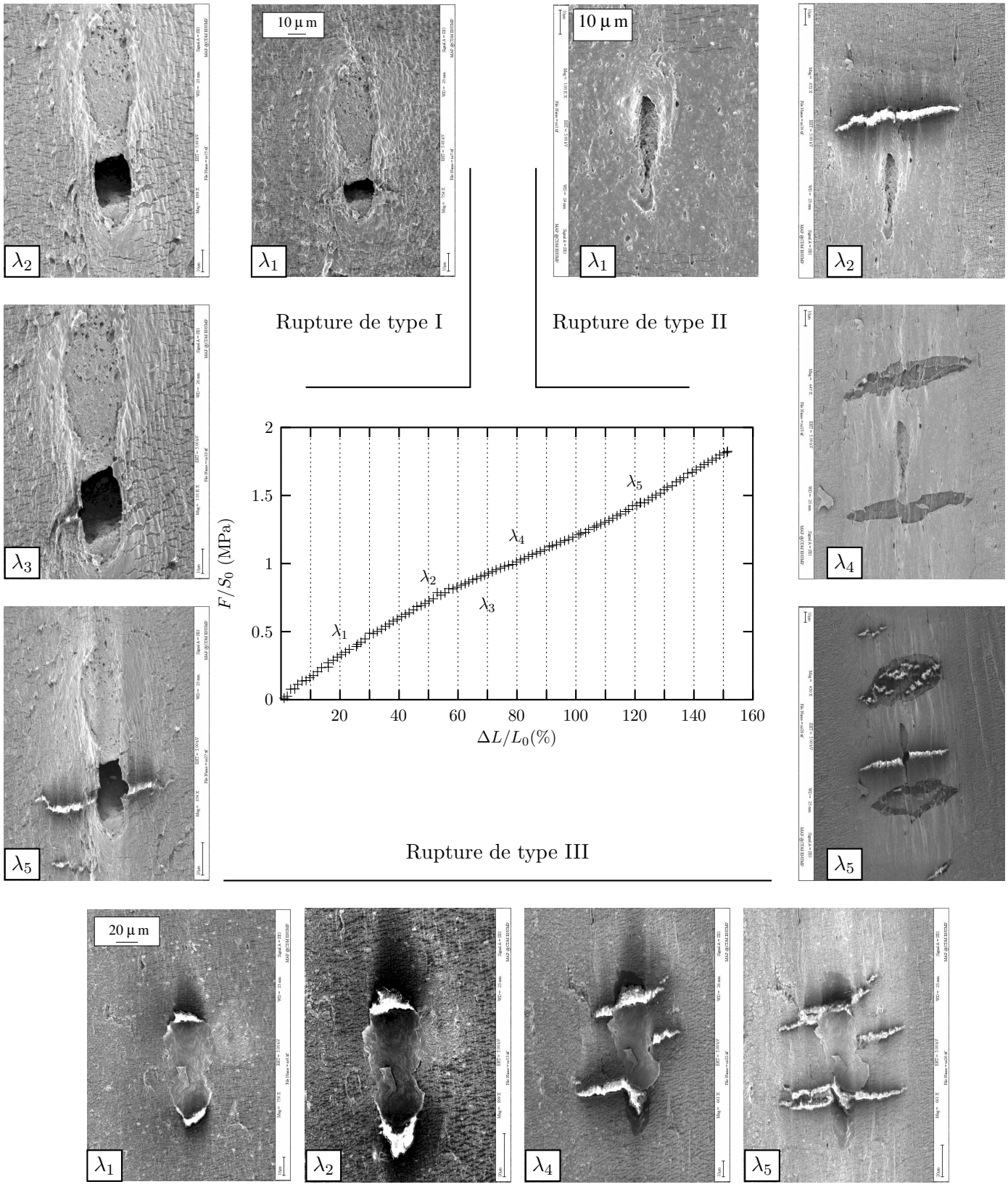
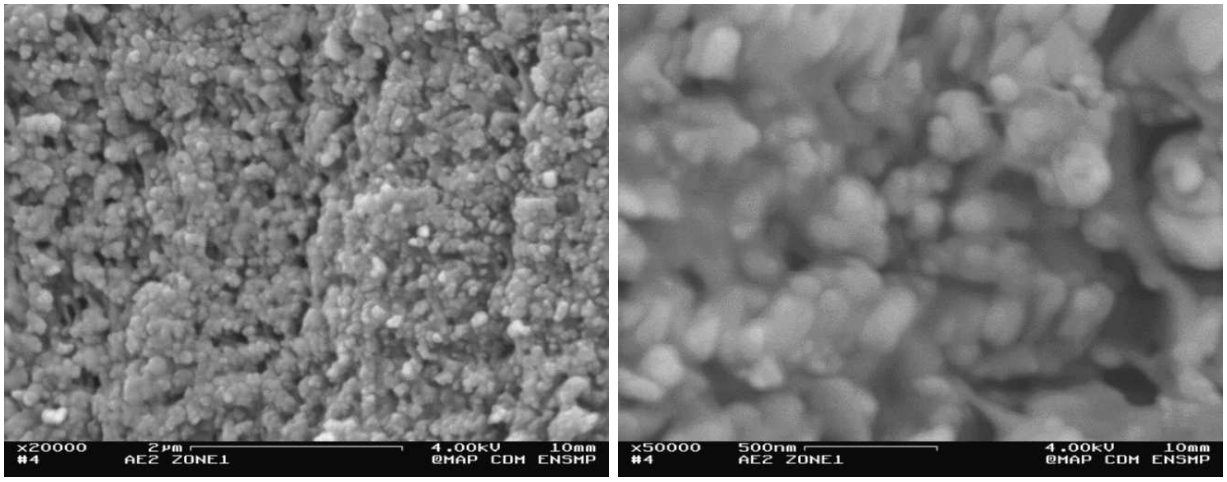


Figure III.4 : Modes de rupture observées en traction monotone

La figure III.4 représente les différents modes d'endommagement observés sur une éprouvette lanière. Ils peuvent se classer en trois catégories :

- Type I: l'endommagement apparaît dans l'inclusion pour une déformation macroscopique de l'ordre de 20%. Il se traduit par la rupture brutale de la particule, perpendiculairement à la direction de traction. Cette fissure ne se propage pas immédiatement dans la matrice. La déformation se localise de part et d'autre de la fissure. Lorsque l'on atteint localement la limite de déchirabilité du matériau, une nouvelle fissure s'amorce et se propage dans la matrice.
- Type II: une fissure apparaît dans la matrice, à l'un des pôles de la particule, sans qu'il ait été observé de rupture préalable de celle-ci. Cette première fissure apparaît pour environ 20% de déformation macroscopique. Une seconde fissure apparaît au second pôle pour une déformation légèrement supérieure. Eventuellement, la particule rompt et provoque un endommagement de type I.
- Type III: il se produit rapidement une décohésion entre la matrice et l'inclusion. Cette décohésion est localisée aux pôles de la particule. Elle provoque une localisation de la déformation qui aboutit à l'amorçage d'une ou plusieurs fissures dans la matrice à partir de 80% de déformation macroscopique. Dans ce cas, la rupture de la particule est impossible puisque la décohésion relaxe la majeure partie des contraintes dans l'inclusion.

La figure III.5 est un zoom de la surface des particules présentes pour les deux premiers types de rupture. Ces observations sont obtenues au M.E.B. Zeiss à très faible tension d'accélération afin d'obtenir le maximum de détails de la surface. On constate que ces particules sont constituées de particules de l'ordre d'une centaine de nanomètres. Les analyses chimiques en E.D.S. (Energy Dispersive Spectrométrie) montrent que ces particules sont principalement composées de carbone. Au vue de la composition chimique du matériau il est fort probable qu'il s'agisse d'agglomérats de noirs de carbone (le diamètre des noirs de type N772 est de l'ordre de grandeur des particules observées).



(a) (b) Zoom de (a)

Figure III.5 : Particules à l'origine des ruptures de type I et II

Dans le cas de la rupture de type II, il est assez difficile de donner la nature du mécanisme qui amorce la rupture aux pôles. Des observations sur des particules de taille beaucoup plus petite, de l'ordre de quelques microns, donnent des informations précieuses sur ce sujet (la proximité des pôles

de la particule par rapport à la surface nous permet d'observer les mécanismes aux pôles). On utilise alors une tension de l'ordre de 15kV afin d'avoir une information en volume et non de surface, tout en limitant le phénomène de charge.

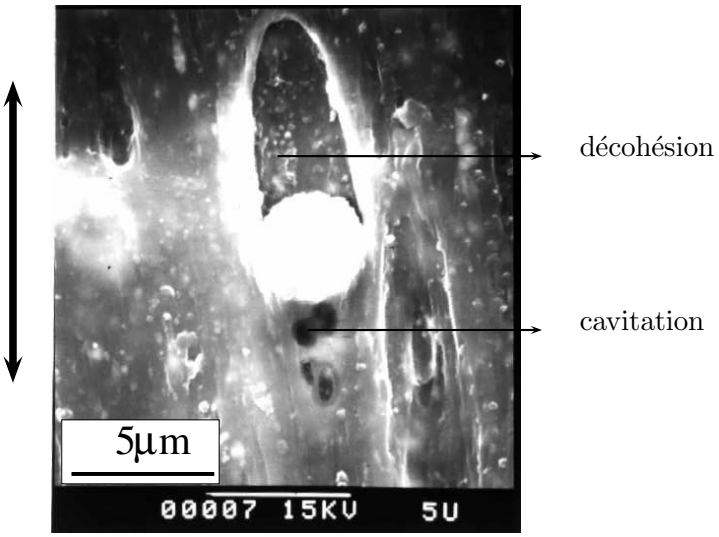


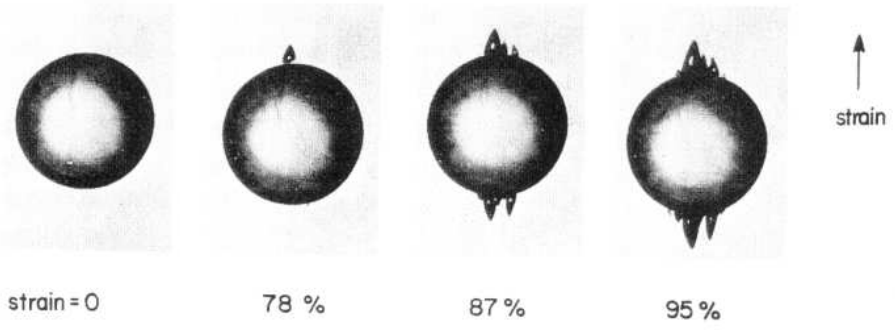
Figure III.6 : Mécanisme à l'origine des ruptures de type II, la flèche indique la direction de traction.

La figure III.6 met en évidence un processus de nucléation de porosité au pôle d'une inclusion rigide. Ce phénomène est connu, dans le domaine des élastomères, sous le terme plus générique de cavitation. La cavitation est le processus par lequel il se crée spontanément, sous l'effet d'une action extérieure, un vide au sein d'un matériau initialement non poreux. Nous le verrons par la suite, la présence d'inclusions rigides favorise la cavitation.
Il est fort probable que la cavitation soit à l'origine des ruptures de type II. De plus, dans le cas des agglomérats de NdC, il n'existe pas de véritable interface entre l'agglomérat et la particule car la proportion de matrice dans l'agglomérat est non nulle. On voit difficilement comment l'agglomérat pourrait se détacher de la matrice sans impliquer un mécanisme de cavitation.
Les paragraphes suivants visent à présenter le phénomème de cavitation ainsi que celui de décohésion à travers les études menées par différents auteurs sur ces sujets.

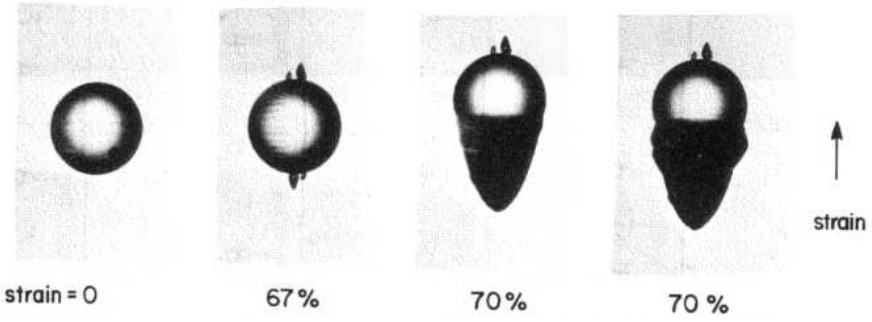
III.2.3 Cavitation et décohésion

a) Aspects expérimentaux

Suite aux travaux de Yerzley [1], Gent et Lyndley [2] réalisent des essais sur des éprouvettes axisymétriques de faible épaisseur pour différents types de SBR et NR chargés. Ils constatent que les courbes contrainte-déformation présentent un point d'inflection caractéristique de ce type d'essais. Des essais interrompus leur permettent de relier cette singularité à l'apparition de cavités au sein du matériau. Le niveau de contrainte nécessaire pour faire apparaître ces cavités est dépendant du matériau. Les auteurs soulignent que la contrainte critique de cavitation est faible comparée aux caractéristiques de rupture de chacun des matériaux. Si l'essai de traction est poursuivi, l'éprouvette rompt à un niveau de contrainte bien supérieur à celui nécessaire à la nucléation des vides. Oberth[3] puis Gent [4] réalisent des essais sur un matériau modèle silicone élastomère (translucide) chargé de billes de verres de diamètres variant de 200 à 2200μm. La surface des billes est traitée afin d'obtenir des énergies d'adhésion variables. La figure III.7 illustre les résultats d'essais dans le cas d'une adhésion forte ou faible. Le phénomène de cavitation est observable quelle que soit la résistance mécanique de l'interface matrice-inclusion, du moins dans le domaine exploré par ces auteurs. La décohésion intervient lorsque l'interface matrice-inclusion est faible mais elle est toujours précédée du processus de cavitation.



(a) Adhésion forte



(b) Adhésion faible

Figure III.7 : Observations faites par Gent [4] sur un élastomère silicone chargé (a) de billes de verres de ϕ1.22mm traitées et (b) de billes de verres de ϕ610μm non traitées.

b) Modélisation

Gent[5] modélise la décohésion à partir d'une approche énergétique. Il aborde la décohésion comme un processus de propagation d'une mico-fissure pré-existente au pôle de la particule. Comme pour le critère de rupture de Griffith, la fissure se propage si l'énergie élastique libérée est supérieure ou égale à celle nécessaire pour rompre l'interface. Il obtient alors l'expression de la contrainte nécessaire pour provoquer la décohésion :

$$\sigma_c = \frac{4\pi G_a E}{3r sin(2\theta)} \tag{III.1}$$

où G_a est l'énergie nécessaire pour rompre l'interface par unité de surface, E le module de l'élastomère, r le diamètre de l'inclusion et θ l'angle correspondant à la surface rompue (voir figure III.8).

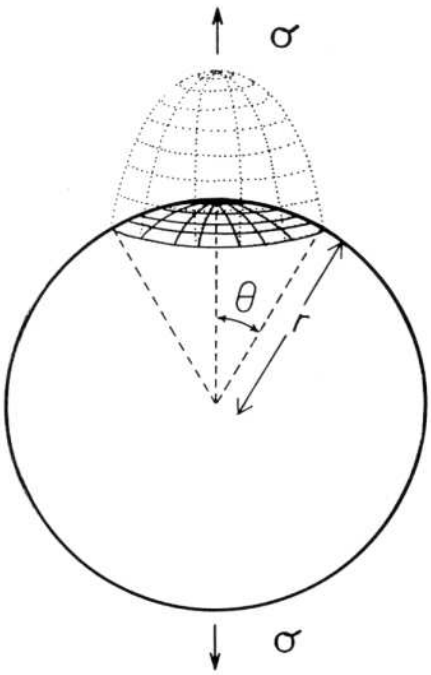


Figure III.8 : Définition de l'angle θ pour le modèle de décohésion

Il est clair d'après l'équation III.1 que la contrainte σ_c passe par un minimum pour $\theta = 45°$. Si l'angle de départ θ_i est petit, une fois amorcée, la décohésion se poursuit jusqu'à la décohésion quasi-complète de la particule $(90 - \theta_i)$.

Le traitement théorique de la cavitation dans un milieu homogène est plus complexe. Dans le cas d'un état de chargement purement hydrostatique, Ball[6] met en évidence une classe de solutions singulières des équations non linéaires du problème d'élasticité associé. Il considère une sphère pleine de rayon externe intitial b, à laquelle on applique, sur sa surface externe, une pression p_0 uniforme. La sphère est constituée d'un matériau hyperélastique, incompressible et isotrope dont la loi de comportement s'exprime à partir de la densité d'énergie W (voir chapitre IV). La symétrie sphérique

du problème impose un champ de déplacement de la forme (coordonnées sphériques) :

$$R(r) = (r^3 + c^3)^{\frac{1}{3}} \text{ avec } c \geq 0$$
$$\Theta = \theta$$
$$\Phi = \phi$$

avec r, θ, ϕ (resp. R, Θ, Φ) les coordonnées d'un point M en position non déformée (resp. déformée). Le cas $c = 0$ caractérise l'absence de cavité au sein de la sphère ($R(0) = 0$) ce qui donne la solution triviale de l'état de contrainte purement hydrostatique au sein de la sphère pleine. Dans le cas où c est non nul, la sphère est creuse et la solution du problème est non triviale. En supposant que la surface de la cavité est libre de contrainte normale, l'écriture des équations d'équilibre, leur intégration par rapport à la variable r et l'utilisation de la loi de comportement permettent de relier la pression p_0 à la variable c [7] :

$$p_0 = \left(1 + \frac{c^3}{b^3}\right)^{\frac{2}{3}} \int_{\left(1+\frac{c^3}{b^3}\right)^{\frac{1}{3}}}^{\infty} \frac{\hat{W}_1(v)}{v^3 - 1} dv \tag{III.2}$$

avec

$$\hat{W}_1 = \frac{d}{dx}\hat{W}(x)$$
$$\hat{W}(x) = W(x^{-2}, x, x)$$
$$v = v(r) = \left(1 + \frac{c^3}{r^3}\right)^{\frac{1}{3}}$$

Ainsi, la solution correspondant à l'existence d'une cavité libre de contrainte au sein d'une sphère soumise à une pression extérieure p_0 existe à condition que c soit une racine positive de l'équation III.2. La pression critique de cavitation est obtenue par passage à la limite de l'expression III.2 pour c tendant vers zéro par valeurs positives :

$$p_{cr} = \lim_{\delta \to 1^+} \int_{\delta}^{\infty} \frac{\hat{W}_1(v)}{v^3 - 1} dv \tag{III.3}$$

L'existence de p_{cr} ne dépend alors plus que de la valeur finie de l'intégrale de l'équation III.3. Cette intégrale est finie ou non en fonction du choix de la loi de comportement. En considérant une loi de type neo-Hookienne ($W(I_1) = \frac{\mu}{2}(I_1 - 3)$,$\mu$ module de cisaillement), la pression critique devient $p_{cr} = \frac{5E}{6}$ où E est le module d'Young. Cette valeur est en bon accord avec les valeurs trouvées par Gent et al.[2][8][9]. De nombreux auteurs [10][7][11] ont ensuite repris ce modèle, notamment Hou et Abeyaratne[12] qui proposent d'étendre le critère de cavitation de Ball au cas des chargements multiaxiaux. Ils proposent l'expression de la surface de cavitation à partir des contraintes principales ainsi :

$$S : (4\sigma_1 - \sigma_2 - \sigma_3)(4\sigma_2 - \sigma_1 - \sigma_3)(4\sigma_3 - \sigma_2 - \sigma_1) - (5\mu)^3 = 0 \tag{III.4}$$

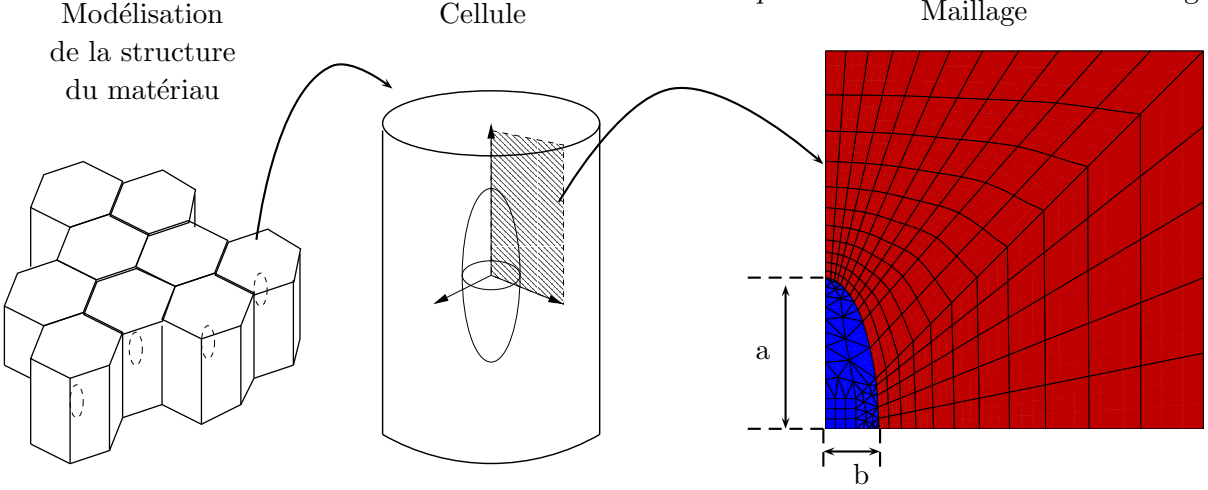
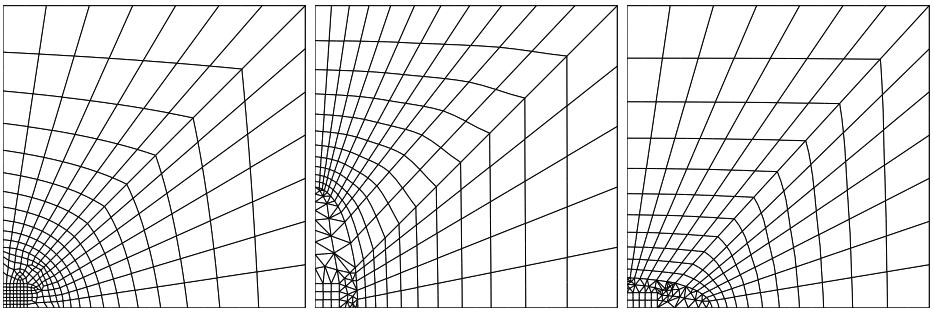


Figure III.9 : Modélisation du matériau pour le calcul de la déformation à cavitation en traction simple. Le facteur de forme est défini par $f = \frac{a}{b}$

c) Modélisation par E.F. de la cavitation autour d'une inclusion

Dans ce paragraphe, nous considérons que le matériau peut être représenté par un assemblage de cellules hexagonales élémentaires avec, au centre de chaque cellule, une inclusion. On fait donc intervenir la notion de périodicité de la structure du matériau. Pour des raisons évidentes de simplification du calcul, les cellules hexagonales seront approchées par des cellules cylindriques. Dans le cas de la traction simple, le problème devient alors axisymétrique. Les symétries du problème permettent de ne modéliser que le quart de la cellule. Les maillages sont donnés figure III.10.



(a) Inclusion sphérique (b) Inclusion allongée (c) Inclusion plate

Figure III.10 : Maillages utilisés pour le calcul EF.

La périodicité se traduit, au niveau du calcul, par des conditions aux limites particulières. Dans le cas simple de la traction uniaxiale, la périodicité est obtenue en imposant aux bords de la cellule de rester droits au cours de la déformation.
Ces calculs permettent d'avoir une idée de l'effet de la forme (la fraction volumique est constante et fixée arbitrairement à 0.5%) et du module des inclusions sur la déformation à cavitation. Nous considèrerons des inclusions ellipsoïdales avec des rapports de forme de 2.8 (inclusion allongée), 1 (sphère) et 0.36 (inclusion plate). La déformation à cavitation est calculée en déterminant le déplacement qu'il faut imposer sur la partie haute de la cellule pour que, en un point de la cellule (hors inclusion), le critère de l'équation III.4 soit satisfait (cavitation cohésive dans la matrice élastomère). Le modèle de cavitation proposé par Hou et Aberyartne a été implanté dans ZeBuLoN et le calcul est réalisé en post processeur

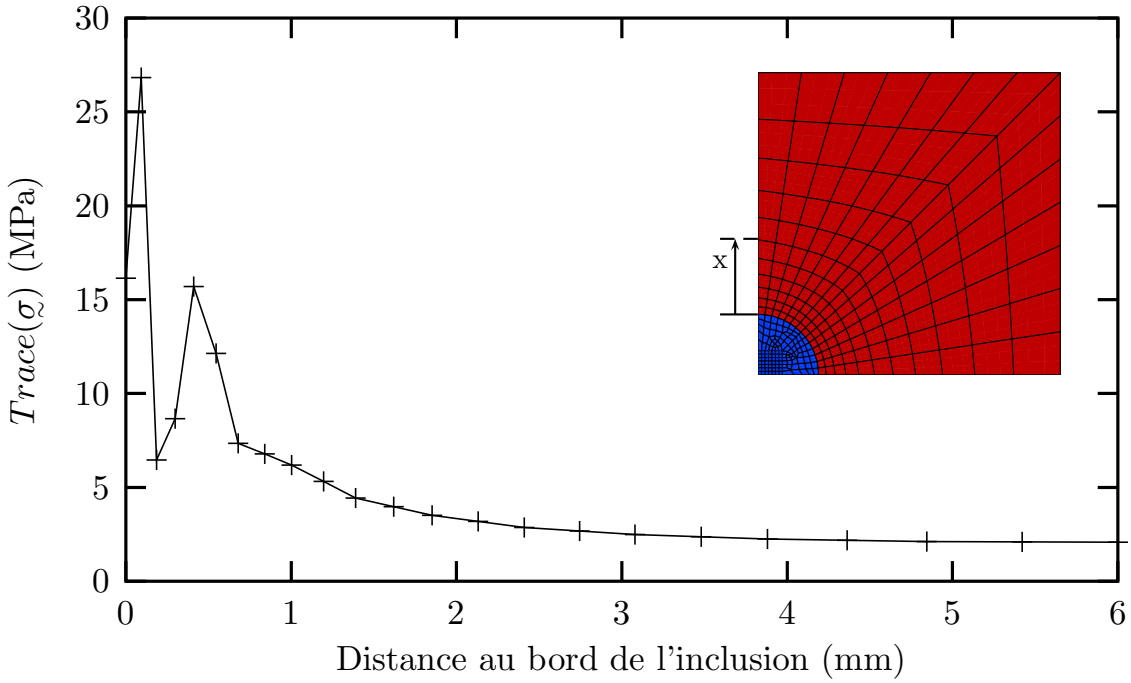


Figure III.11 : Oscillations sur le terme de pression juste au-dessus de l'inclusion.

(après le calcul EF). Le dépouillement des calculs montre que lorsque l'inclusion devient très rigide par rapport à la matrice (module de l'inclusion de l'ordre de 75 MPa) le taux de triaxialité juste au-dessus de l'inclusion devient très élevé. Localement, la détermination de la pression devient difficile du point de vue numérique (la pression est traitée comme un degré de liberté du fait de l'incompressibilité). On observe alors de fortes oscillations sur le terme de pression (figure III.11) provoquant des erreurs sur le calcul du critère. Il est possible d'atténuer ces oscillations en prenant en compte non pas la pression à chaque point de Gauss (p.G.), mais la pression moyenne dans l'élément. Ainsi, les contraintes injectées dans le critère ne sont pas celles directement obtenues à partir du calcul mais les suivantes :

$$\sigma^{P_i} = \sigma^{P_i}_{\text{p.G.}} - \frac{1}{3}\left(trace(\underset{\sim}{\sigma}_{\text{p.G.}}) - trace(\underset{\sim}{\sigma}_{\text{Moyenne dans l'élément}}\right) \tag{III.5}$$

Pour l'inclusion allongée et la sphère, la cavitation est localisée au dessus de la particule (figure III.12). La distance entre le pôle de l'inclusion et le lieu de cavitation augmente lorsque le module de l'inclusion chute. Les isovaleurs de contrainte équivalente (au sens de Mises) correspondent assez bien avec celles associées à la cavitation au contraire des isovaleurs de pression. Dans le cas de l'inclusion plate, la concentration de contrainte n'est pas suffisante pour déclencher la cavitation. La cavitation se produit alors à l'interface matrice inclusion, à proximité du lieu de $\sigma^{eq}_{V.M.}$ maximal. Ces calculs mettent en évidence le rôle important du déviateur dans le calcul de la cavitation.

L'effet de la forme et du module de l'inclusion est représenté figure III.13. Quelle que soit la forme de l'inclusion, l'augmentation du module de l'inclusion induit la diminution de la déformation à rupture. L'influence du module est marquée en-dessous d'une valeur de 75 MPa. La déformation à cavitation chute de 30% lorsque l'on passe d'un module de 5 à 75 MPa. Au-delà, le module de l'inclusion n'a plus d'influence. L'effet du module se comprend facilement. Plus l'inclusion se déforme plus la concentration de contrainte qu'elle induit est faible. L'effet de forme, lui, est plus surprenant par rapport aux résultats généralement admis. Dans notre cas, l'inclusion la plus nocive est celle qui est allongée dans la direction de traction, la moins nocive est l'inclusion plate.

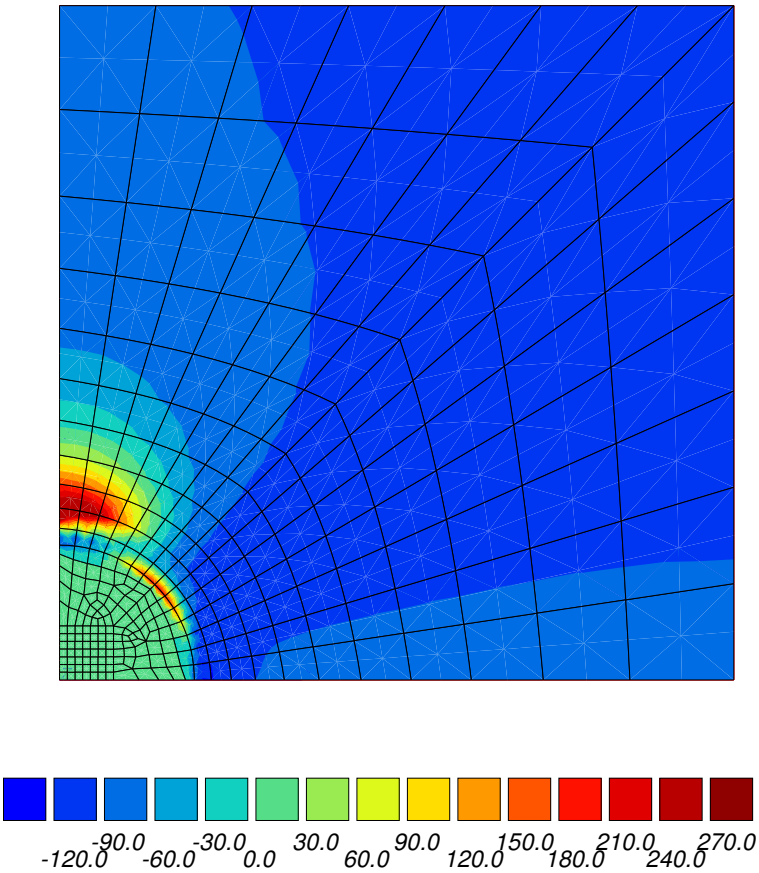


Figure III.12 : Localisation de la cavitation à partir du critère donné equation III.4 (zone en rouge sur la cartographie) pour une inclusion sphérique de module 150 MPa. Cette cartographie représente le calcul de la partie gauche de l'équation III.4.

III.3 Endommagement de fatigue

Après avoir observé la nature de l'endommagement sous sollicitations monotones nous abordons le cas des sollicitations cycliques. Le but est de déterminer la nature et l'enchaînement des mécanismes à l'origine de l'amorçage des fissures.

III.3.1 Eléments de bibliographie

La sollicitation mécanique cyclique imposée au matériau n'est pas l'unique source d'endommagement lors d'un essai de fatigue. D'autres paramètres tels que la température ou la dégradation chimique, peuvent être à l'origine d'une certaine forme d'endommagement. L'influence de ces paramètres sur les cinétiques de propagation de fissures a largement été étudiée dans la littérature. On retiendra, parmi les espèces nocives pour les élastomères, l'ozone (provoque la rupture des chaînes par clivage de la double liaison C=C[13],[14]) et l'oxygène. Dans le cas de l'oxygène, plus que la simple dégradation chimique du matériau, c'est le couplage mécanico-chimique qui prédomine [15], [16]. Il faut noter que l'effet de la dégradation chimique ainsi que le couplage mécanico-chimique, restent du second ordre lorsque les sollicitations mécaniques sont importantes et donc les cinétiques de propagations élevées.

L'effet de la température sur le comportement en fatigue est visible, pour le NR, à partir de

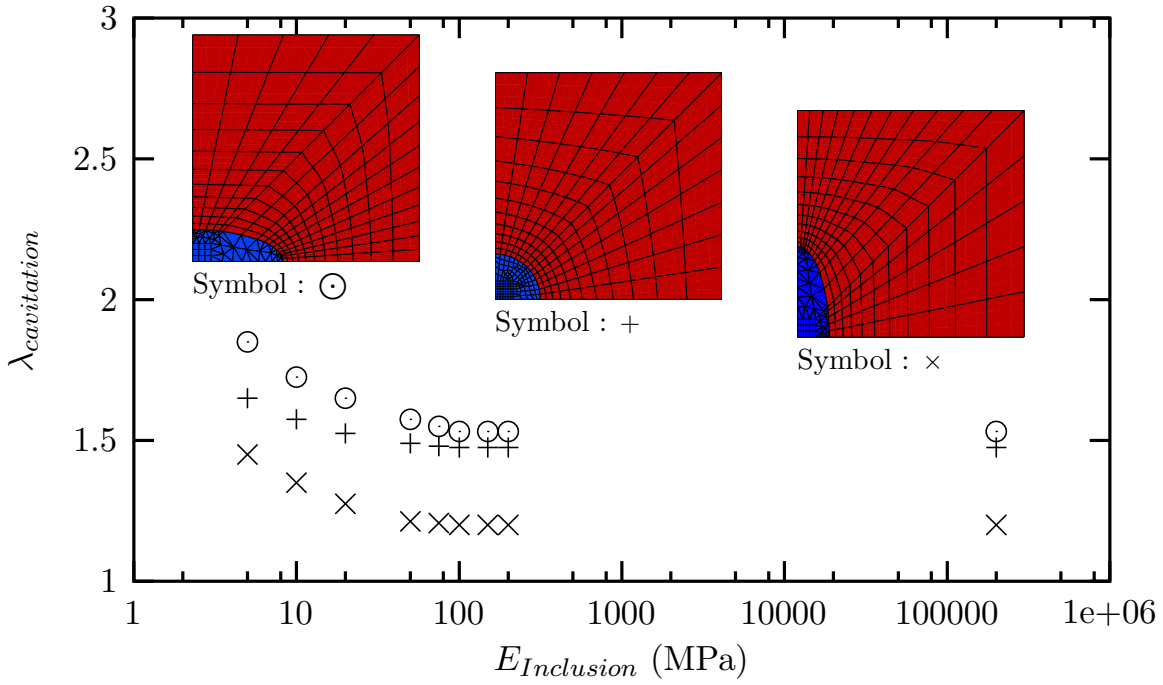


Figure III.13 : Effet de la forme et du module de l'inclusion sur la déformation à cavitation.

températures de l'ordre de 90-100°C. L'élévation de température coeur-peau estimée sur un Diabolo, en traction compression cyclique, est de l'ordre de 20 °C à une fréquence de 1Hz [17]. Cette élévation étant modeste, nous ne prendrons pas en compte l'effet de la température.

Les études portant sur la fatigue considèrent quasi systématiquement la propagation de fissures à partir de défauts préexistants. Certaines études ont cependant montré que les inclusions, les hétérogénéités de réticulations, les défauts de surfaces dus au moulage jouent le rôle de concentrateurs de contraintes et, pour cette raison, constituent des sites privilégiés d'amorçage [18],[19]. Nous ne dresserons pas de liste exhaustive des différents types de particules pouvant créer l'amorçage, leur nature étant fonction de la composition du matériau étudié.

Du point de vue moléculaire, on considère que la rupture des chaînes intervient progressivement [20] avec l'augmentation de la déformation. Lorsqu'une chaîne rompt, l'énergie élastique est dissipée en chaleur et la charge qu'elle supportait est reportée sur les chaînes environnantes. Ce processus étant particulièrement endommageant (la chaîne rompue ne supporte plus aucune charge), on utilise le terme de "dissipation catastrophique". On évoque également des mécanismes de "dissipation non-catastrophique" où la chaîne rompue a la capacité de se refixer (par exemple à la surface de charges telles que les NdC) et donc de supporter une charge non-nulle. Ce mécanisme est utilisé pour expliquer la résistance supérieure des vulcanisats au soufre par rapport aux vulcanisats aux peroxydes (les liens polysulfures ont la capacité de rompre et de se reformer ou s'intervertir réversiblement[21]). Ces processus contribuent à réduire les concentrations locales de contraintes au sein du réseau et donc à son renforcement.

Les études fractographiques mettent en avant l'aspect rugueux des surfaces de propagation. L'origine de cette rugosité n'est pas clairement expliquée dans la littérature. Gent [22] propose un mécanisme de jonction de micro-fissures en aval de la pointe de la fissure principale (voir figure III.15).

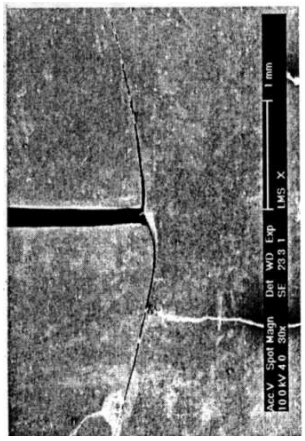


Figure III.14 : "Knotty tearing" : biffurcations de fissures sous sollicitation monotone[23].

Cependant, la nature des défauts à l'origine de ces micro-fissures n'est pas identifiée.

Un phénomène maintenant classique dans la propagation de fissures dans les élastomères de type NR est le "knotty tearing". Il se traduit par une déviation de la fissure par rapport à la direction de propagation naturelle, i.e. perpendiculairement à la direction de traction. De telles déviations sont illustrées figure III.14. Lorsqu'une fissure aigüe (par exemple obtenue à l'aide d'une lame de rasoir) est sollicitée, deux fissures se développent parallèlement à la direction de traction, de part et d'autre des lèvres de la fissure. L'émoussement qui en résulte atténue considérablement la singularité à la pointe de la fissure et une nouvelle fissure doit s'amorcer avant que la propagation ne se poursuive. Le "knotty tearing" améliore de manière spectaculaire la résistance à la propagation de fissures. L'origine exacte du phénomène est encore difficile à expliquer mais, l'idée d'une anisotropie de comportement vis à vis de la propagation de fissures induite par l'alignement des chaînes à la pointe de fissure est généralement évoquée par la plupart des auteurs travaillant sur le sujet.

Lors d'essais de traction-compression cycliques, Cadwell [24] a mis en évidence l'augmentation de la durée de vie dès lors que le niveau de déformation au cours d'un cycle reste positif. Ce phénomène n'est pas observable sur un élastomère non-cristallisable. La cristallisation en fond de fissure contribuerait d'une part à renforcer le matériau dans la direction de propagation et d'autre part à rendre les chaînes moins susceptibles à l'oxydation. Hamed [21] considère que la majeure partie des ruptures a lieu avant la cristallisation en fond de fissure. Il explique ainsi le renforcement observé à rapport de charge positif. Cependant, l'origine des ruptures de chaînes avant cristallisation n'est pas identifiée.

Notons enfin que la plupart des études en microscopie électronique à balayage sur des matériaux élastomères utilisent des grossissements maximum de 300[25]. Nous verrons que l'utilisation de la microscopie électronique à balayage à effet de champs à très fort grossissements (jusqu'à 50000) fournissent des informations très intéressantes sur les mécanismes d'amorçages et de propagation de fissures.

III.3.2 Apparition de l'endommagement

Ce paragraphe a pour but de présenter les mécanismes d'amorçage de fissure. Nous le verrons plus tard, les essais de traction-compression cycliques à rapport de charge positif donnent lieu à une très nette amélioration de la durée de vie. Nous présenterons donc séparément les deux types d'essais en tentant d'expliquer l'origine de ce renforcement.
Les échantillons sont prélevés par découpe au cutter à partir d'éprouvettes Diabolos préalablement

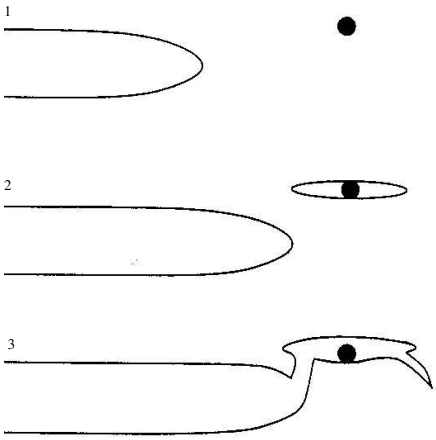
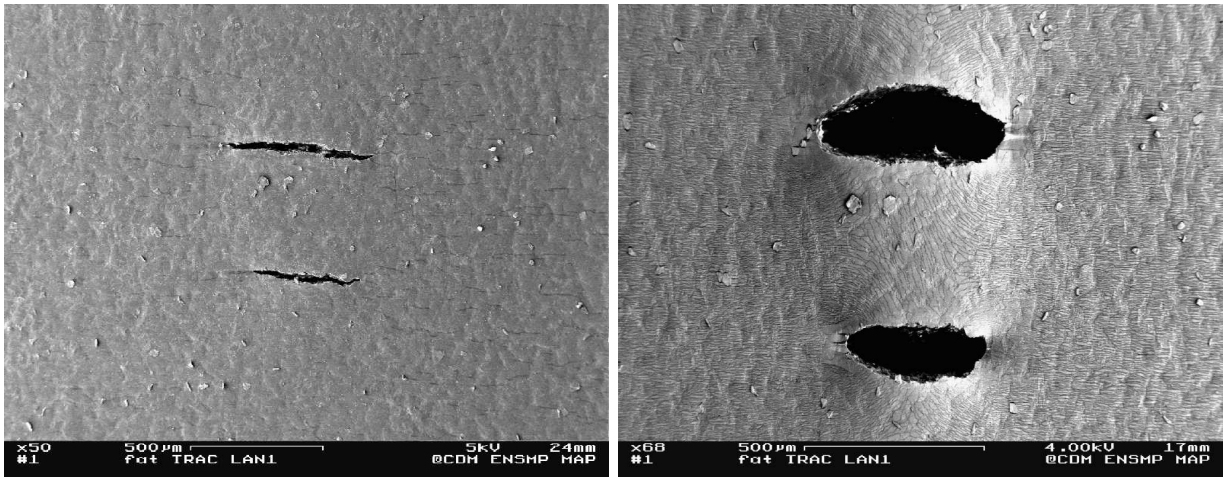


Figure III.15 : Mécanisme de formation des rugosités observées sur les faciès de rupture en fatigue

testées en fatigue. Ces échantillons sont observés sous légère traction afin de mettre en évidence les sites d'amorçages (difficilement observables en position non déformée). L'ensemble des observations effectuées montre qu'il est possible de décrire le mécanisme d'amorçage à travers quelques cas caractéristiques que nous présentons ici.

Attachons-nous tout d'abord à l'amorçage sous traction-compression cyclique à rapport de charge négatif. La figure III.16 représente un amorçage de fissure lors d'un essai de traction cyclique (0-75N) sur lanière en position déformée et non déformée. Deux fissures se sont dévellopées à une centaine de microns de distance. Cependant, aucune particule n'est visible en surface.

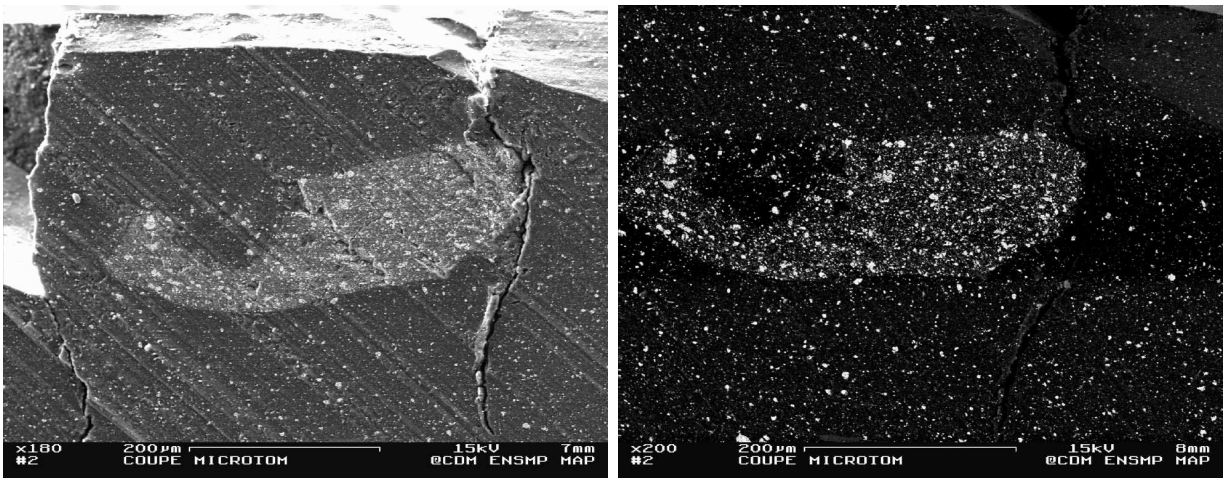


(a) Non déformée (b) Déformée ($\lambda_{macro} = 20\%$)

Figure III.16 : Amorçage en fatigue sous traction uniaxiale.

Nous avons effectué une coupe microtome cryogénique (-100°C) afin d'identifier l'origine de l'amorçage. Etant donné la taille des défauts, il est impossible de déterminer l'instant précis auquel il faut interrompre la coupe. La découpe se fait donc en aveugle. De plus, il est impossible de reprendre une coupe après observation au MEB (lors du réchauffage à température ambiante, la surface de

l'échantillon s'incurve de manière significative). Lorsque la coupe se passe bien, il est possible d'obtenir le résultat de la figure III.17 (coupe de l'amorçage représenté figure III.16). Les deux images, la première en élèctrons secondaires et la seconde en retro-diffusés (permet d'obtenir un contraste en rapport avec la composition chimique) indiquent la présence d'une inclusion de $200 * 100$ μm.

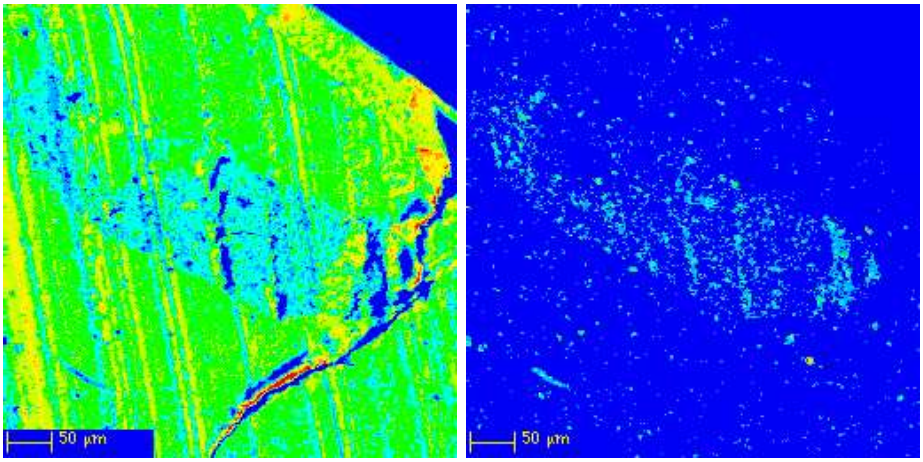


(a) Elèctrons secondaires (b) Contraste chimique

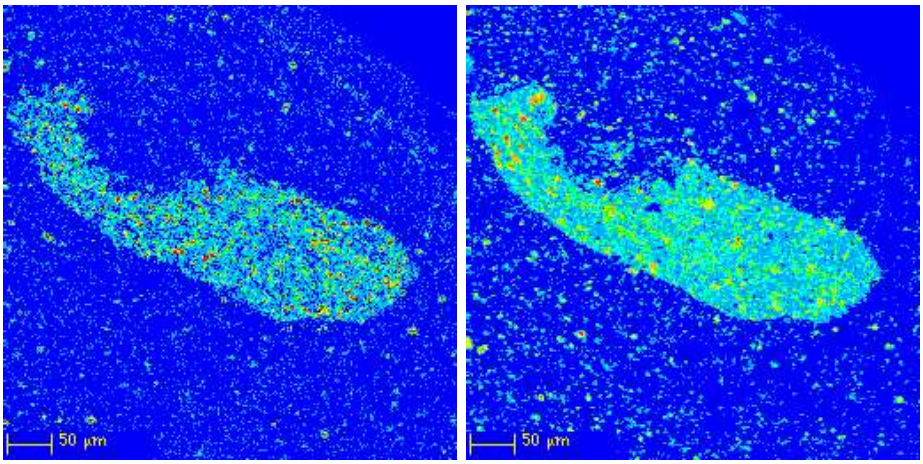
Figure III.17 : Amorçage de la figure III.16 après coupe au microtome.

Les cartographies à la microsonde de Castaing (figure III.18) indiquent une forte concentration en zinc et calcium dans l'inclusion (rapport 3 avec la matrice), en association avec l'oxygène. Le soufre est relativement homogène dans toute la section. La détection de l'élément carbone est très sensible à l'état de surface. On constate par exemple que les "rayures" induites par la coupe sont visibles sur la cartographie mais ne sont pas le signe d'un appauvrissement local du taux en carbone. La chute apparente du taux de carbone au sein de l'inclusion n'est pas réelle mais rend compte de défauts de surface plus importants au niveau de l'inclusion que dans la matrice malgré la coupe. Les images MEB à fort grossissement indiquent une très forte densité de noirs de carbone. On peut distinguer deux familles de NdC en fonction du diamètre: la première avec un diamètre de l'ordre de 30nm et la seconde de l'ordre de 80nm (figure III.19). Ces tailles de NdC correspondent bien aux deux types de NdC donnés dans la composition.
Il s'agit donc d'un agglomérat de particules initialement dispersées au sein du matériau. Les noirs de carbone des deux types N772 et N330 semblent particulièrement sujets à de telles agglomérations. Il est également possible de trouver d'autres types de particules, de tailles moyennes plus importantes, telles que les oxydes de zinc et carbonate de calcium. Seule la silice semble absente des agglomérats.

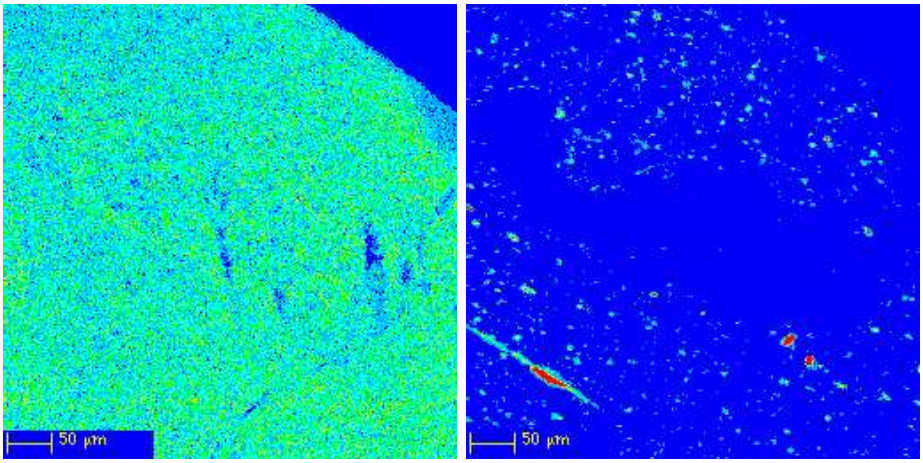
La figure III.20 est un montage de deux images prises au même endroit. La première (partie haute) est une image en contraste chimique. Elle permet de situer la limite entre l'inclusion et la matrice. La seconde est une image en élèctrons secondaires. La ligne blanche délimite l'inclusion. La matrice située entre la particule et la fissure est fortement cavitée. Il semble donc que **le mécanisme de cavitation observé en traction monotone se retrouve de la même manière en fatigue**. C'est ce phénomène qui est à l'origine de l'amorçage de la fissuration qui se propage ensuite à partir de ces zones endommagées.



(a) C (b) O

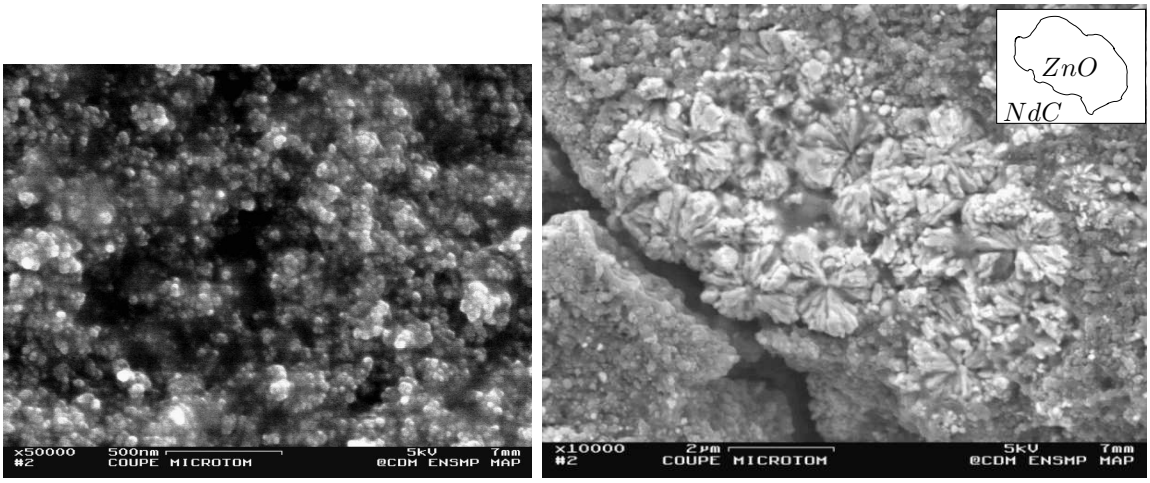


(c) Ca (d) Zn



(e) S (f) Si

Figure III.18 : Amorçage de la figure III.16 : analyses à la microsonde de Castaing.



(a) N330 (b) N772 et ZnO

Figure III.19 : Zoom sur la particule de la figure III.17.

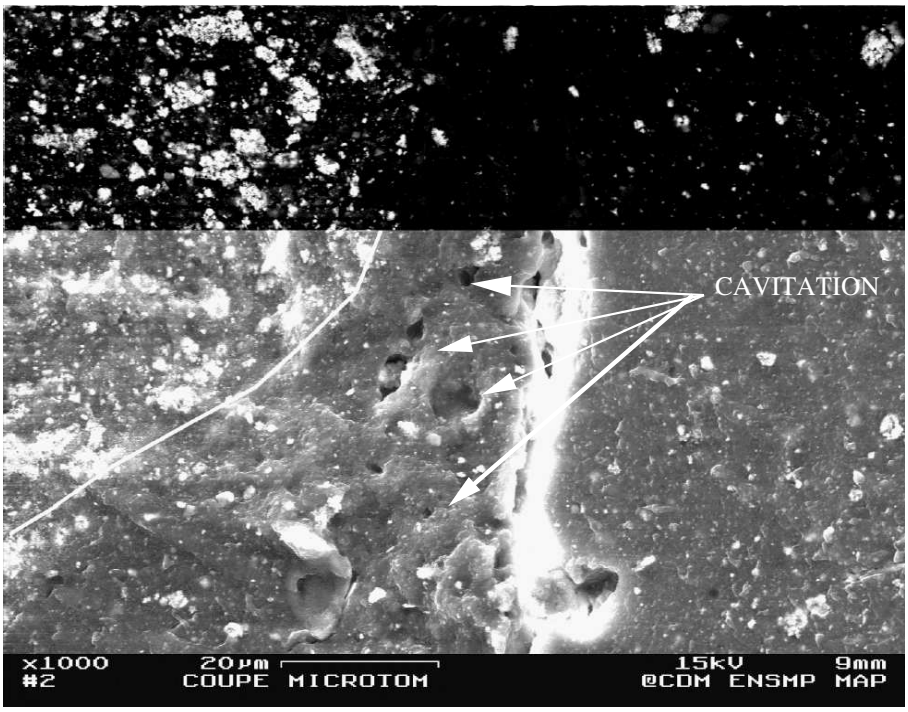


Figure III.20 : Zone de cavitation au-dessus de la particule.

Lorsque la particule se situe à la proximité immédiate de la surface, il est possible d'identifier les mécanismes consécutifs à l'apparition de l'endommagement. La figure III.21 donne un exemple de l'amorçage d'une fissure sur Diabolo (Essai DIAB-TC-7, R=0).

Le zoom sur la particule montre qu'il s'agit, une nouvelle fois, d'un agglomérat de noir de carbone. Il ne semble pas que l'inclusion soit rompue mais que la rupture ait eu lieu au pôle. Les fibrilles présentes sur le bord de la cavité la plus importante (figure III.21-c) sont caractéristiques de la phase de propagation. Plus qu'une cavité, il s'agit donc d'une micro-fissure fortement émoussée du fait des grandes déformations. Comme dans le cas précédent, la fissure se propage perpendiculairement à la direction de traction. Nous reviendrons plus tard sur la zone en "V" inversé (figure III.21-d) au-dessus de la particule. Comparons tout d'abord ces observations avec le type d'amorçage rencontré à rapport de charge positif.

La figure III.22 représente l'amorçage de l'essai DIAB-TC-39n . Le relief très perturbé de la surface observée provoque des phénomènes de charge prononcés, malgré le dépôt d'or. On constate une nouvelle fois la présence d'une particule à l'origine de l'amorçage. A la différence de l'amorçage représenté figure III.21, il existe une multitude de micro-fissures autour de la particule. Ces micro-fissures bifurquent par rapport à la direction de propagation "naturelle" (i.e. perpendiculairement à la direction de traction). Ces bifurcations locales doivent être mises en relation directe avec le "knotty tearing" présenté dans la partie bibliographique III.3.1. Le "knotty tearing" est effectif dès l'amorçage de la fissure. Ces bifurcations créent un nouveau front de fissures d'où le mécanisme d'amorçage doit redémarrer. De toute évidence, le "knotty tearing" existe quel que soit le mode de sollicitation (fatigue ou monotone).

Revenons maintenant à la zone "V inversé" au dessus de la particule. Cette zone existe quel que soit le rapport de charge. Il existe cependant quelques différences en fonction du signe du rapport de charge de l'essai qui permettent de comprendre le mécanisme de formation de cette zone. Dans le cas des essais à rapport de charge positif on distingue de part et d'autre du "V" des micro-fissures qui ont bifurqué dans une direction perpendiculaire à la direction de traction. Ces observations montrent qu'il s'agit d'une première phase de propagation, suivant la direction de traction. Pour comprendre l'origine de cette fissuration il faut, dans un premier temps, prendre en compte l'état de contrainte au dessus de la particule. La figure III.23 représente le gradient de contrainte qui agit perpendiculairement à la direction de traction. L'état de contrainte au dessus de la particule est fortement triaxial et la contrainte σ_{11} (contrainte dans une direction prependiculaire à la direction de traction) est loin d'être négligeable. La cavitation initie une fissure qui se développe ensuite dans la direction de traction, sous l'effet d'un gradient de contrainte. La fissure s'arrête lorsqu'elle sort de la zone d'influence de la particule et qu'elle se rapproche de lieux où l'état de contrainte est comparable à celui de traction uniaxiale (σ_{11} est nul). On remarquera que le gradient de contrainte s'étend sur une distance à peu près équivalente à la taille de la particule, ce qui correspond aux observations.
Toutefois, la fissure ne se développe pas dans la direction de plus grande contrainte d'ouverture. En effet, malgré le taux de triaxialité élevé, la contrainte σ_{22} est plus élevée que σ_{11}. L'existence d'une anisotropie de comportement vis à vis de la propagation de fissure est la seule raison qui puisse expliquer ce mode de propagation. Les paragraphes qui suivent nous permetteront d'éclaircir ce point.

La figure III.24-a illustre le second mode de rupture observé : la décohésion. Dans ce cas les particules ne sont pas constituées d'agglomérats. La particule à l'origine de l'amorçage de l'essai $NRDT14$ est illustrée figures III.24-b et III.24-c. Les analyses EDS indiquent qu'il s'agit d'une particule de silice. La surface de la particule est en partie recouverte de caoutchouc. Il semble donc que la rupture soit à la fois cohésive (cavitation dans la matrice) et adhésive (rupture à l'interface).

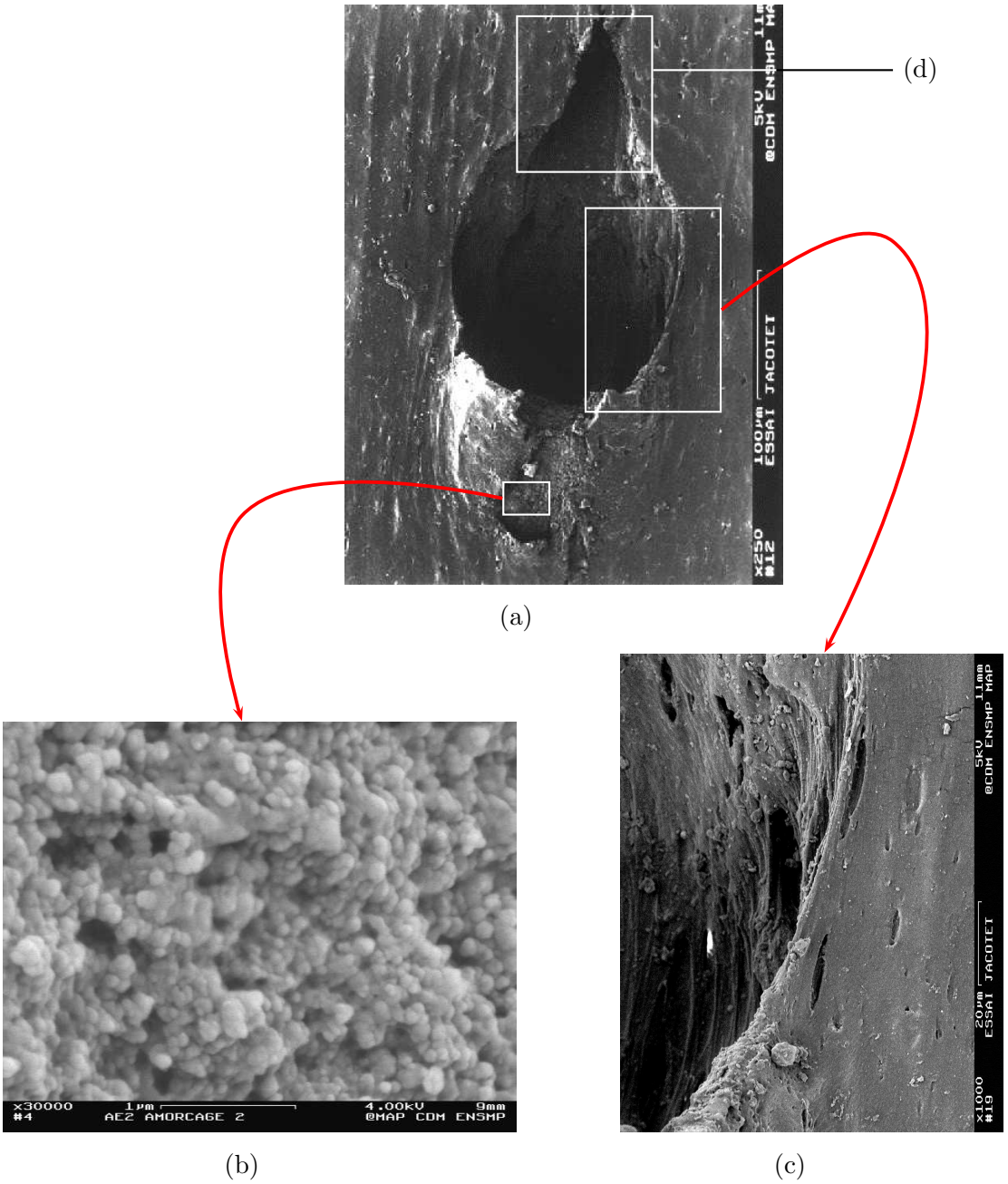


Figure III.21 : Observations au MEB (Essai DIAB-TC-7) : (a) amorçage d'une fissure,(b) zoom sur la particule, (c) fibrilles, (d) cavitation et décohésion.

Ces observations confirment celles de Gent [4] dans le cas de la rupture en traction monotone.

Une fois amorcée, la fissure se propage jusqu'à atteindre une taille de l'ordre du millimètre. Le chapitre qui suit présente les effets, sur des fissures de l'ordre du millimètre, des mécanismes que nous venons de présenter.

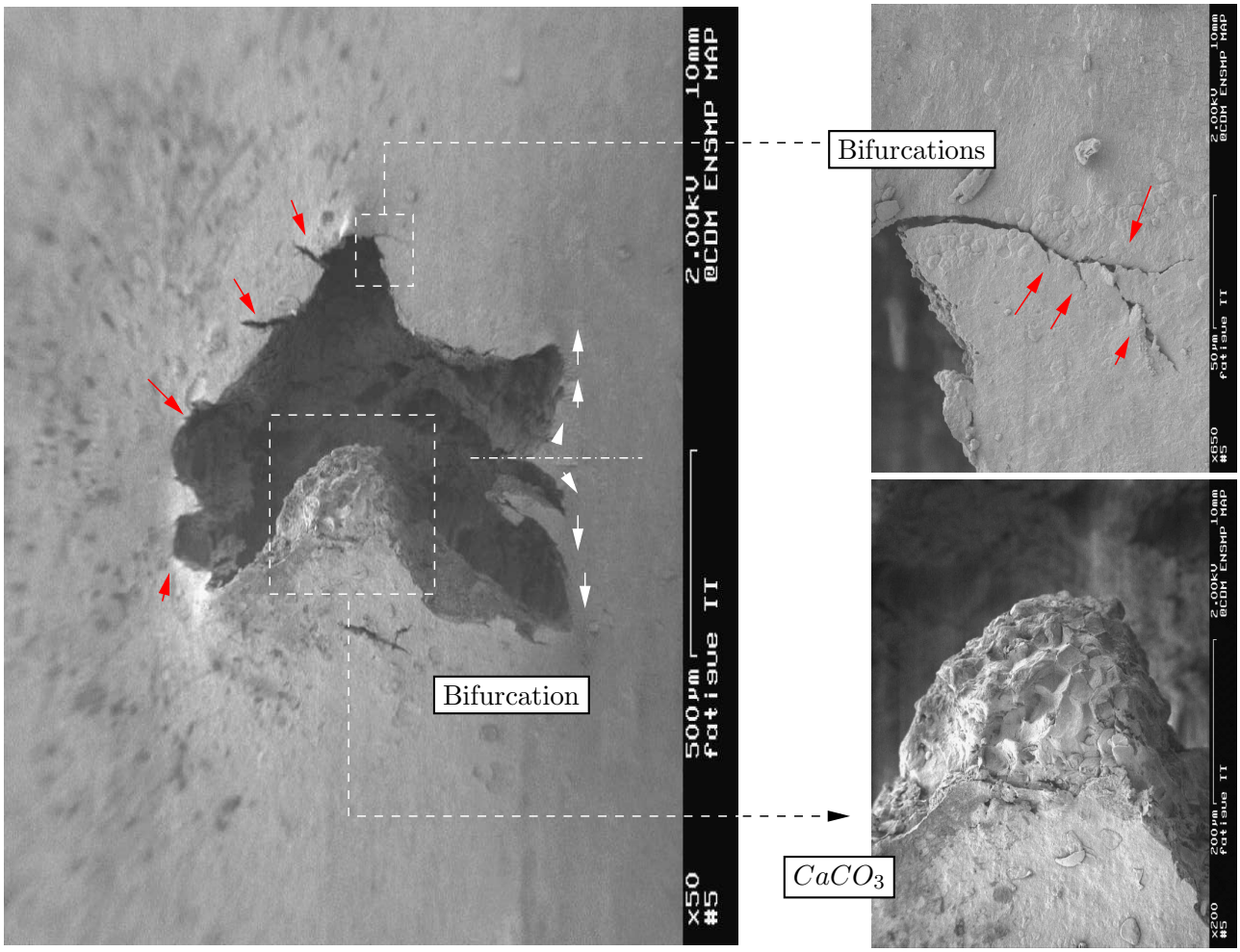


Figure III.22 : Amorçage à R positif (essais DIAB-TC-39n). Mise en évidence de la bifurcation des fissures.

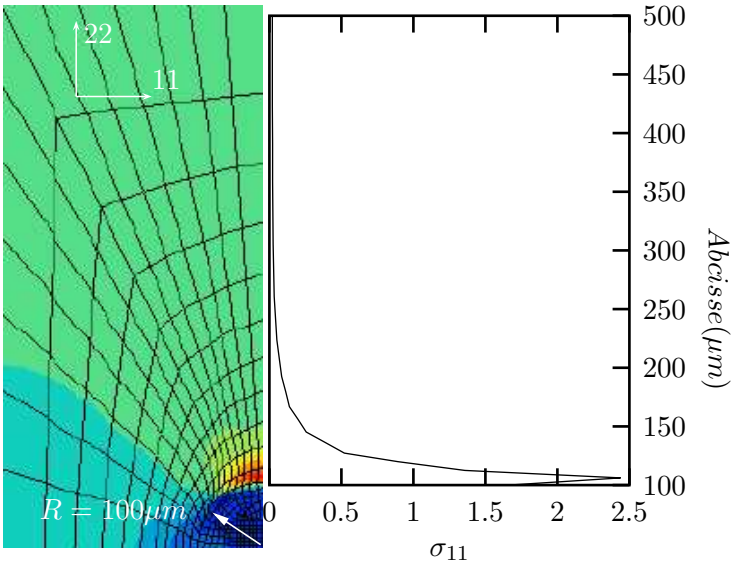
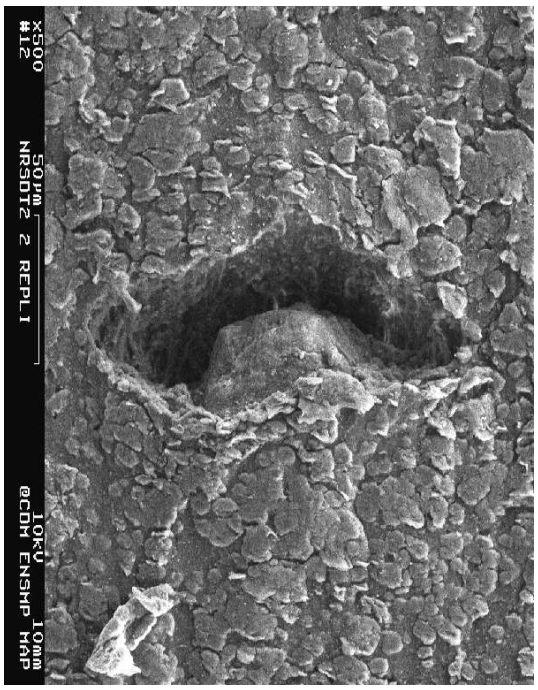
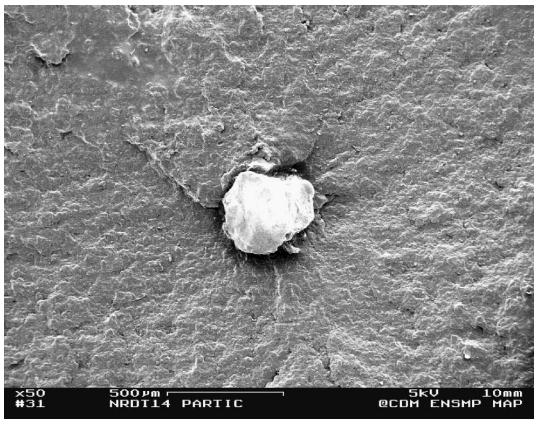


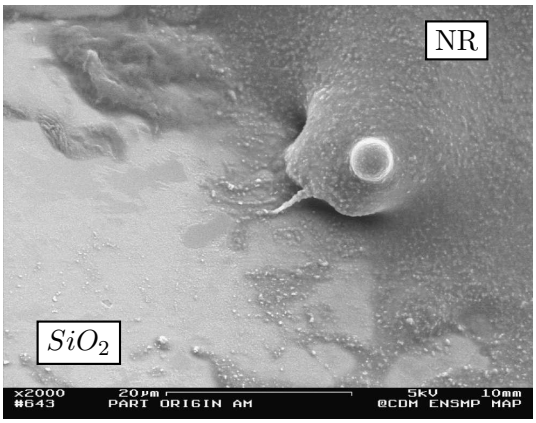
Figure III.23 : Gradient de contrainte développé perpendiculairement à la direction de traction au dessus d'inclusions rigides.



(a)



(b)



(c) zoom de (b)

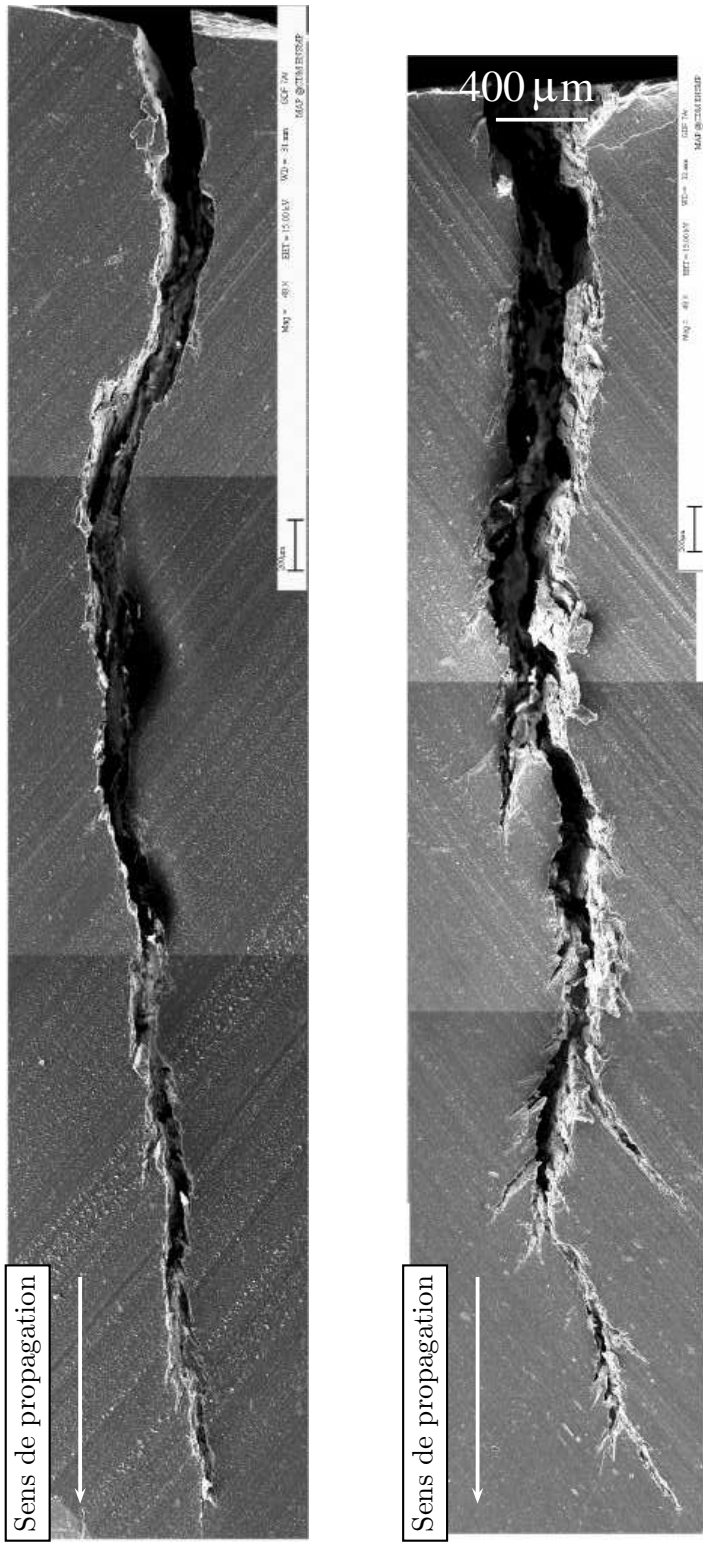
Figure III.24 : Second mode de rupture en fatigue.

III.4 Propagation de fissures

III.4.1 Observations des profils des fissures

La figure III.25 représente des coupes de fissures propagées, sur un Diabolo, lors d'essais de fatigue à rapports de charges positif et négatif. Les découpes sont réalisées perpendiculairement au front de fissure.

Ces coupes mettent en évidence un processus de multi-fissuration dans le cas de la propagation à rapport de charge positif (R^+). Cette multi-fissuration est inexistante dans le cas d'essais à rapport de charge négatif. De part et d'autre de la fissure principale se développe une série de fissures secondaires qui donnent elles-mêmes naissance à de nouvelles fissures. On assiste à un processus de multi-fissuration en cascade. Les fissures qui s'amorcent à partir du même front de fissure se développent jusqu'à ce que l'une d'entre elle prenne le pas sur les autres. La fissure la plus importante relaxe l'état de contrainte de part et d'autre de ces flancs et stoppe la progression des autres fissures. On constate également une augmentation du nombre et de la taille des micro-fissures avec la longueur de la fissure principale. Du point de vue fractographique, la multifissuration en cascade donne lieu à une rugosité très importante des surfaces de rupture dans le cas R^+ et à un front de fissure particulièrement perturbé.



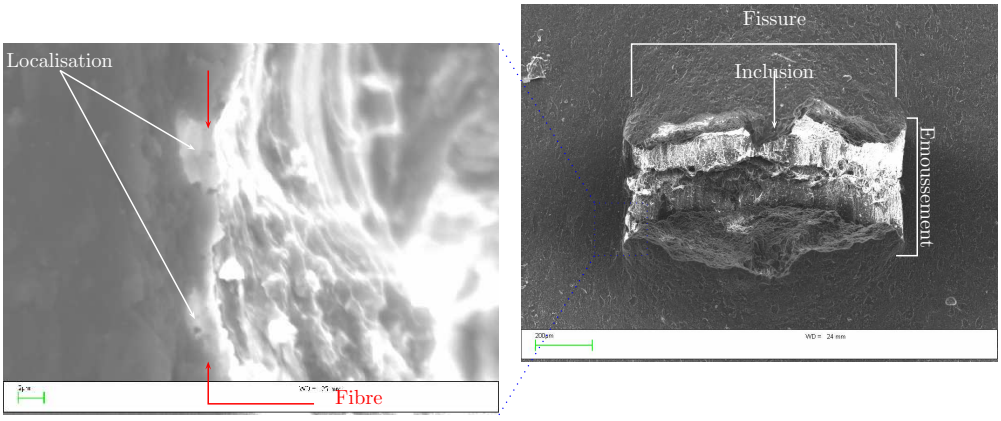
(a) R négatif (Essai DIAB-TC-33n)

(b) R positif (Essai DIAB-TC-36n)

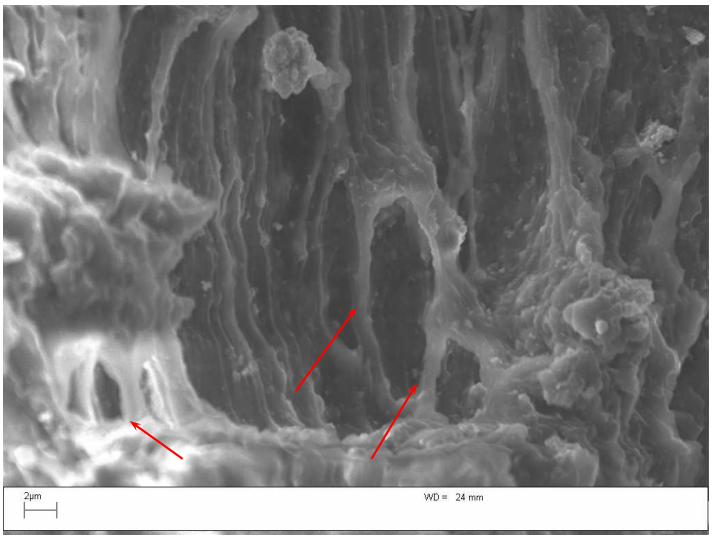
Figure III.25 : Observations en coupe des fissures de fatigue (l'échelle est valable pour les deux images).

III.4.2 Endommagement en pointe de fissure

Nous observons des fissures à l'état déformé. La déformation imposée est légèrement inférieure à la déformation vue par le matériau lors de l'essai de fatigue afin de ne pas introduire d'endommagement parasite.



(a)



(b)

Figure III.26 : Mise en évidence de l'endommagement inter-fibrillaire en fond de fissure.

Dans le cas d'essais à rapport de charge positif (voir figure III.26), la pointe de la fissure est quasiment verticale. On voit apparaître une structure fibrillaire sur tout le front de fissure (fig. III.26-b). Cette structure rappelle le "crazing" qui se développe dans certains matériaux polymères en présence de fissure (voir figure III.27) à quelques différences près. La première concerne la taille caractéristique des fibrilles qui est de l'ordre de un à deux microns dans notre cas contre une centaine de nanomètres pour le PET. La seconde est le mécanisme de formation de ces fibrilles. Pour le PET, ces fibrilles sont obtenues par dislocation des structures cristallines sphérolitiques de part et d'autre des lèvres de la fissure. Dans notre cas (fig. III.26-a) la structure fibrillaire se développe en amont

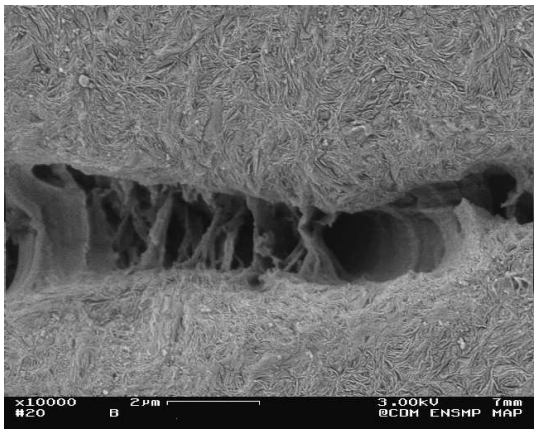


Figure III.27 : Crazing observé dans le PET[26].

du front de fissure. Puis, l'endommagement qui se localise dans l'espace interfibrillaire fait apparaître les fibrilles. L'origine des fibrilles est très probablement associée à la cristallisation de type axialites induites par la déformation à la pointe de la fissure. On peut donc les supposer plus tenaces et plus denses que la zone interfibrillaire. L'analyse de la cristallisation sous déformation montre que le taux de cristallisation ne dépasse pas 30%. Le matériau à la pointe de la fissure n'est donc pas à 100% cristallin. On peut donc penser que la zone interfibrillaire est constituée d'une phase amorphe et orientée du fait des grandes déformations locales. Cette structure composite constitue **une zone de forte anisotropie à la pointe de la fissure**. Anisotropie du point de vue du comportement, mais également de l'endommagement puisque ce dernier apparaît entre les fibrilles et croît dans la direction de traction.

Il est évident que le **renforcement du matériau va dépendre fortement du développement de cette anisotropie en pointe de fissure**. On trouve ici une explication du renforcement observé à rapport de charge positif. En effet, lors d'essais à rapport de charge positif, cette anisotropie va pouvoir se développer grâce au processus de cumul de cristallisation mis en évidence au chapitre I.5. A rapport de charge négatif, ce processus n'intervient pas et la partie du chargement en compression efface l'anisotropie induite pendant la phase de traction.

Il est important de noter que le processus de cumul fait intervenir la notion de seuil. Le seuil de déformation que nous avons mesuré est situé entre 50% et 90%. Dans le cas des fissures, l'émoussement en pointe de fissure est très important et il est probable que ce seuil macroscopique de 50% de déformation soit très rapidement atteint localement. La mesure du champ de déformation en pointe de fissure de fatigue aurait pu nous permettre de répondre à cette question. Les problèmes techniques dont nous avons déjà parlé ne nous permettent pas de répondre de manière définitive sur ce sujet.

III.4.3 Mécanismes d'endommagement en pointe de fissure

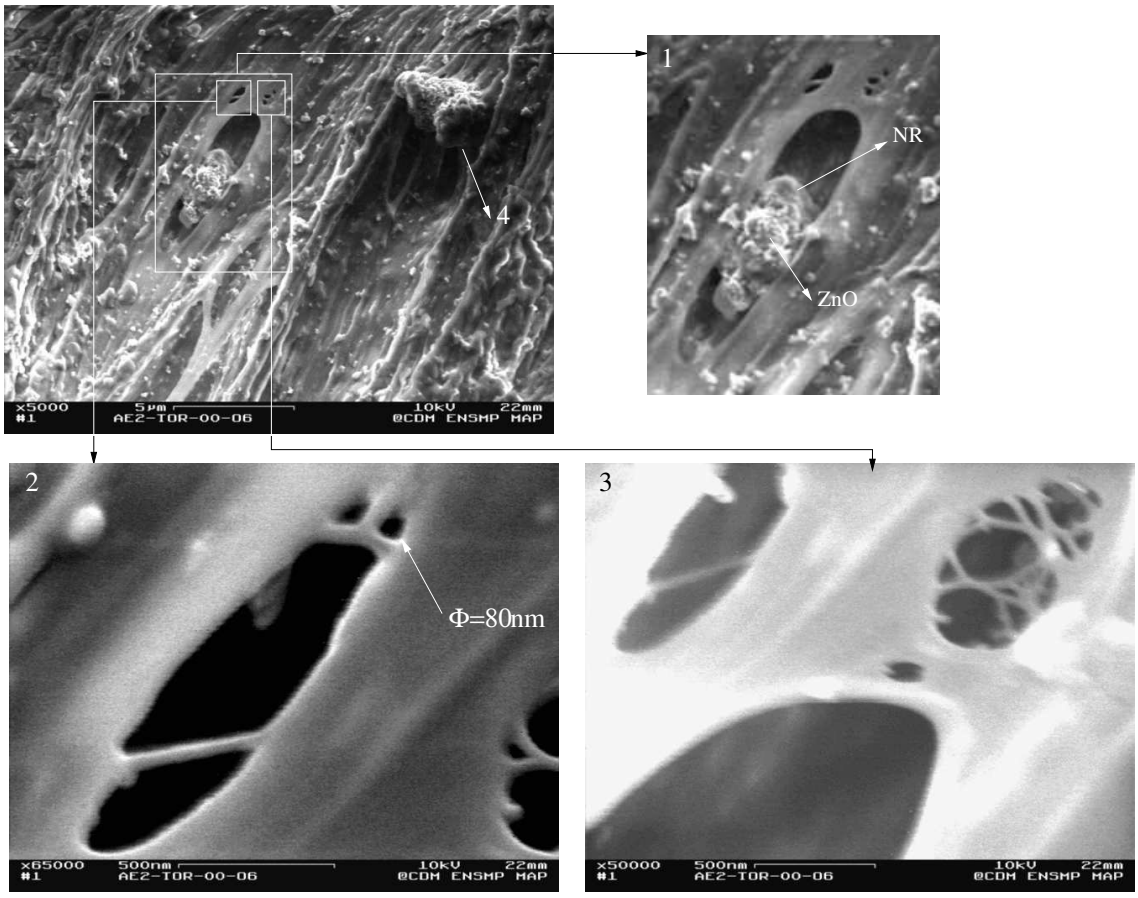
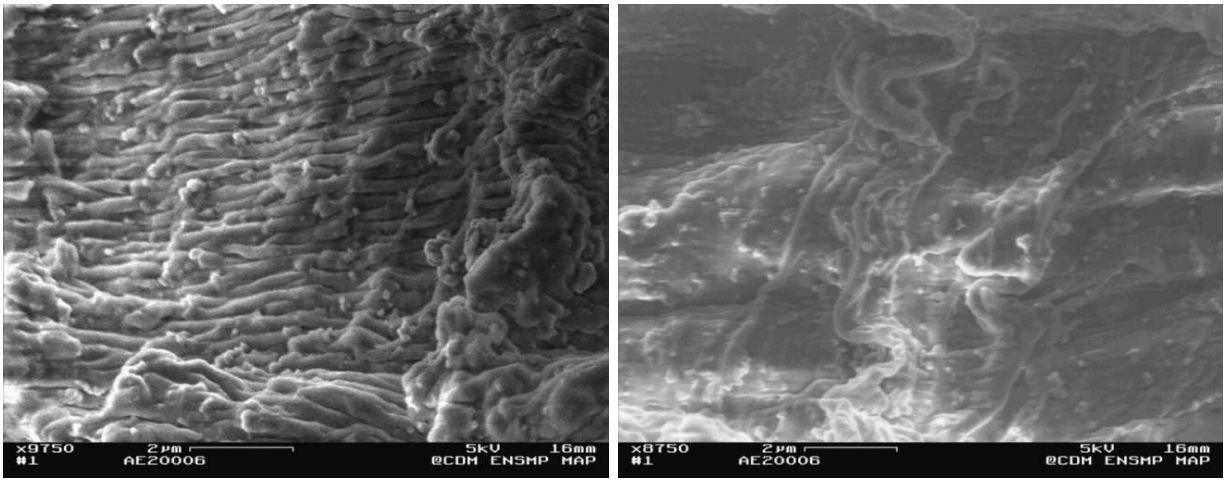


Figure III.28 : Mécanismes en fond de fissure.

La figure III.28 montre que les fronts de fissure sont décorés de particules dont la taille varie entre 5μm et 100 nm. La nucléation des vides semble, une nouvelle fois, pouvoir être attribuée à la cavitation à partir de particules. La cavitation apparaît soit aux pôles des inclusions rigides (la figure III.28-1 montre que les pôles des particules d'oxyde de zinc sont recouverts de NR et donc qu'il s'agit bien d'un processus de cavitation) soit de manière spontanée dans la matrice. Les figures III.28-2 et III.28-3 illustrent la cavitation dans la matrice. Nous avons vu que la modélisation de la cavitation fait intervernir la notion de croissance élastique de cavités. Ces observations, sans pour autant identifier la nature exacte du processus de croissance, sont difficilement interprétables à partir d'une approche purement élastique. L'avancée du front de fissure laisse derrière lui des particules de type ZnO et NdC qui se retrouvent ensuite sur les faciès de rupture.

III.4.4 Nature des déformations en pointe de fissure

A l'état non déformé, l'aspect du fond de fissure est bien différent. La figure III.29 est l'équivalent de la figure III.28 à l'état relaxé. On constate l'apparition de plis, perpendiculaires à la direction de traction. De plus les fibrilles, verticales à l'état déformé, apparaissent sinueuses à l'état non déformé.



(a) (b)

Figure III.29 : Apparition de plis en pointe de fissure de fatigue en position non déformée. On remarquera le repliement des fibrilles .

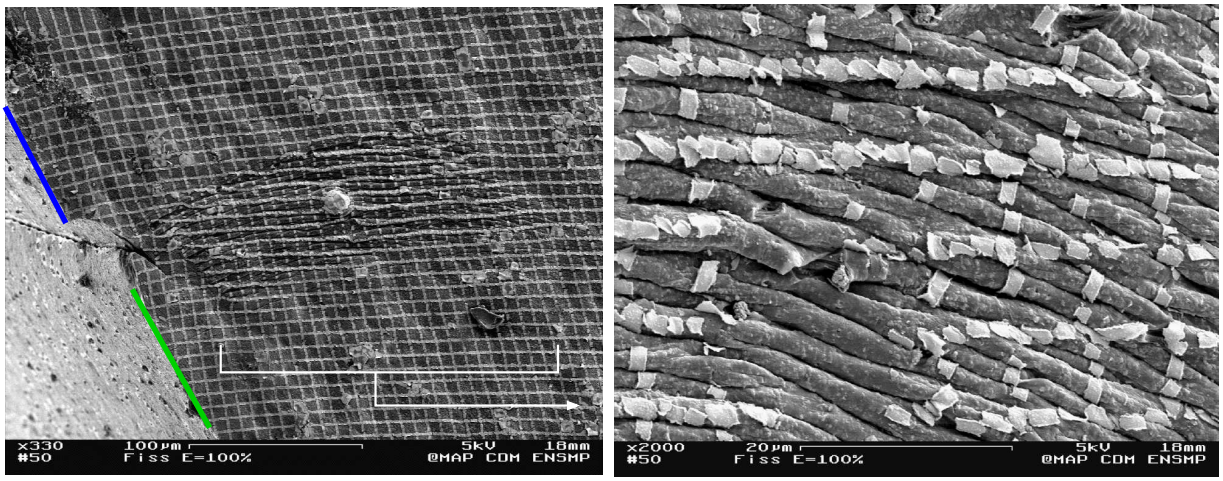
L'origine de ces plis trouve son explication à travers un essai assez différent : celui de la propagation d'une fissure à déformation imposée. Le principe de l'essai est donné figure III.31-a. Une fissure est introduite à l'aide d'un cutter au sein d'une éprouvette type lanière. Lorsque l'éprouvette est mise sous tension, la fissure se propage en deux temps avec successivement, une phase de propagation "rapide" (phase 1), l'arrêt de la fissure (phase 2) puis le redémarrage d'une phase de propagation rapide (phase 3). Les observations au M.E.B. des lèvres de la fissures à l'endroit correspondant à l'ancienne pointe de fissure en phase 2 (arrêt) montrent qu'il s'y est développé une zone de plis tout à fait identique à celle observée sur des fonds de fissure de fatigue en position non-déformée (voir figure III.30 et comparer à la figure III.29).

La figure III.31-b retrace l'histoire de la plus grande contrainte (ou déformation) principale au passage de la fissure pour deux position différente sur le bord de la fissure : la première pour un point appartenant à la zone de propagation rapide, la seconde pour un point dans la zone d'influence de la fissure lors de son arrêt (i.e. zone de forte concentration de contrainte et de déformation). La différence entre ces deux positions n'est pas le niveaux de contrainte et de déformation atteint au passage de la fissure mais le **temps** passé à ce niveau de contrainte. On voit donc apparaître ici *l'effet du temps* sur le phénomène d'apparition des plis.

Les conditions nécessaires à l'apparition de plis peuvent être résumées ainsi :

- des niveaux de contraintes et de déformations élevés dans une zone localisée,
- l'effet du temps (les plis ne s'observent qu'à l'endroit où la fissure s'est stabilisée).

L'apparition de plis serait donc la mise en évidence, à l'état relaxé, de **l'existence de déformations d'origine visqueuse en présence de fortes concentrations de contraintes**.



(a) Zone d'arrêt (b) Pointe de fissure

Figure III.30 : Zone de plis sur les lèvres de la fissure observés dans la zone d'arrêt de la fissure (phase 2).

Les plis peuvent être vus comme des flambements locaux associés d'une part à l'existence d'une déformation permanente locale et d'autre part au retour élastique du reste de l'échantillon. Ces plis disparaissent naturellement lorsque l'on sollicite la zone en question mais ne disparaissent pas avec le temps passé à l'état relaxé. On parlera donc de déformation visqueuse permanente[1].

On remarquera que, pour les essais de fatigue, le sillage visqueux laissé par le passage de la fissure est visible sur les bords de la fissure (fig. III.33(a)). De plus, l'observation minutieuse des faciès permet de mettre en évidence des traces de déformations d'origine visqueuse sous forme de ligaments allongés (fig. III.33(b)).

[1]Le terme de viscoplasticité ne semble pas approprié du point de vue de la nature des mécanismes mis en jeu.

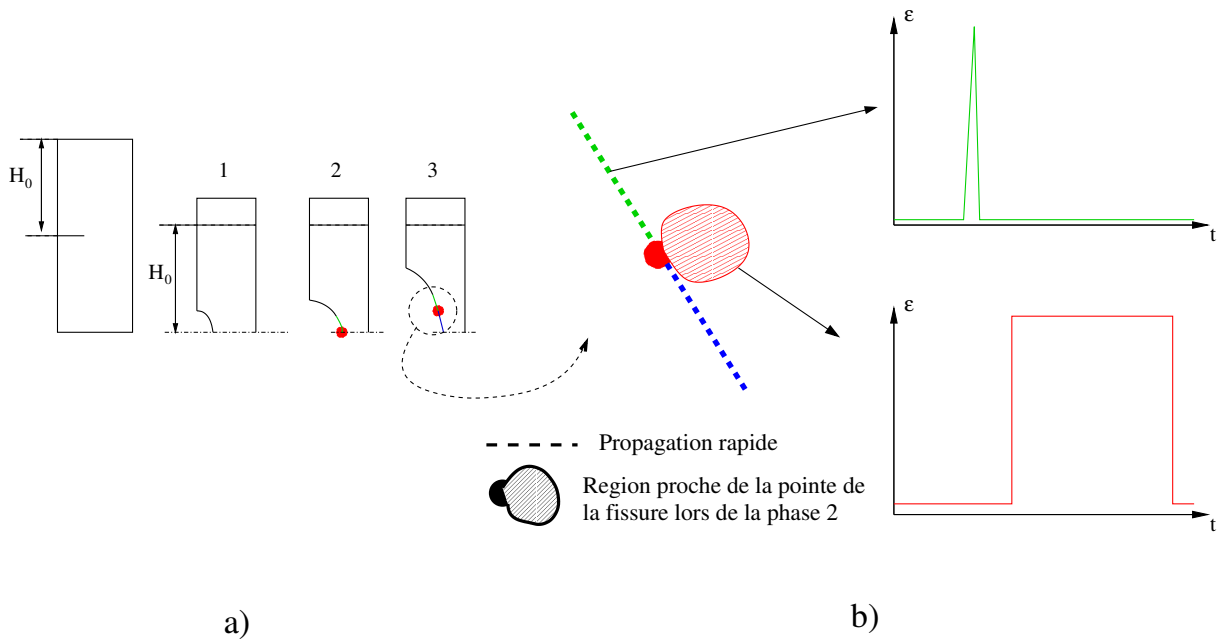


Figure III.31 : Essais de propagation de fissure à déformation imposée.

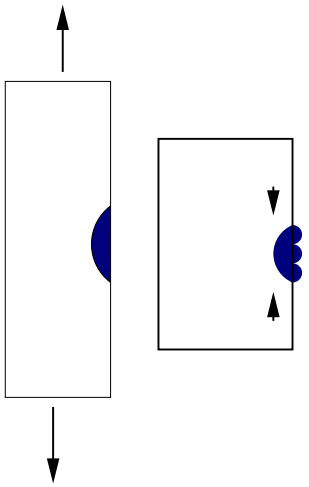
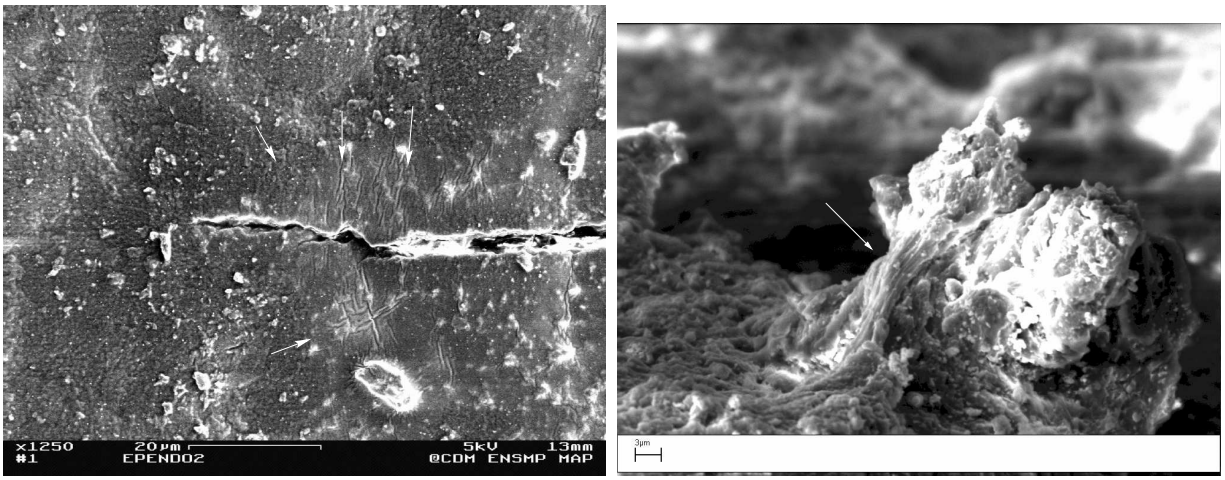


Figure III.32 : Origine de la formation des plis : flambements locaux en présence d'une zone de déformation visqueuse permanente.



(a) (b)

Figure III.33 : Mise en évidence d'une déformation permanente (a) sur les flancs de fissure, (b) sur les faciès de rupture

III.4.5 Mécanisme de propagation de fissures

La figure III.34 représente la pointe de la fissure propagée à R^+. Elle donne une idée précise du mécanisme de propagation. Le premier stade est la nucléation d'une cavité, derrière le front de fissure. Cette cavité croît perpendiculairement au plan de la fissure principale, suivant la direction de traction. La fissure se propage par rupture du ligament séparant le front de fissure de la cavité, depuis la cavité vers le front de fissure (fig. III.34 et III.35). La distance entre le front de fissure et la cavité est de l'ordre de 5μm. Les traces laissées par les précédentes cavités (flèches rouge sur la figure) montrent que ce mécanisme est caractéristique du processus de propagation. Le schéma figure III.36 illustre le mécanisme de propagation proposé. Il est probable que le processus de fissuration par "knotty tearing" se poursuive après la déchirure du ligament.

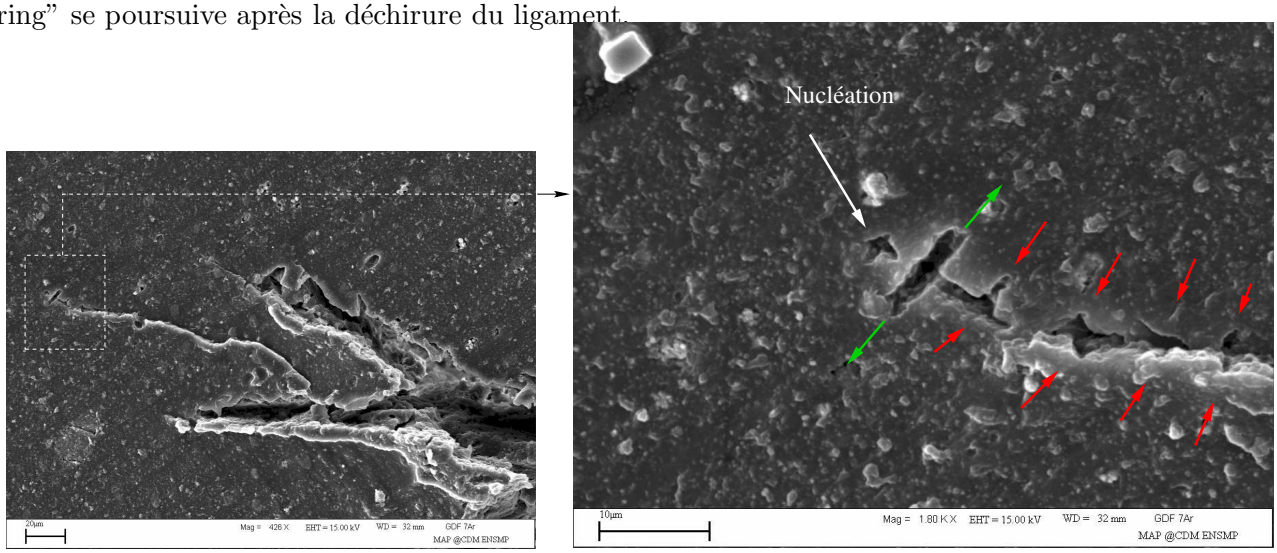


Figure III.34 : Observations en pointe de fissure, en coupe à l'état non déformé. Mise en évidence de la nucléation et de la croissance de cavité derrière le front de fissure.

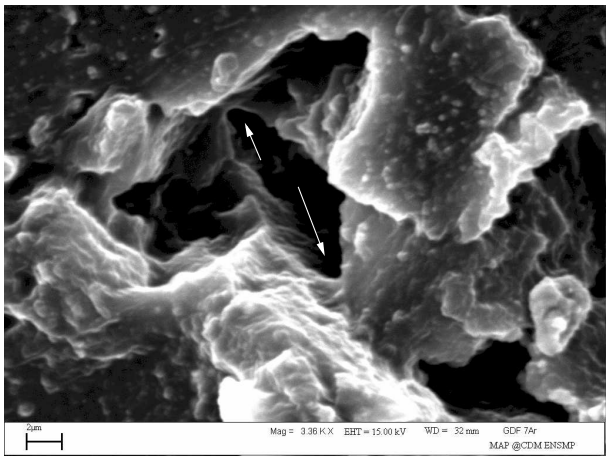


Figure III.35 : Observations en pointe de fissure, en coupe à l'état non déformé. Rupture du ligament en fond de fissure. Les flèches indiquent la partie du ligament en cours de rupture.

L'existence de déformations visqueuses en pointe de fissure permet d'expliquer l'origine de la nucléation derrière le front de fissure. En effet, si l'on suppose un comportement purement élastique,

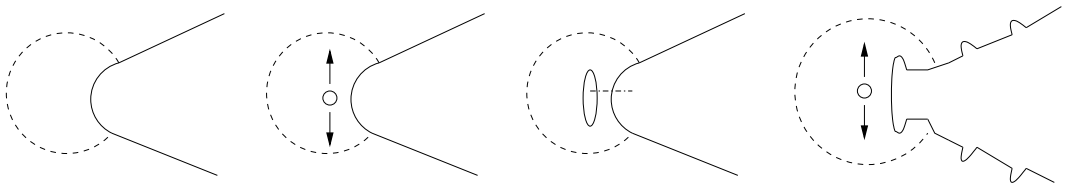


Figure III.36 : Mécanisme de propagation de fissures.

la singularité en pointe de fissure est très forte et la contrainte est maximale à la pointe de fissure. Dans le cas d'un comportement visco-élastique local, le gradient de contrainte peut présenter un maximum décalé par rapport à la pointe de la fissure, du fait de la relaxation des contraintes associée à ce mode de déformation. Ce phénomène de redistribution des contraintes implique cependant des conditions particulières sur le comportement visco-élastique du matériau. L'origine du décalage du point de contrainte maximale, dans le cas de matériaux élastoplastiques, vient de l'émoussement en pointe de fissure. Cet émoussement provoque un gradient du taux de triaxialité. Celui-ci est maximal à une distance d de la pointe de fissure. La déformation inélastique, dépendant surtout du déviateur, est plus importante à la pointe de la fissure. Le taux de triaxialité, plus élevé à mesure que l'on s'éloigne de la pointe de fissure, permet d'atteindre de plus fortes contraintes sans plastifier, d'où un maximum de contrainte décalé.
L'existence de fortes déformations visqueuses permanente en pointe de fissure, laisse penser qu'il existe une certaine similitude entre les deux situations. Il faut pour cela que le terme de relaxation (ou de déformation permanente) associé à la partie déviatorique du tenseur des contraintes soit du premier ordre par rapport à celui associé à sa partie hydrostatique. Cette hypothèse semble raisonnable si l'on se réfère à ce qui est observé sur des matériaux polymères, par exemple le polyéthylène. Ce que nous avons appelé déformation visqueuse permanente précédemment se rapproche, du point de vue du mécanicien, d'un comportement élasto-viscoplastique, bien que les mécanismes mis en jeux soient différents.

La détermination par calcul E.F. de la distance entre ce maximum et la pointe fissure nécessiterait la caractérisation complète du comportement viscoélastique du matériau. Cette caractérisation nous paraît trop éloignée des objectifs de l'étude pour pouvoir être menée ici.

Ces observations confirment l'existence d'un comportement élasto-viscoplastique local du NR dans les zones de fortes concentrations de contraintes, bien que le comportement global puisse être considéré comme hyperélastique.

III.5 Evolution de l'endommagement avec la durée de vie

Nous venons de voir que la création d'une fissure de fatigue de taille conventionnelle 1 millimètre est constituée en grande partie d'une phase de propagation, puisque la taille des défauts varie de 100 à $200\mu m$. Néanmoins, le pourcentage de durée de vie consacré à l'amorçage de la fissure n'est pas identifiable à partir des éléments précédents. Nous allons tenter de répondre à cette question.

III.5.1 Principe

L'objectif ici, est de proposer une méthode permettant de limiter le nombre d'essais à réaliser tout en obtenant un nombre de résultats suffisant pour pouvoir les considérer comme représentatifs du phénomène étudié. Pour cette raison nous avons conçu une éprouvette présentant un gradient de durée de vie contrôlé. Ainsi, lorque l'on effectue l'essai de fatigue, la partie la plus sollicitée de

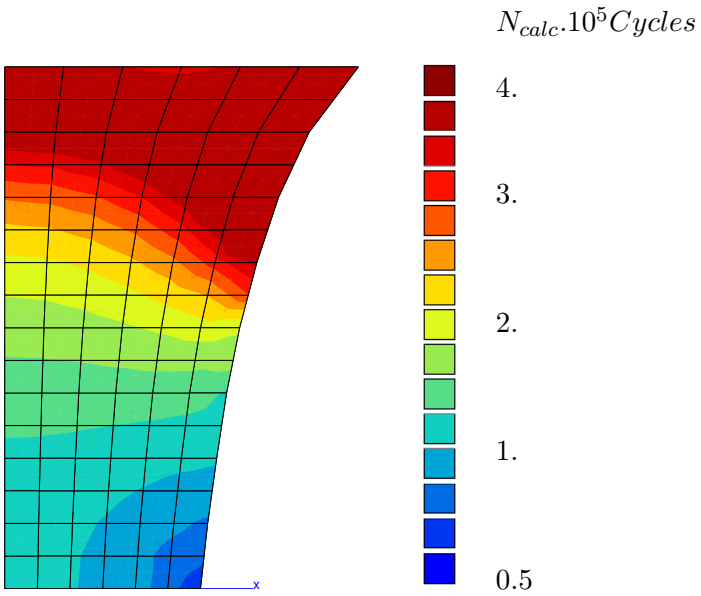


Figure III.37 : Maillage et isodurées de vie pour un essai 0-75N .

l'éprouvette a déjà atteint le nombre de cycle à l'amorçage (100% de la durée de vie) alors que la partie la moins sollicitée n'est qu'à quelques pour-cents de sa durée de vie. Le nombre de cycles à l'amorçage est calculé à partir du critère de fatigue établi au chapitre V. Les essais sont menés sur des éprouvettes haltères obtenues par découpe au jet d'eau dans des plaques identiques à celles utilisées pour les éprouvettes lanières. Le profil des éprouvettes est déterminé à partir du critère de fatigue, de manière à obtenir un gradient de durée de vie le plus linéaire possible. Le schéma des éprouvettes ainsi que les isovaleurs du nombre de cycle à l'amorçage sont donnés figure III.37. Cinq essais ont été réalisés. La découpe au jet d'eau induit une rugosité non négligeable des bords de l'éprouvette. Cette rugosité a été limitée par polissage à basse température. Malgré ces précautions, le bord des éprouvettes reste un lieu privilégié d'amorçage . Les fissures amorçées à partir des rugosités de surfaces ne seront pas prises en compte dans les résultats. L'essai est arrêté, soit lorsque le nombre de cycles prédit par le modèle est atteint, soit lorsqu'une fissure a atteint une taille de l'ordre du millimètre. Les éprouvettes sont ensuite observées au MEB sous légère tension. Lorsqu'un amorçage est repéré on relève sa position et la taille de la fissure est mesurée. On détermine ensuite le noeud du maillage le plus proche de la position de la fissure, ce qui permet de calculer le rapport entre la durée de vie expérimentale et la durée de vie calculée. Idéalement, il faudrait retrancher, à ces mesures, la taille initiale du défaut. Le défaut n'étant pas systématiquement visible, c'est la longueur totale de la fissure qui sera prise en compte. Le paragraphe qui suit synthétise ces résultats.

III.5.2 Résultats

La figure III.38 représente l'évolution des longueurs de fissures avec le rapport $\frac{N_{exp}}{N_{calc}}$. La dispersion est assez importante et on ne peut obtenir de relation univoque entre $\frac{N_{exp}}{N_{calc}}$ et la longueur des fissures. La dispersion en taille des hétérogénéités explique en grande partie cette dispersion (la taille de la fissure à un instant donné dépend de la taille du défaut initial). Cependant, aucune fissure n'a été détectée dans la zone de l'éprouvette où la durée de l'essai représente moins de 20% de la durée de vie calculée. De plus, il semble être possible de tracer une courbe enveloppe fixant la taille limite des fissures à un rapport $\frac{N_{exp}}{N_{calc}}$ donné. Cette courbe est représentée en pointillés figure III.38. L'intersection de cette courbe avec l'axe $x = 20\%$ donne une taille initiale de défaut de 120μm, ce qui est cohérent avec

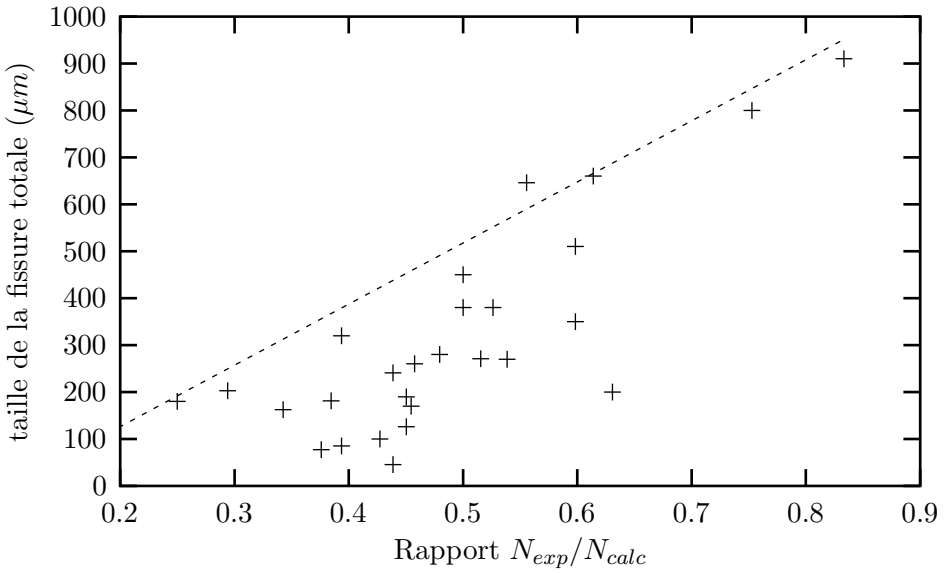


Figure III.38 : Evolution de la taille des fissures avec le rapport $\frac{N_{exp}}{N_{calc}}$.

l'ordre de grandeur des particules présentes dans le matériau.
On retiendra donc une valeur de l'ordre de 20% de la durée de vie nécessaire pour atteindre le premier stade de l'amorçage des fissures.

III.6 Observation des faciès de rupture

III.6.1 Nature des particules

L'observation au M.E.B. des zones d'amorçage permet, dans la plupart des cas, de localiser le défaut à l'origine de la fissuration. Nous proposons donc, lorsque cela est possible, de déterminer la nature des inclusions à l'origine de l'amorçage.

Nous avons utilisé la spectrométrie à dispersion d'énergie qui équipe le M.E.B. Gemini afin de déterminer la composition des inclusions. L'information que l'on obtient est surfacique (la profondeur de pénétration est de l'ordre de 1μm) et semi-quantitative (seule la microsonde de Castaing permet d'effectuer une analyse quantitative). Les tensions d'accélération que nous utilisons habituellement pour les élastomères ne permettent pas d'obtenir un rendement énergétique suffisant pour les analyses. Nous utiliserons donc des tensions d'accélération de 15 à 20 kV pour ces analyses. Les analyses sont réalisées en mode ponctuel : le balayage est arrêté et le faisceau positionné dans la zone d'intérêt. Le dosage du carbone est assez délicat même d'un point de vue purement qualitatif et les teneurs affichées surestiment toujours la teneur réelle.
Prenons l'exemple de l'essai AE2-TC-15. L'éprouvette a été découpée au cutter suivant le plan de la fissure d'amorçage . La figure III.39 montre que le front de fissure est semi-circulaire et qu'il est possible de distinguer, au centre de ce demi-cercle, une zone claire à l'origine de l'amorçage . L'observation à plus fort grossissement montre qu'il s'agit d'un agglomérat de noirs de carbone. La faible différence de nature chimique entre la matrice et l'inclusion explique la faible différence de contraste sur l'image M.E.B. . Cette inclusion appartient à la première famille de défauts que nous avons déjà rencontrée, constituée d'agglomérats de noirs de carbones et éventuellement d'oxyde de zinc.
La seconde famille d'inclusions est représentée figure III.40(a). Leur taille varie de 100 à 200μm.

L'analyse E.D.S. de la surface de ces inclusions donne 98% en atomes de carbone et quelques pourcents pour le zinc et l'oxygène. A certains endroits, il est possible de distinguer des particules facettées (voir figure III.40(b)), parallélipipédique ou hexagonales, dont la taille varie de 10 à 20μm. L'analyse E.D.S. de ces particules donne, en atomes, 31% de carbone, 18% de calcium, 50% d'oxygène et 1% d'oxyde de zinc : il s'agit de particules de carbonate de calcium $CaCO_3$. Le carbonate de calcium est une des charges inertes qui peuvent être ajoutées aux mélanges. Il est obtenu soit par broyage et séparation granulométrique à partir de sédiments calcaires naturels soit par précipitation. Dans le cas présent, la taille des cristaux correspond à celle de carbonates de calcium obtenus par broyage. Un défaut de broyage peut expliquer la présence de tels agglomérats. La nature de l'enveloppe qui les recouvre est difficile à déterminer par analyse E.D.S. mais son apparence feuilletée ne laisse pas penser à de la gomme. Le même type de particule est à l'origine de l'amorçage pour l'essai DIAB-TC-$NS_{OO}7$ (voir figure III.41). Dans ce cas, l'inclusion est située au niveau du joint. Pour ces deux essais, l'amorçage se produit par décohésion entre l'inclusion et la matrice. Ceci n'est pas surprenant puisque la littérature attribue à ces charges un très faible pouvoir renforçant.

La troisième famille d'inclusions que nous avons rencontrée est celle des particules à base de silice. Le premier exemple a été donné précédemment dans le cas de la rupture par décohésion figure III.24, chapitre III.3.2 : il s'agit de la silice pure, SiO_2 (voir également figure III.42). Deux autres types d'inclusions à base de silice ont été mis en évidence. Le premier est illustré figure III.43. La surface de l'inclusion présente de nombreuses arrêtes et aspérités. La particule est partiellement recouverte d'élastomère. L'analyse E.D.S. donne une forte teneur en silice (18% en atome), oxygène (44% en atome) et carbone (28% en atome). On trouve également des faibles pourcentages d'aluminium (3% en atome) de zinc (2% en atome) et de potassium (2% en atome). Cette composition est assez proche de celle de la silice pure. Cependant, la présence d'aluminium laisse plutôt penser à un silicoaluminate de sodium. Il résulte de l'action du sulfate d'aluminium sur un silicate de sodium et sa composition est connue pour être très proche des silices précipitées[27]. Le dernier type de particule à base de silice est illustré figure III.44. La surface de l'inclusion est beaucoup moins irrégulière que dans le cas précédent. L'analyse E.D.S révèle une teneur équivalente en aluminium et en silice ainsi qu'une forte teneur en oxygène. Il s'agit très probablement d'une particule de kaolin $[Al_4(OH)_8(Si_40_{10})]$ (famille des kaolinites). Les kaolins sont généralement obtenus à partir de silicates d'aluminium hydratés, en provenance de gisements naturels, ce qui peut expliquer la présence, en faible teneur ($< 1\%$), de Fe ou de Mg. On remarquera que l'ensemble des particules à base de silice donnent lieu à des ruptures de type décohésion. En effet, la littérature souligne la difficulté à intégrer les silices et silicoaluminates aux mélanges, en raison de leur degré élevé de structure et de la faible compatibilité des groupements hydroxyles superficiels avec les chaînes hydrocarbonées.

Nous avons également rencontré des inclusions dont la surface est parfaitement plane et présente un motif écaillé (voir figure III.45). L'analyse E.D.S. ne révèle pas la présence d'éléments autres que le carbone (97% en atomes). On peut alors évoquer la présence de plaquettes de graphite qui seraient incorporées au mélange au moment de l'ajout des noirs de carbones. Cette hypothèse reste à confirmer.

La dernière famille d'inclusions est celle dans laquelle nous regrouperons l'ensemble des particules pour lesquelles l'analyse E.D.S. ne permet pas de trancher. Leurs formes sont assez diverses, un exemple est donné figure III.46. L'analyse E.D.S. à la surface de la première inclusion donne une composition de 90% en atomes de carbone, 6% en soufre et 2% en oxygène. Le soufre et l'oxygène proviennent probablement de trace d'élastomère à la surface de la particule. Pour la nature de l'inclusion, rien ne nous permet de conclure, ni sa forme, ni sa composition.
Enfin, dans certains cas, la composition et l'aspect de la surface des particules sont très proche de

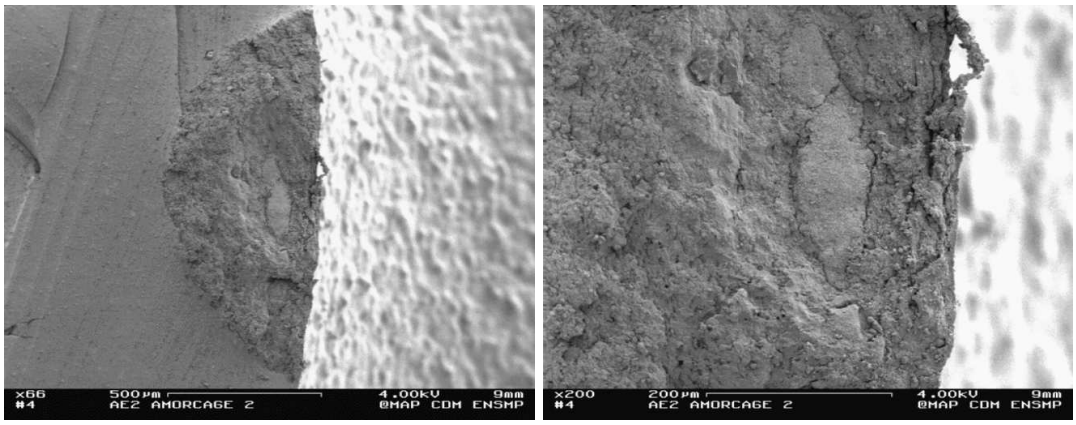
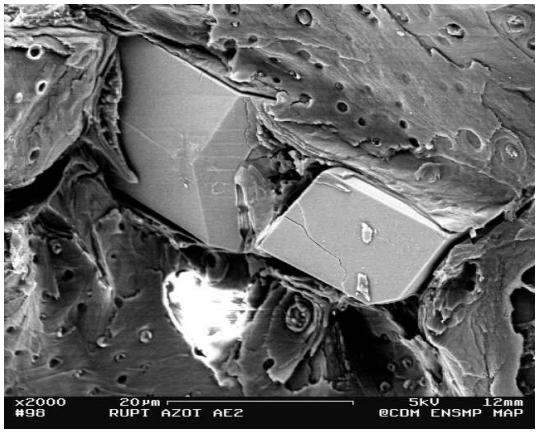


Figure III.39 : Faciès de rupture sur éprouvette axixsymétrique AE2 (essais AE2-TC-15). Amorçage sur un agglomérat de noirs de carbone

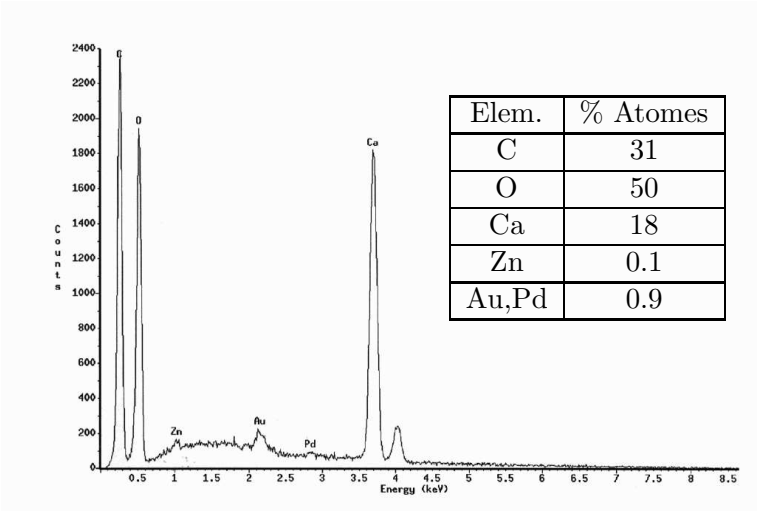
celle de la gomme. Il s'agit des particules présentant une interface gomme-inclusion suffisamment résistante pour que la propagation se fasse dans la matrice, juste au-dessus de l'inclusion, sans zone de décohésion.

Les analyses E.D.S. ont permis de déterminer la nature de quasiment toutes les inclusions dans le cas où le mode de rupture associé est la décohésion. Ces inclusions ne sont pas systématiquement mentionnées dans la composition du matériau mais font partie des charges que l'on trouve généralement dans les élastomères. La taille de ces inclusions est anormalement élevée par rapport aux données de la littérature, ce qui laisse penser que ces particules ne sont pas volontairement incorporées aux mélanges.

(a) Particule

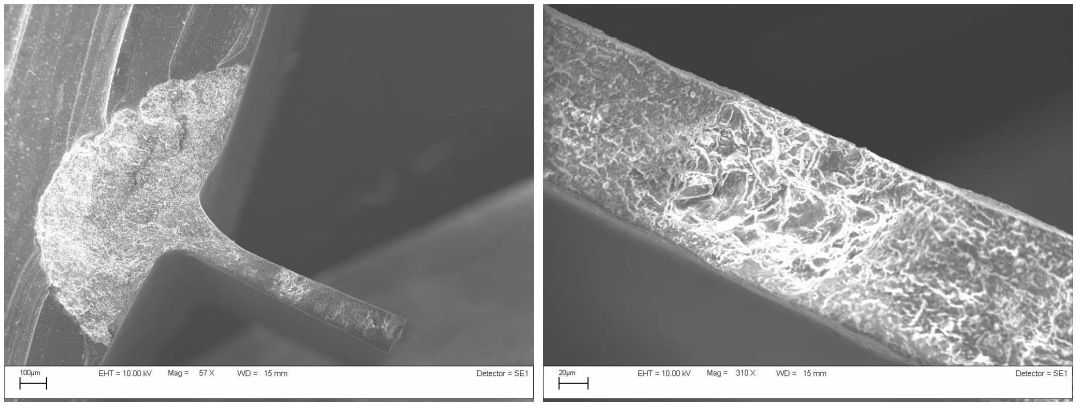


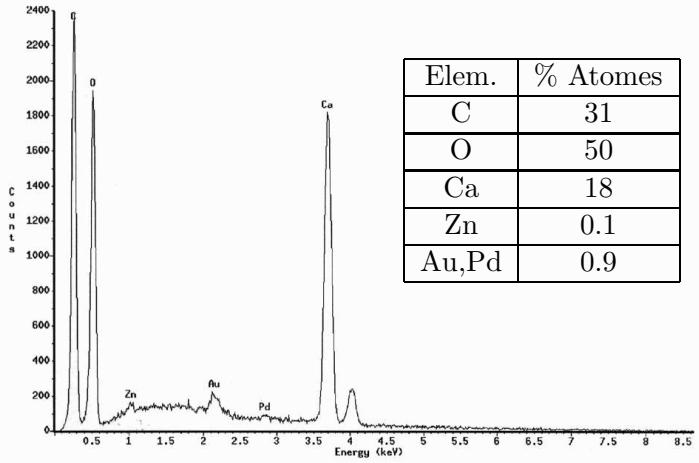
(b) Cristaux de $CaCo_3$



Elem.	% Atomes
C	31
O	50
Ca	18
Zn	0.1
Au,Pd	0.9

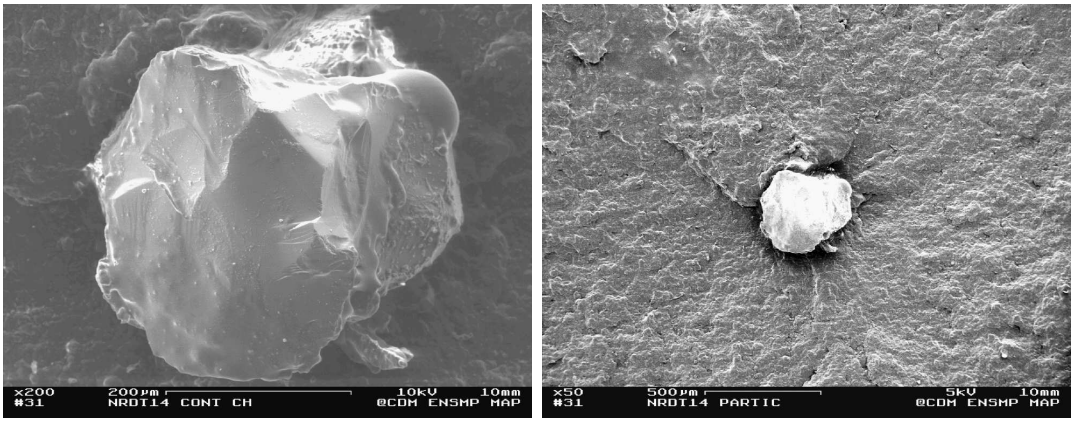
Figure III.40 : Particule constituée de cristaux de $CaCo_3$. Essai DIAB-TC-38n

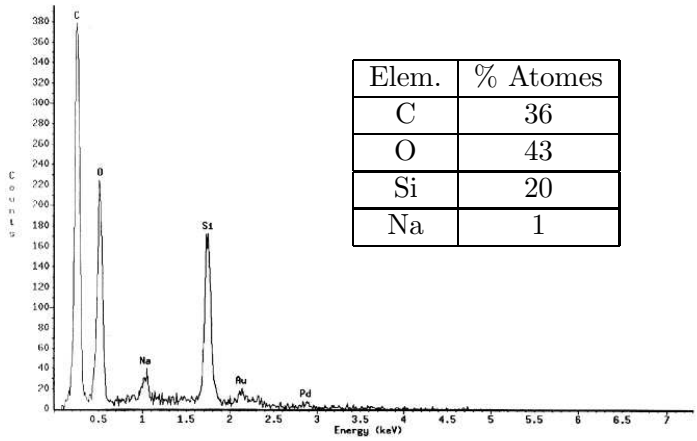




Elem.	% Atomes
C	31
O	50
Ca	18
Zn	0.1
Au,Pd	0.9

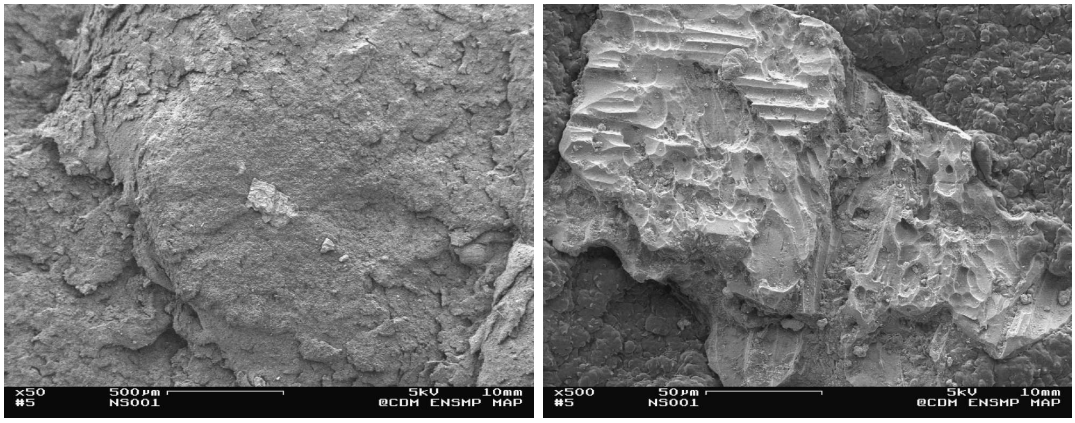
Figure III.41 : Amorçage sur joint de l'essai DIAB-TC-37n. Agglomérat de $CaCO_3$ à l'origine de la rupture.

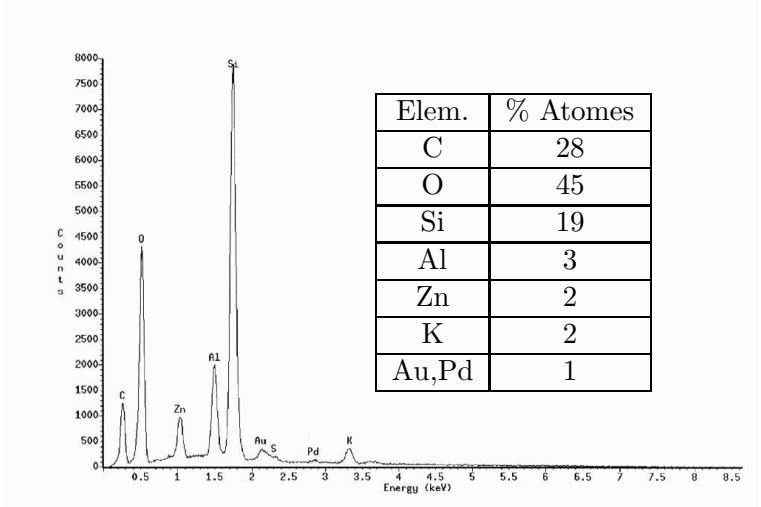




Elem.	% Atomes
C	36
O	43
Si	20
Na	1

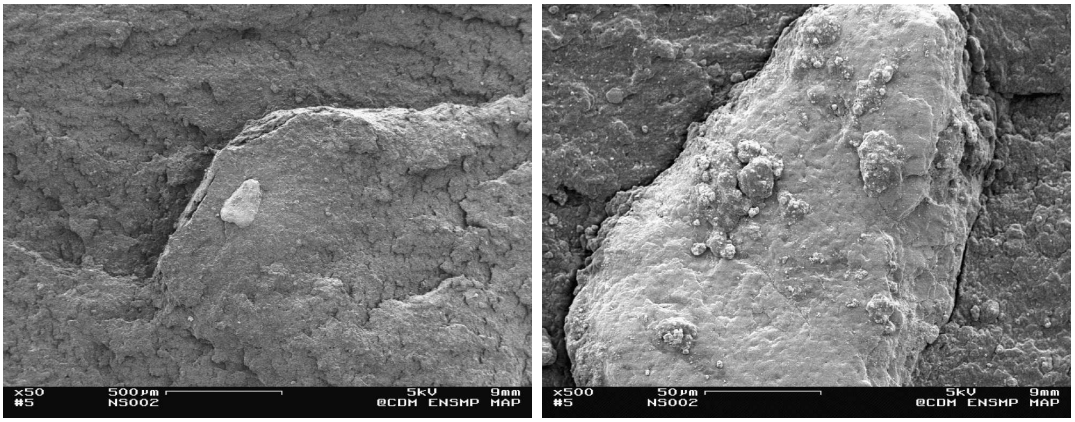
Figure III.42 : Particule de SiO_2 à l'origine de l'amorçage sur l'essai DIAB-TC-14n.

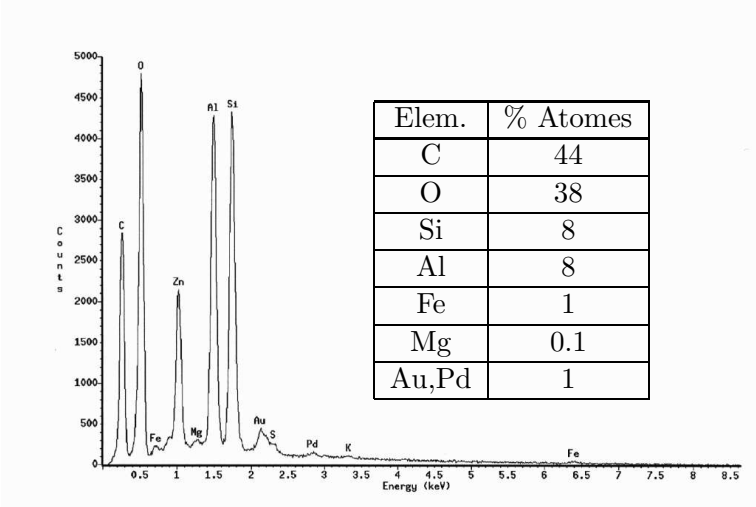




Elem.	% Atomes
C	28
O	45
Si	19
Al	3
Zn	2
K	2
Au,Pd	1

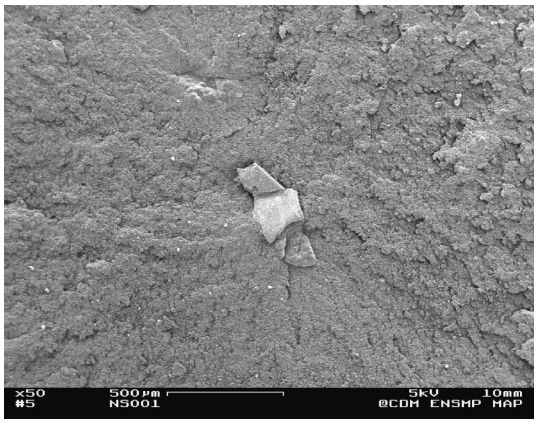
Figure III.43 : Aluminosilicate. Essai DIAB-TSTTC-10

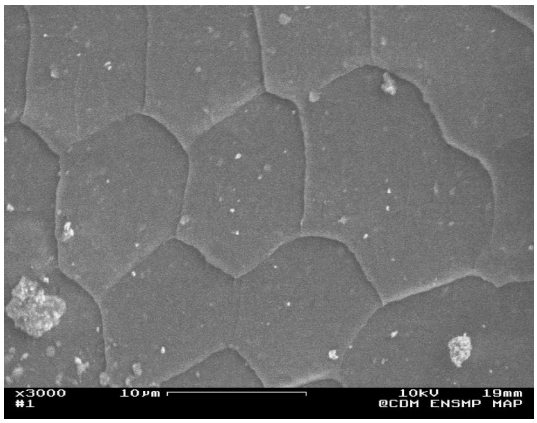


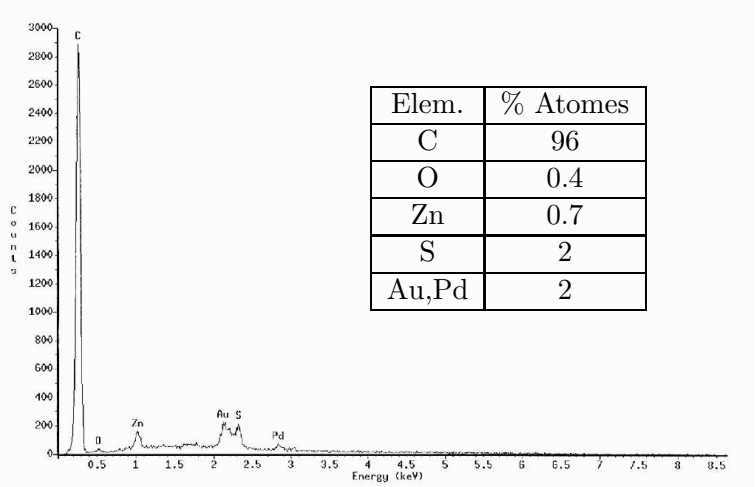


Elem.	% Atomes
C	44
O	38
Si	8
Al	8
Fe	1
Mg	0.1
Au,Pd	1

Figure III.44 : Particule de kaolin. Essai DIAB-TSTTC-10

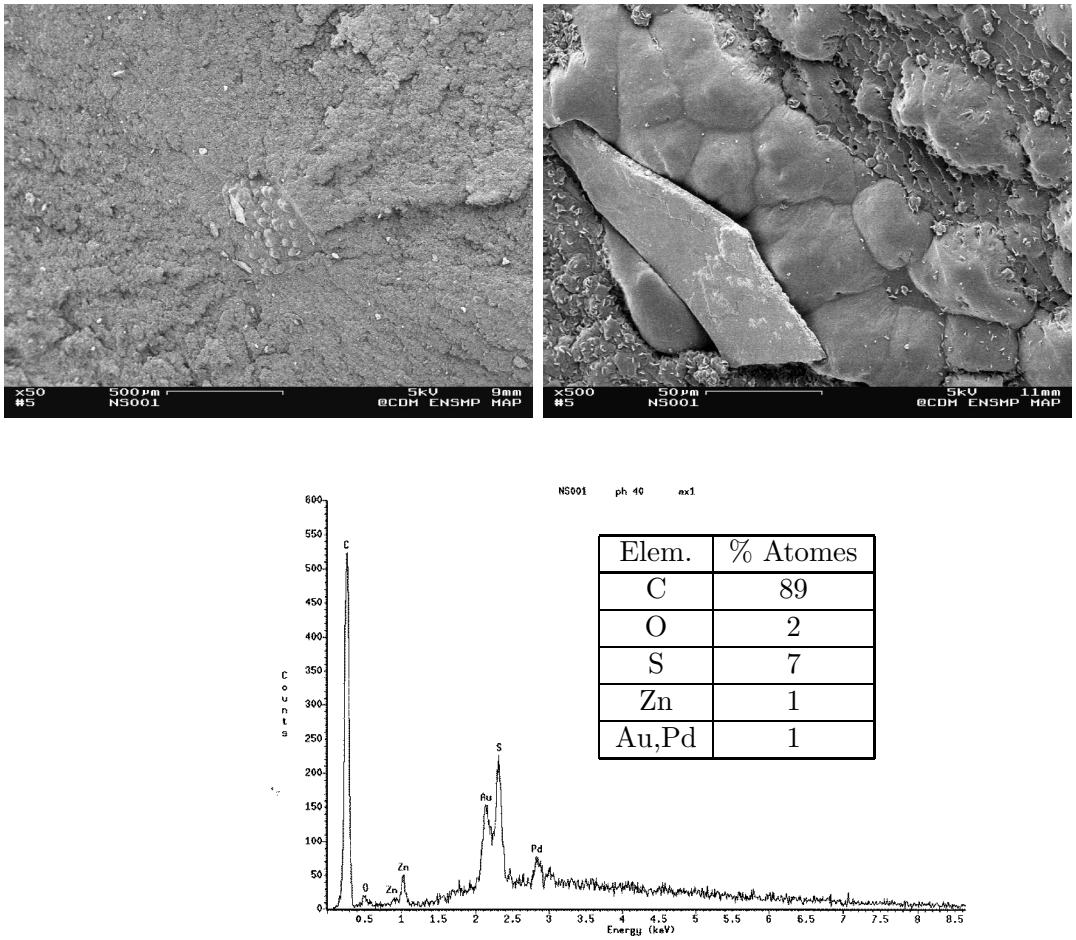






Elem.	% Atomes
C	96
O	0.4
Zn	0.7
S	2
Au,Pd	2

Figure III.45 : Particule (NdC graphitique) à l'origine de l'amorçage de l'essai DIAB-TSTTC-9.



Elem.	% Atomes
C	89
O	2
S	7
Zn	1
Au,Pd	1

Figure III.46 : Particule présente sur le faciès de rupture de l'essai DIAB-TSTTC-9.

III.6.2 Localisation des amorçages

La synthèse des essais de fatigue sur Diabolo confirme les résultats de la précédente étude. Les amorçages se situent pour 95% des cas en surface et pour les deux tiers d'entre eux dans la zone de concentration de contrainte induite par le raccordement entre la partie cylindrique et les congés.

Dans le cas des essais de traction-compression et de torsion sur éprouvettes axisymétriques entaillées, l'amorçage se localise à proximité immédiate du fond d'entaille, dans la zone de concentration de contrainte. Expérimentalement, il est difficile, voire impossible, d'établir un protocole permettant de mesurer précisément la position de l'amorçage par rapport au fond d'entaille. Cependant, les observations montrent que la totalité des amorçages se situent dans une bande de 400μm autour du fond d'entaille pour l'éprouvette AE2 comme AE5. Aucun amorçage n'a été détecté en interne sur AE2 comme sur AE5.

Le cas des essais de traction-compression et torsion statique sur Diabolo est particulier. Dans ce cas, les amorçages apparaissent **systématiquement en interne**. L'amorçage interne des fissures est caractéristique de ce type d'essais et n'a rien à voir avec les quelques amorçages internes observés pour les essais de traction-compression. Nous verrons par la suite comment il est possible d'interpréter et de prendre en compte cet amorçage interne.

III.7 Orientations des fissures

Le cas de la traction-compression est simple puisque l'amorçage apparaît perpendiculairement à la direction de traction. Cette direction correspond à un mode d'ouverture et une propagation de fissure en mode I. Les orientations de fissures dans le cas des essais de traction-compression et torsion statique sur Diabolo et de torsion sur éprouvette AE2 sont plus complexes et méritent que l'on s'y attache plus particulièrement.

III.7.1 Essais de traction-compression et torsion statique

Pour ces essais, l'amorçage étant interne, la mesure de l'orientation des fissures est réalisée post-mortem. Les facies de ruptures montrent que la fissure propage perpendiculairement à l'axe du Diabolo pendant la majeure partie de l'essai. Lorsque la fissure approche de la surface extérieure, elle bifurque dans une direction parallèle à l'axe du Diabolo (voir figure III.47). La bifurcation semble d'autant plus marquée que l'angle de torsion statique est important. On obtient alors des surfaces de rupture concaves ou convexes en fonction de la partie de l'échantillon observée.

III.7.2 Essais de torsion sur éprouvette axisymétriques AE2

Nous présentons dans un premier temps les essais de type $0 - \theta_1$ qui nous fournissent de précieuses informations pour comprendre les autres types d'essais.

La figure III.48(a) représente une éprouvette AE2 après un essai de torsion 0-100 degrés. Les fissures sont orientées d'un angle α par rapport à l'axe de l'échantillon. Si l'on considère un essai de torsion en petites déformations, l'orientation de la plus grande contrainte principale est à 45 degrés de l'axe de rotation. Or, sans mesure particulière, on constate (fig. III.48(a)) que l'angle des fissures diffère assez nettement de cette valeur de 45 degrés. Nous nous proposons donc d'une part

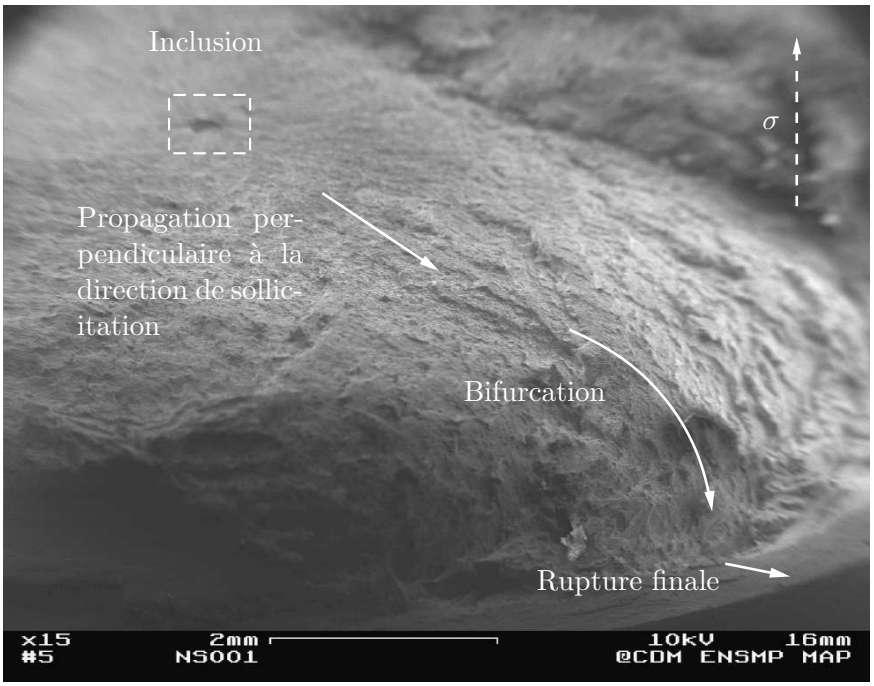
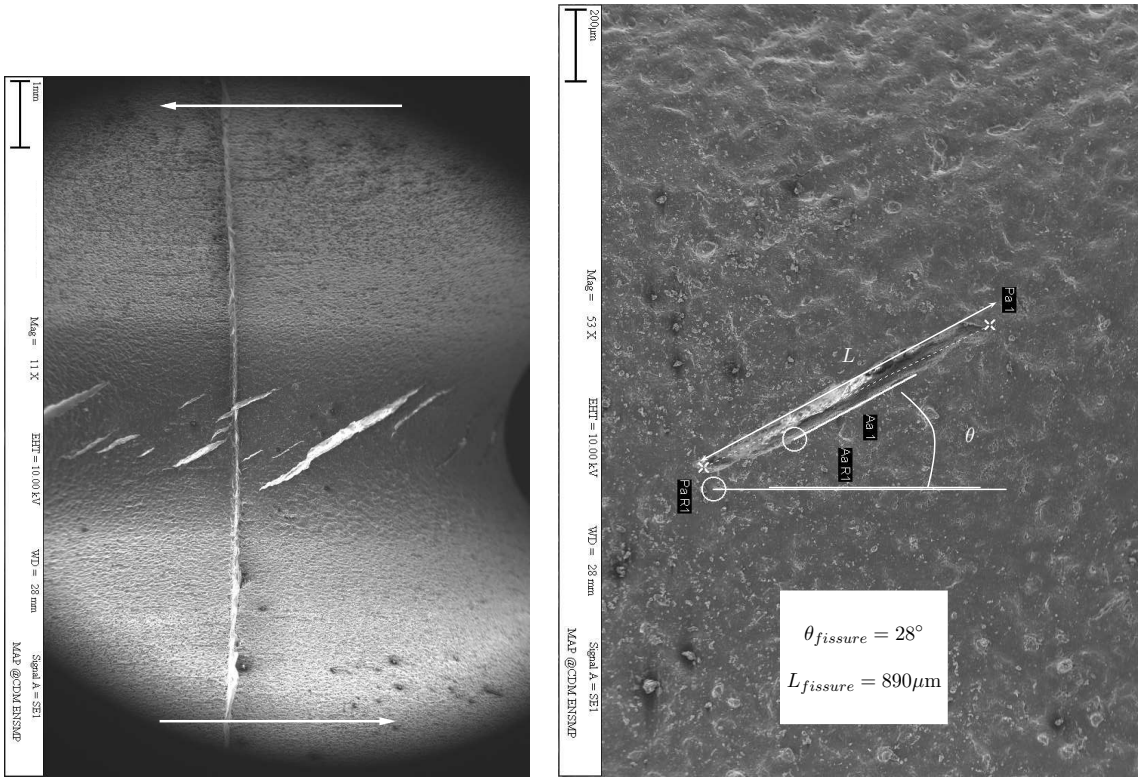


Figure III.47 : Facies de rupture d'une éprouvette en torsion statique et traction compression. Mise en évidence de la bifurcation à l'approche de la surface (essai DIAB-TSTTC-10).

de déterminer l'orientation de la plus grande contrainte principale[1] (contraintes exploitées en post-traitement) lors d'un essai de torsion en grandes déformations et d'autre part de mesurer précisément l'angle des fissures par rapport à l'axe de l'échantillon.
L'orientation de la plus grande contrainte principale est obtenue après le calcul E.F. 3D de l'essai de torsion, en post-processeur. Le post-processeur permettant le calcul des contraintes principales a été modifié afin qu'il fournisse, à l'utilisateur, les contraintes principales et les vecteurs propres associés. L'angle de la plus grande contrainte principale par rapport à l'axe de l'échantillon (θ_{σ^P}) est obtenu directement à partir des coordonnées du vecteur propre associé. Le calcul et le dépouillement sont fait aux noeuds.
La mesure de l'orientation des fissures est réalisée au M.E.B. . On détermine l'angle entre la fissure et la perpendiculaire à l'axe de l'échantillon. La détermination de la direction de référence (axe de l'échantillon) et la mesure des angles doivent se faire à distance de travail constante (la netteté sur l'échantillon se fait alors à l'aide du déplacement en z). Dans le cas contraire, la modification de la distance de travail pourrait induire une rotation parasite non négligeable. L'angle est mesuré en utilisant les fonctionalités du logiciel d'exploitation du Leo auquel on indique deux directions, en l'occurrence celle de la fissure et celle de la perpendiculaire à l'axe de l'échantillon (toute deux sont symbolisées par des lignes blanche sur la figure III.48(b)). Les mesures sont effectuées sous légère traction. Le déplacement imposé aux tête de l'éprouvette est de 1.5 millimètres, ce qui correspond à une déformation axiale en fond d'entaille de l'ordre de 15%. Les angles mesurés doivent alors être corrigés pour prendre en compte cette légère traction.

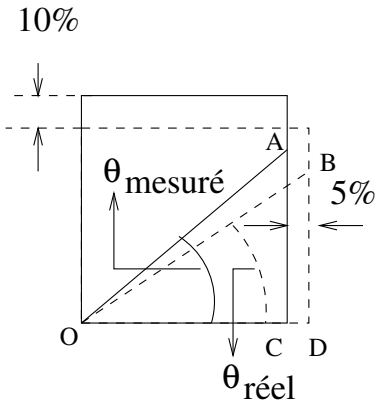
[1] Sauf indiquation contraire, le terme de contrainte principale sous-entend systématiquement contrainte principale de Cauchy.



(a) Multi-fissuration en fond d'entaille

(b) Mesure de l'angle

Figure III.48 : Fissures sur AE2 en torsion 0-100° (essai AE2-TOR-15).



Correction apportée à l'angle mesuré.

La relation entre l'angle mesuré et réel est donnée par :

$$\theta_{\text{réel}} = atan\left[\frac{DB}{OD}\right]$$

$$\theta_{\text{réel}} = atan\left[\frac{AC}{1.15} * \frac{1}{OC * 1.07}\right]$$

$$\theta_{\text{réel}} = atan\left[\frac{1}{1.15 * 1.07} tan(\theta_{\text{mesuré}})\right] \qquad \text{(III.6)}$$

Les différents angles sont représentés figure III.49 et la figure III.50 compare les résultats des mesures à ceux des calculs. L'angle entre la plus grande contrainte principale et l'axe de l'échantillon n'est de 45° qu'aux petites déformations et diffère très nettement de cette valeur dès 10° de torsion. Cette déviation peut être très importante puisque θ_{σ^P} varie de 47° pour 10° de torsion à 66° pour 150° de torsion. L'orientation de la normale aux fissures est très différente de celle des contraintes principales, avec près de 50° d'écart pour un essai 0-100°. Ces résultats semblent remettre en question les conclusions précedentes sur la création de fissures suivant un mode d'ouverture. La raison est que nous avons ommis de prendre en compte les grandes déformations et en particulier les rotations

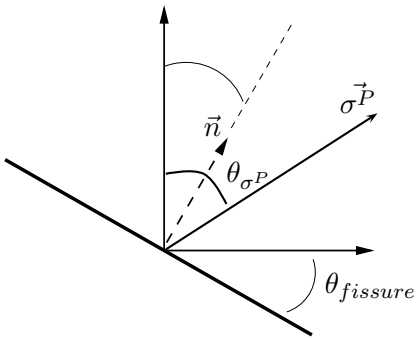


Figure III.49 : Définition des angles mesurés et calculés.

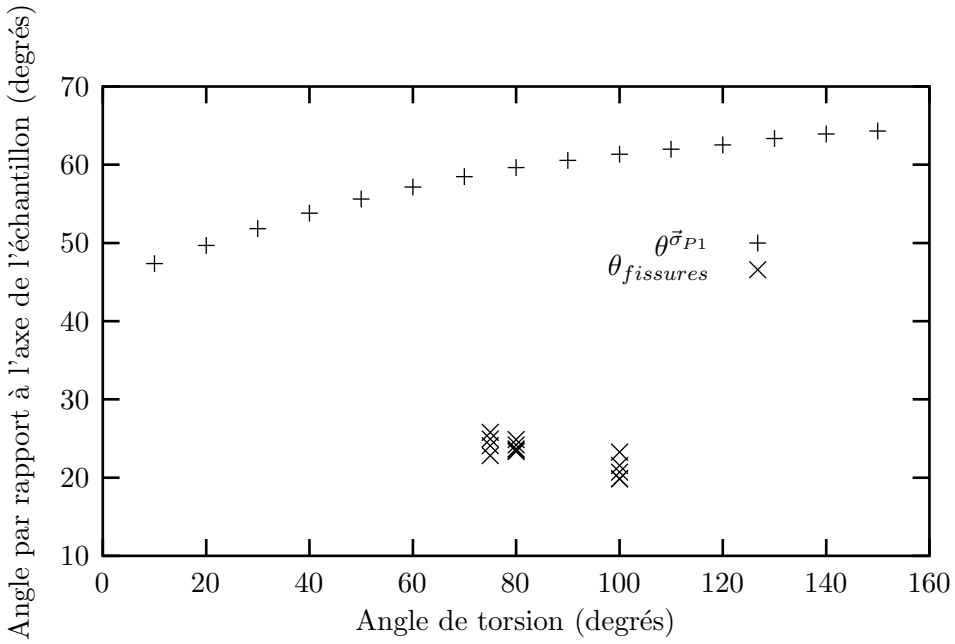


Figure III.50 : Comparaison entre l'orientation de la normale aux fissures (état non-déformé) et l'orientation de la plus grande contrainte principale (état déformé) pour un essai de torsion sur AE2.

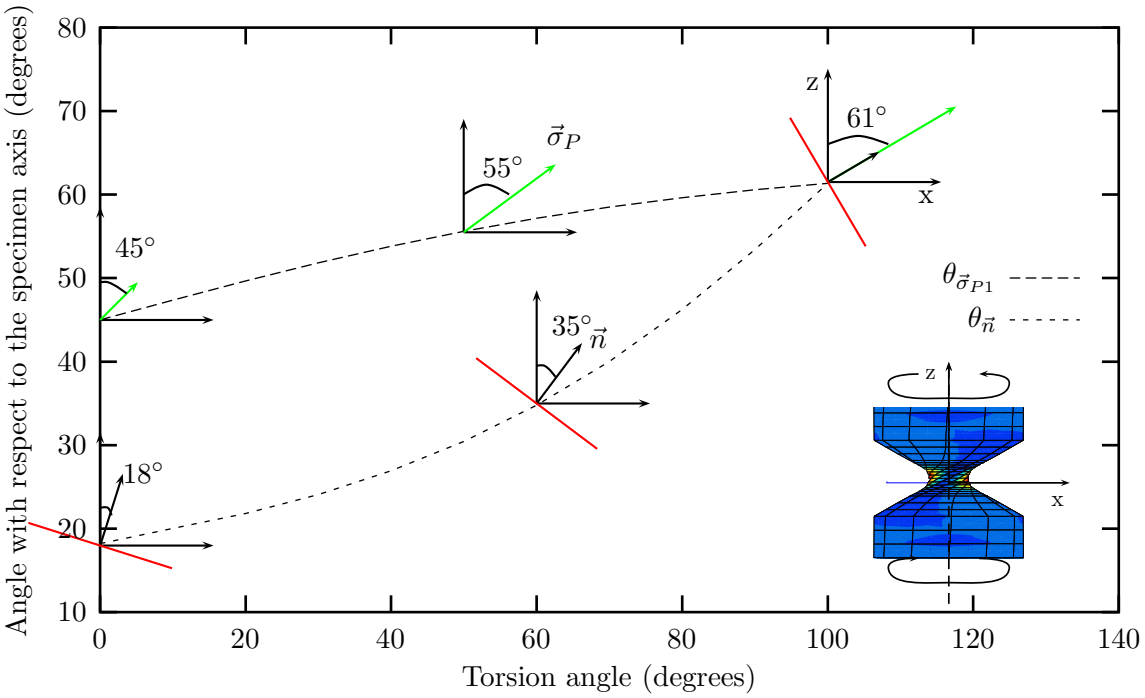


Figure III.51 : Comparaison entre la rotation de $\sigma^{\vec{P}_1}$ et les rotations matérielles pour un essai de torsion $0 - 100°$.

matérielles. On entend par rotation matérielle, la rotation que les vecteurs matériels (attachés à la matière) subissent au cours de l'essai.
Prenons l'exemple d'un essais 0-100 degrés. Les mesures d'orientations de fissures sont réalisées dans la configuration non déformée. Le calcul de $\theta^{\vec{\sigma}_{P1}}$ est fait à partir du résultat du calcul E.F., en configuration déformée. Pour pouvoir comparer l'orientation des fissures (plans matériels) avec la direction du vecteur associé à la plus grande contrainte principale ($\vec{\sigma}^{P_1}$), il faut déterminer l'orientation, en configuration non déformée, du plan qui, en configuration déformée, possède la normale colinéaire à $\sigma^{\vec{P}_1}$. Il faut alors considérer le vecteur contrainte principale comme un vecteur matériel et lui appliquer la loi de transport depuis la configuration déformée vers la configuration non déformée (le détail des calculs sera donné par la suite, partie VI.2). La figure III.51 permet de visualiser la rotation de $\vec{\sigma}^{P_1}$ ainsi que la rotation matérielle du plan dont la normale est colinéaire à $\vec{\sigma}^{P_1}$ en position déformée. Le trait rouge représente un plan matériel (par exemple une fissure). On constate que les rotations matérielles sont particulièrement importantes puisque le plan orienté à 61° de l'axe en position déformée se retrouve à 18° de ce dernier en position non déformée. La normale à ce plan coïncidant à la plus grande contrainte principale en position déformée (essai 0-100°), c'est cet angle de 18° qu'il faut comparer aux mesures d'angles des fissures.

Nous avons vu au chapitre III.6.2 que l'amorçage n'était pas localisé strictement au fond d'entaille mais dans une bande de dispersion de l'ordre de 400μm autour de ce dernier. Nous dépouillerons donc les résultats à deux noeuds du maillage, le premier situé sur le fond d'entaille (N_{3423}), le second à 400μm de celui-ci, suivant l'axe de l'éprouvette (N_{3748}).

Les résultats sont donnés figure III.52. L'angle $\theta^\star$ représente l'angle entre l'axe de l'échantillon et le vecteur contrainte principale après la correction de la rotation matérielle. On estime l'erreur commise sur la mesure de l'angle à 2.5%. On constate qu'il existe une bonne corrélation entre l'orientation des

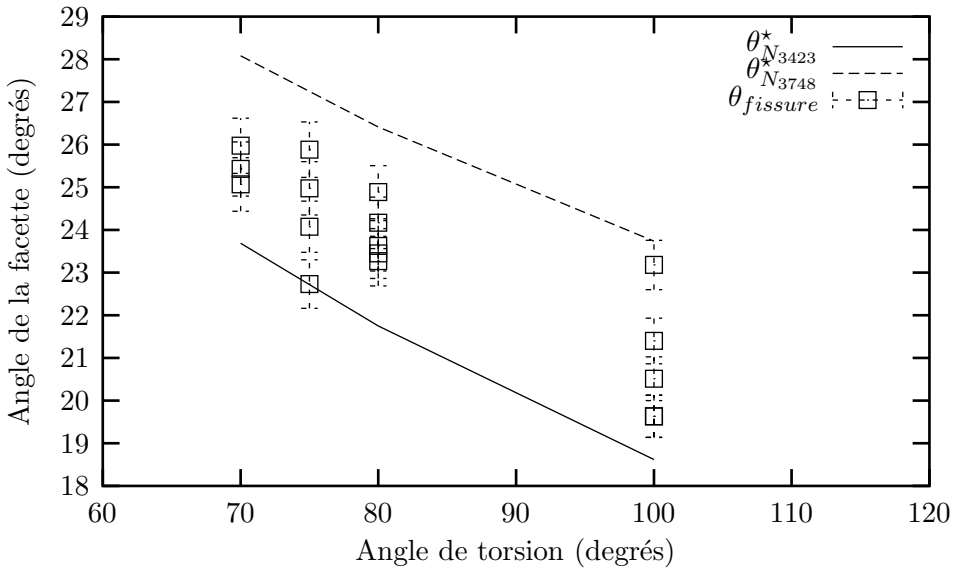


Figure III.52 : Comparaison entre l'orientation des fissures et l'orientation de la plus grande contrainte pincipale avec prise en compte des rotations matérielles (résultats en configuration non-déformée).

fissures et celle de la plus grande contrainte principale.

Nous venons de le voir, pour un essai 0-θ la normale au plan des fissures ne correspond à la direction de la contrainte principale qu'au niveau de déformation maximal. Ceci implique que le cisaillement sur ce plan est non nul pendant la quasi totalité du cycle (fig. III.53). La valeur du cisaillement est non négligeable puisque le cisaillement maximal au cours d'un essai 0-100° est de l'ordre de 1MPa pour une contrainte normale maximale de 4MPa. L'orientation des fissures étant bien déterminée par la plus grande contrainte principale, on peut conclure que **le cisaillement moyen comme l'amplitude de cisaillement ne semblent pas jouer de rôle particulier dans le processus de propagation de fissures**.

Trois points sont à souligner au niveau de ces résultats :

- La rotation du repère des contraintes principales est très différente des rotations matérielles,
- Les rotations matérielles sont très importantes puisque, pour une rotation de 100°, un vecteur matériel orienté à 61° par rapport à l'axe de l'échantillon, en position déformée, se retrouve à 18° de cette même direction en position non déformée,
- A condition de prendre en compte les rotations matérielles, **la direction du maximum de la plus grande contrainte principale au cours du cycle correspond bien à la direction des normales aux plans des fissures**. La propagation des fissures se fait donc en mode d'ouverture.
- Le cisaillement moyen comme l'amplitude de cisaillement ne semblent pas jouer de rôle particulier dans le processus de propagation de fissures.

Le cas des essais de torsion alternée peut maintenant être abordé. Nous avons vu que ces essais donnent lieu à une fissuration perpendiculaire à l'axe de l'échantillon. Au cours d'un cycle, la plus grande contrainte principale oscille entre $+\theta_{\sigma_P}$ et $-\theta_{\sigma_P}$ (nomentlature de la figure III.49). On a donc

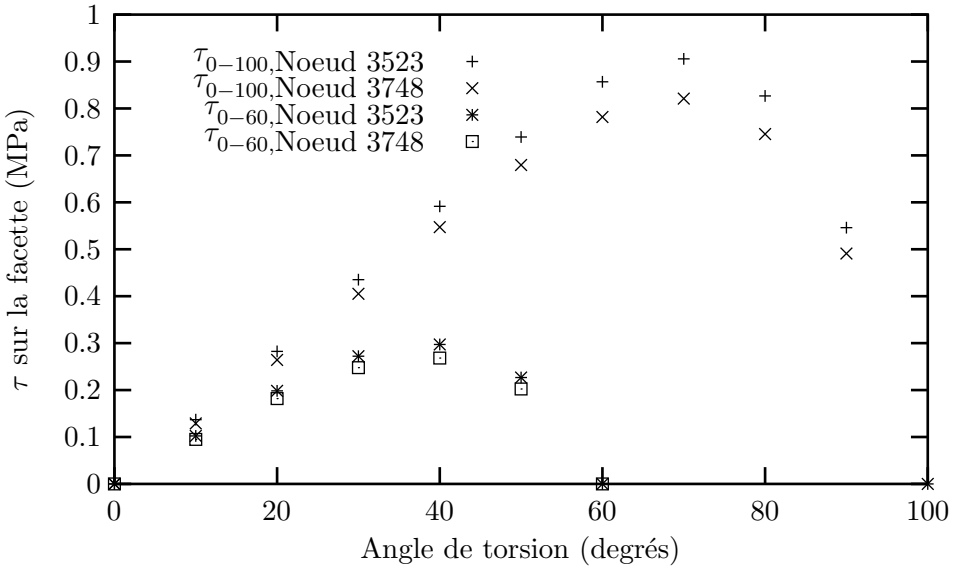


Figure III.53 : Evolution du cisaillement (Cauchy) sur les facettes matérielles associées à $\vec{\sigma}^P$ au cours d'un essai de torsion.

à chaque cycle une micro-propagation dans une direction $+\theta_{\sigma_P}$ (premier demi-cycle) et $-\theta_{\sigma_P}$ (second demi-cycle). La fissure est donc globalement horizontale.

Les essais de torsion $+\theta_1/+\theta_2$ présentent une multifissuration. Les fissures tendent à apparaître dans une direction perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Les observations M.E.B. indiquent que les fissures s'initient dans la même direction que pour un essai $0/+\theta_2$ mais qu'elles bifurquent rapidement pour propager préférentiellement dans une direction perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Ce phénomène est la traduction, pour un chargement de torsion, de la bifurcation observée lors des essais de traction-traction ("knotty-tearing"). Imaginons le cas d'une fissure en cours de bifurcation et dont l'extrémité est constituée de deux branches identiques. Dans le cas des essais de traction-traction, les deux branches voient le même chargement. Les deux branches sont équivalentes et globalement la fissure se propage horizontalement. Dans le cas d'essais de torsion sur éprouvette AE, l'état de contrainte n'est pas le même dans les deux branches. La branche la plus chargée est celle la plus proche de l'horizontale. Par conséquent la fissure se propage dans cette direction. La figure III.54 illustre cette bifurcation sur fissure courte.

Les observation M.E.B. montrent également un processus de coalescence de fissures. Ce mode de coalescence est assez particulier et mérite que l'on y consacre quelques lignes dans le paragraphe qui suit.

III.7.3 Mode de coalescence

La figure III.55 représente deux fissures de fatigue en cours de coalescence. Le processus de coalescence apparaît lorsque deux fissures propagent sur deux plans distincts. La distance minimale entre ces plans, pour qu'il y ait coalescence, est une fonction croissante de la longueur de chacune des fissures. Pour comprendre ce mécanisme, il est nécessaire de visualiser les fissures en position déformée. Le schéma III.56 illustre ce mécanisme. Chacune des fissures se propage individuellement jusqu'à ce que les deux pointes les plus proches se dépassent. On voit alors apparaître, entre les deux fissures, un ligament sous traction cyclique. Ce ligament fini par fissurer et la coalescence a lieu par bifurcation d'une ou

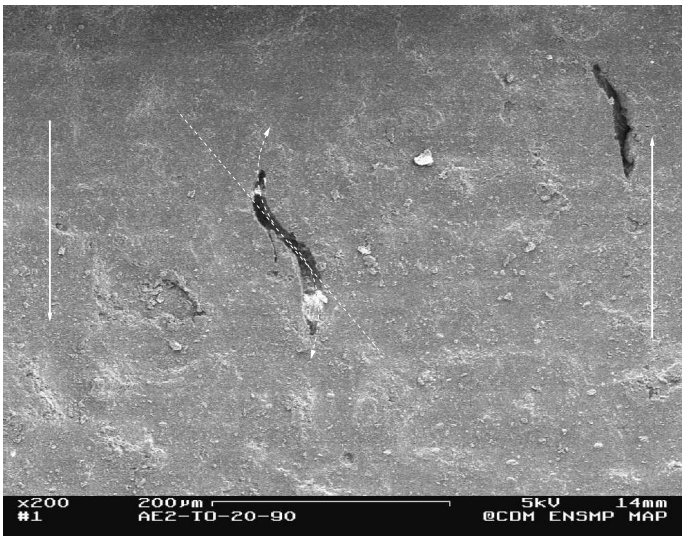


Figure III.54 : Bifurcation des fissures courtes sur éprouvette AE2 lors d'un essai de torsion 20-90°.

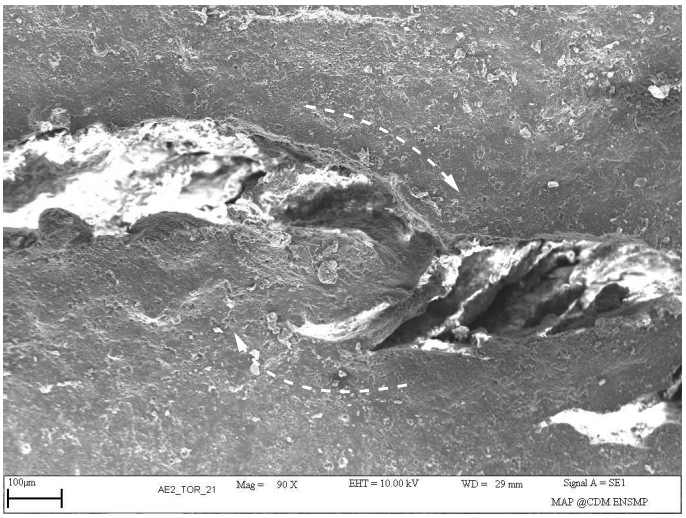


Figure III.55 : Coalescence de fissures de fatigue en surface sous sollicitations cycliques de torsion.

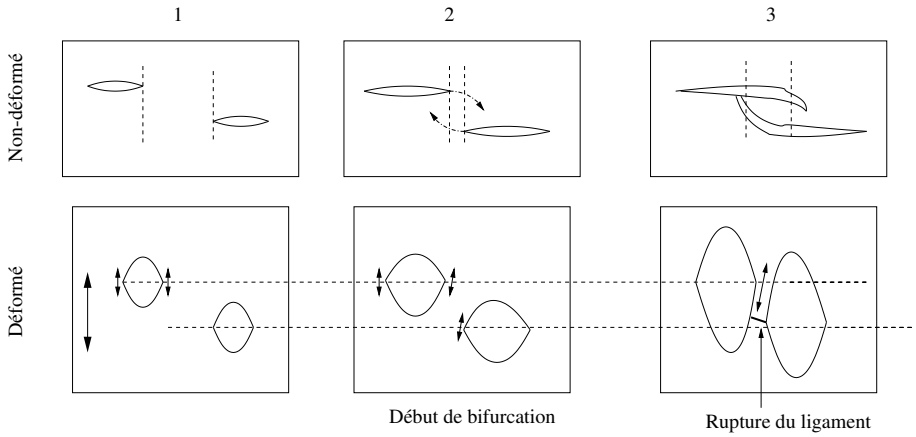


Figure III.56 : Schématisation du processus de coalescence de fissures en fatigue.

des deux fissures initiales. Une nouvelle fois la propagation en mode I est privilégiée par rapport à une localisation par cisaillement entre les pointes des deux fissures.

III.8 Conclusions

La cavitation et la décohésion sont les deux principaux mécanismes d'endommagement observés sur notre matériau. Les observations au M.E.B indiquent que les fissures de fatigue s'initient à partir d'hétérogénéités dont la taille varie entre 100 et 500 micromètres. Ces hétérogénéités jouent le rôle de concentrateurs de contrainte et sont sources d'endommagement. Les fissures s'initient depuis ces zones endommagées pour se propager dans le reste de l'éprouvette et éventuellement provoquer sa rupture.

L'observation M.E.B. des fonds de fissures en position non déformée a mis en évidence l'existence de déformations d'origine visqueuses en pointe de fissure, bien que le matériau soit globalement considéré comme hyperélastique.

Les observations apportent des informations précieuses sur l'origine du renforcement observé à rapport de charge positif. Les coupes de fissures au microtome indiquent un processus de bifurcation et de branchement des fissures à rapport de charge positif (ce qui n'est pas observé à rapport de charge négatif). Le branchement des fissures a pour effet d'augmenter l'énergie dissipée dans le processus de propagation et donc de diminuer la cinétique globale de croissance de fissure.
Les observations M.E.B. de la zone en pointe de fissure indiquent la présence d'une structure fibrillaire intense. Il s'en suit une forte anisotropie de comportement vis-à-vis de l'endommagement et de la propagationde fissure. Cette forte anisotropie semble être à l'origine du phénomène de bifurcation. Par conséquent, plus le chargement appliqué favorise le développement d'une zone d'anisotropie en pointe de fissure, plus le phénomène de renforcement sera marqué. Le renforcement doit donc être mis en relation directe avec le processus de cumul de cristallisation observé au premier chapitre.

Enfin, quel que soit le type de sollicitation, la comparaison de l'orientation des fissures avec le chargement local indique que les fissures se propagent en mode d'ouverture.

Bibliographie

[1] F.L. Yerzley. Adhesion of neoprene to metal. *Ind. Engn Chem.*, 31:950, 1939.

[2] A. N. Gent and P. B. Lindley. Internal rupture of bonded rubber cylenders in tension. *Proc. Roy. Soc. A*, 246:195–205, 1958.

[3] A.E. Oberth and R.S. Bruener. Tear phenomena around solid inclusion in castable elastomers. *Trans. of the Soc. of Rheo.*, 9:165–185, 1965.

[4] A. N. Gent and BYOUGKYEU PARK. Failure processes in elastomers at or near a rigid sperical inclusion. *J. of Mat. Sci.*, 19:1947–1956, 1984.

[5] A.N. Gent. Detachment of an elastic matrix from a rigid spherical inclusion. *J. of Mat. Sci.*, 15:2884–2888, 1980.

[6] Ball J.M. Discontinuous equilibrium solutions and cavitation in nonlinear elasticity. *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, A 306:557–661, 1982.

[7] M. S. Chou-Wang and Horgan C. O. Void nucleation and growth for a class of incompressible elastic materials. *Int. J. Solids structures*, 25:1239–1254, 1989.

[8] R.L. Dencouer and Gent A.L. *J. Polym. Sci.*, 6:1853, 1968.

[9] A.L. Gent and D.A. Tompkins. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 40:2520, 1969.

[10] C.A. Stuart. Radially symmetric cavitation for hyperelastic materials. *Analyse non linéaire*, 2:34–65, 1985.

[11] C.O. Horgan and Pence T.J. Void nucleation in tensil dead-loading of a composite incompressible nonlinearly elastic sphere. *J. Elasticity*, 21:61–82, 1989.

[12] H.S. Hou and R. Abeyaratne. Cavitation in elastic and elastic-plastic solids. *J. Mech. Phys. Solids.*, pages 571–592, 1992.

[13] G. J. Lake and P. B. Lindley. Ozone cracking, flex cracking and fatigue of rubber. *Rubber Journal*, 1964.

[14] G. J. Lake. Fatigue and fracture of elastomers. *Rubber Chem. Technol.*, 68:435–458, 1995.

[15] G. J. Lake and P. B. Lindley. The mechanical fatigue limite for rubber. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 9:1233–1251, 1965.

[16] A.L. Gent. *J. of Ap. Polym. Sci.*, 6:497, 1962.

[17] N. André. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1998.

[18] W.N. Hess and K.A. Burgess. *Rubber Chem. Technol.*, 36:754, 1963.

[19] R.W. Smith and A.L. Black. *Rubber Chem. Technol.*, 37:338, 1964.

[20] K.L. DeVries. *Rubber Chem. Technol.*, 48:206, 1975.

[21] G.R. Hamed. Energy dissipation and the fracture of rubber vulcanizates. *Rubber Chem. Technol.*, 64:493, 1991.

[22] A. N. Gent and C.T.R. Pulford. Micromechanics of fracture in elastomers. *J. of Mat. Sci.*, 19:3612–3619, 1984.

[23] G. Martin Borret. *Sur la propagation de fissure dans les élastomères.* Thèse, Ecole Polytechnique, France, 1999.

[24] S. M. Cadwell, R. A. Merrill, C. M. Sloman, and F. L. Yost. Dynamic fatigue life of rubber. *Industrial and engineering chemistry*, 12:19–23, 1940.

[25] J.R. White. *Fractography of rubbery materials*, chapter Methods of investigation of surface damage. Elsvier, 1991.

[26] Ben Hadj Hamouda. Endommagement et fissuration en fluage de polyéthylène extrudés : Approche locale - approche globale. 2000.

[27] *Synthèse,propriétés et technologie des élastomères.* IFOCA, 1984.

Chapitre -IV-

Comportement

Le premier chapitre a mis en évidence le comportement hyperélastique de notre matériau. Nous abordons ici la modélisation de ce comportement. Le début de ce chapitre a pour but de familiariser le lecteur avec le cadre des transformations finies. Nous présenterons le formalisme associé à ce cadre puis nous présenterons la loi de comportement choisie pour notre matériau. La loi de comportement sera ensuite identifiée et validée sur l'ensemble des essais de fatigue. Enfin, nous nous attacherons à caractériser l'évolution des variables locales de contrainte ou de déformation au sein des éprouvettes de fatigue pour les différents modes de sollicitation.

Sommaire

IV.1 Formalisme des grandes déformations 118
IV.1.1 Description du mouvement. 118
IV.1.2 Tenseur des déformations 118
IV.1.3 Tenseur des contraintes 119
IV.2 Cadre d'écriture des lois de comportement 119
IV.2.1 Travail des actions intérieures 119
IV.2.2 Thermodynamique : résultats essentiels 120
IV.2.3 Expression de la loi de comportement 121
IV.3 Identification de la loi de comportement 124
IV.3.1 Principe 124
IV.3.2 Résultats 124
IV.3.3 Validité d'une loi de comportement unique en fatigue 126
IV.3.4 Comparaisons des déformées : formation des plis aux fortes compressions . . . 128
IV.3.5 Conclusions sur l'identification 129
IV.4 Calculs par éléments finis 130
IV.4.1 Généralités 130
IV.4.2 Comparaison calcul-expérience 132
IV.4.3 Taux de triaxialité rencontrés en fatigue 136
IV.4.4 Gradients de contrainte. 137
Bibliographie 139

IV.1 Formalisme des grandes déformations

L'objectif des paragraphes qui suivent est de familiariser le lecteur avec le cadre des déformations finies. La principale difficulté associée à l'établissement de lois de comportement en déformations finies est la distinction qui doit être faite entre la configuration déformée et la configuration de départ. Dans le cas où la configuration choisie pour exprimer les variables mécaniques ou cinématiques est la configuration de référence on utilisera le terme de description Lagrangienne du comportement. A l'inverse, lorsque la configuration choisie est la configuration actuelle, on utilisera le terme de description Eulérienne.

IV.1.1 Description du mouvement.

Le mouvement d'un point matériel peut être décrit par :

$$\vec{x} = \vec{x}(\vec{X}, t) \tag{IV.1}$$

Où $\vec{x}$ est la position d'un point matériel à l'instant t et $\vec{X}$ celle qu'il occupait avant la déformation. Dans la suite du paragraphe les majuscules (resp. minuscules) caractériseront les variables exprimées dans la configuration de référence, non déformée (resp. actuelle, déformée). On introduit alors l'application linéaire tangente, également appelée tenseur gradient de déformation, $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$[1], qui relie la configuration actuelle à la configuration déformée et donne la loi de transformation d'un vecteur $d\vec{X}$:

$$d\vec{x} = \underset{\sim}{\mathbf{F}}(X, t)d\vec{X} \text{ avec } F_{iJ} = \frac{dx_i}{dX_J} \tag{IV.2}$$

On peut alors établir la loi de transport de l'élément de volume dv_0 et de surface ds_0 :

$$dv = J.dv_0 \text{ avec } J = det(\underset{\sim}{\mathbf{F}}) \tag{IV.3}$$

$$\vec{n}dS = J.\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-t}.\vec{N}dS_0 \tag{IV.4}$$

Si l'on cherche à exprimer le tenseur $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$ en fonction du vecteur déplacement on obtient :

$$F_{iJ} = \delta_{iJ} + \frac{du_i}{dX_J}$$

Le cadre des petites déformations correspond au cas où $\frac{du_i}{dX_J}$ est petit.

IV.1.2 Tenseur des déformations

Le tenseur gradient décrit le mouvement local du solide. Pour déterminer la déformation, il faut, comme en petites déformations, "éliminer" les rotations. Le changement de forme se caractérise alors par les variations de longueur et d'angle, donc de produit scalaire. On peut alors écrire :

$$d\vec{x}.d\vec{y} = d\vec{X}.\underset{\sim}{\mathbf{F}}^t.\underset{\sim}{\mathbf{F}}.d\vec{Y} \tag{IV.5}$$

$$d\vec{X}.d\vec{Y} = d\vec{x}.\left(\underset{\sim}{\mathbf{F}}.\underset{\sim}{\mathbf{F}}^t\right)^{-1}.d\vec{y} \tag{IV.6}$$

On introduit alors le tenseur de Cauchy-Green droit,$\underset{\sim}{\mathbf{C}}$, également appelé tenseur des dilatations, défini par :

$$\underset{\sim}{\mathbf{C}} = \underset{\sim}{\mathbf{F}}^t.\underset{\sim}{\mathbf{F}}$$

[1] $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$ n'est ni exprimé en configuration Eulerienne ni Lagrangienne. On dit qu'il est exprimé en configuration mixte. $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$ est généralement non symétrique

$\underset{\sim}{\mathbf{C}}$ décrit les dilatations dans la configuration de référence et permet d'exprimer le tenseur des déformations de Green-Lagrange (toujours dans la configuration de référence) par :

$$\underset{\sim}{\mathbf{E}} = \frac{1}{2}(\underset{\sim}{\mathbf{C}} - \underset{\sim}{\mathbf{I}}) \tag{IV.7}$$

Par symétrie, on peut exprimer dans la configuration actuelle, le tenseur des déformations $\underset{\sim}{\mathbf{A}}$, encore appelé tenseur d'Euler-Almansi :

$$\underset{\sim}{\mathbf{A}} = \frac{1}{2}(\underset{\sim}{\mathbf{I}} - \underset{\sim}{\mathbf{B}}^{-1}) \tag{IV.8}$$

$$\text{avec } \underset{\sim}{\mathbf{B}} = \underset{\sim}{\mathbf{F}}.\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{t} \text{ tenseur de Cauchy-Green gauche} \tag{IV.9}$$

IV.1.3 Tenseur des contraintes

De la même manière qu'en petites déformations, il est possible de définir, dans la configuration actuelle les efforts internes à travers une surface élémentaire dS ainsi :

$$d\vec{f} = \underset{\sim}{\mathbf{T}}\vec{n}dS \tag{IV.10}$$

avec $\underset{\sim}{\mathbf{T}}$ tenseur des contraintes de Cauchy (tenseur Eulérien). Ce tenseur est bien entendu symétrique. Si maintenant l'on choisi d'exprimer la relation IV.10 dans la configuration de référence, c'est-à-dire si l'on exprime l'élément de surface dans la configuration C_0, on obtient :

$$d\vec{f} = \underset{\sim}{\mathbf{K}}\vec{N}dS_0 \tag{IV.11}$$

$\underset{\sim}{\mathbf{K}}$ est le premier tenseur de Piola-Kirchhoff ou tenseur de Bousinesq. Comme $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$, $\underset{\sim}{\mathbf{K}}$ est exprimé dans une configuration mixte et n'est pas symétrique. Pour obtenir un tenseur complètement symétrique et Lagrangien, il est nécessaire d'exprimer $d\vec{f}$ dans la configuration de référence :

$$d\vec{f_0} = \underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-1}d\vec{f} = \underset{\sim}{\mathbf{S}}\vec{N}dS_0 \tag{IV.12}$$

$\underset{\sim}{\mathbf{S}}$ est le second tenseur de Piola-Kirchhoff.

IV.2 Cadre d'écriture des lois de comportement

Dans cette partie nous utiliserons les notations des paragraphes précédents. Nous donnons les grandes lignes qui ont permis d'établir la loi de comportement que nous choisirons par la suite.

IV.2.1 Travail des actions intérieures

Les équations d'équilibre classiques admettent qu'en tout point de l'espace, en configuration Eulérienne:

$$div(\underset{\sim}{\mathbf{T}}) + \rho F = 0 \tag{IV.13}$$

Cette équation s'écrit immédiatement en configuration Lagrangienne en remplaçant $\underset{\sim}{\mathbf{T}}$ par $\underset{\sim}{\mathbf{K}}$, ρ par ρ_0 et F par F_0. L'application du principe des travaux virtuels permet d'exprimer le travail des actions intérieures w_i. Il permet également d'écrire la puissance massique des efforts intérieurs Π_{int} ainsi :

$$\Pi_{int} = \frac{1}{\rho_0}\underset{\sim}{\mathbf{S}} : \dot{\underset{\sim}{\mathbf{E}}} = \frac{1}{\rho}\underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} \tag{IV.14}$$

où l'on note par : le produit scalaire dans l'espace des tenseurs du second ordre[1], $\dot{\underset{\sim}{\mathbf{E}}}$ (resp. $\underset{\sim}{\mathbf{D}}$) le tenseur vitesse de déformation en configuration Lagrangienne (resp. Eulérienne).

IV.2.2 Thermodynamique : résultats essentiels

Pour alléger l'écriture, nous ne décrirons les quantités que sous leur forme Eulérienne. Le passage à la forme Lagrangienne ne pose pas de difficulté particulière.
La conservation de l'énergie totale exprimée par le premier principe thermodynamique (eq. IV.15) ainsi que le théorème de l'énergie cinétique (eq. IV.16) permet d'aboutir à la forme Eulérienne locale de la conservation d'énergie :

$$\frac{d}{dt}(E+K) = P_{ext} + Q \tag{IV.15}$$

$$\frac{dK}{dt} = P_{ext} + P_{int} \tag{IV.16}$$

$$\boxed{\rho\,\dot{e} = \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} + \rho r - div(q)} \tag{IV.17}$$

avec e énergie interne par unité de masse, q flux de puissance calorifique et r apport de puissance calorifique massique.

Le second principe s'applique comme en petite déformation (S est l'entropie du système) :

$$S_{int} = \frac{dS}{dt} - S_{ext} \geq 0 \tag{IV.18}$$

En introduisant l'entropie par unité de masse η, la température absolue θ et en écrivant :

$$S = \int_D \rho\eta dv \tag{IV.19}$$

$$S_{ext} = \int_D \frac{\rho r}{\theta} dv - \int_{\partial D} \frac{\vec{q}.\vec{n}}{\theta} dS \tag{IV.20}$$

on obtient, à partir de IV.17 et IV.18, l'inégalité de Clausius Duhem :

$$\Phi = -\rho(\dot{e} - \theta\dot{\eta}) - \frac{\vec{q}.\vec{g}}{\theta} + \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} \geq 0 \tag{IV.21}$$

où $\vec{g}$ est le gradient de température et Φ représente la dissipation volumique d'énergie par unité de temps avec

$$S_{int} = \int_D \frac{\Phi}{\theta} dv \tag{IV.22}$$

[1] $\underset{\sim}{\mathbf{A}} : \underset{\sim}{\mathbf{B}} = tr(AB^t)$

Enfin, en introduisant la puissance reçue de l'extérieur appelée "puissance spécifique réversible reçue", w :

$$\dot{w} = \dot{e} - \dot{\eta}\theta \tag{IV.23}$$

l'équation IV.21 devient :

$$\Phi = \underbrace{-\rho\dot{w} + \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}}}_{\text{dissipation intrinsèque}} - \overbrace{\frac{\vec{q}.\vec{n}}{\theta}}^{\text{dissipation thermique}} \tag{IV.24}$$

La dissipation se décompose donc en une dissipation thermique (échanges de chaleur par convection) et une dissipation intrinsèque provenant des irréversibilités mécaniques.

IV.2.3 Expression de la loi de comportement

L'établissement de la loi de comportement a pour but de relier les contraintes aux déformations. Cette loi de comportement, une fois établie et identifiée, sera introduite dans le code de calcul afin d'établir l'état de contrainte et de déformation dans les structures testées en fatigue.
De manière générale, on relie les contraintes à l'instant t_i, aux déformations par :

$$\underset{\sim}{\mathbf{T}}(t_i) = \underset{t \leq t_i}{\Gamma} \left(\underset{\sim}{\mathbf{F}}(t) \right) \tag{IV.25}$$

où Γ est une fonctionnelle de réponse, c'est-à-dire qu'elle est définie sur l'histoire des déformations et non pas uniquement sur l'état de déformation à l'instant t_i.

a) Incompressibilité

En règle générale, le caoutchouc naturel est considéré comme quasiment incompressible. Les valeurs du coefficient de poisson μ données par la littérature sont de 0.49989 pour du NR non chargé et de 0.49969 pour du NR chargé de noirs de carbone à 33% en masse (dans le cas d'un matériau parfaitement incompressible[1] $\mu = 0.5$).

L'équation IV.25 suppose que les déformations permettent de décrire toutes les contraintes. Or certains matériaux peuvent ne pas supporter certaines déformations. L'incompressibilité est un cas particulier de ce type de comportement. Lorsque l'on applique un chargement purement hydrostatique, les déformations qui en résultent sont quasi-nulles. Pour que les contraintes vérifient les conditions aux limites, il est nécessaire d'ajouter à l'équation IV.25 un terme de contrainte indéterminée et ne travaillant pas dans tout mouvement compatible avec la liaison :

$$\underset{\sim}{\mathbf{T}}(t_i) = \underset{t \leq t_i}{\Gamma} \left(\underset{\sim}{\mathbf{F}}(t) \right) + \underset{\sim}{\mathbf{T}}_0 \quad \text{et} \quad \underset{\sim}{\mathbf{T}}_0 : \underset{\sim}{\mathbf{D}} = 0 \tag{IV.26}$$

[1] La valeur du module de compressibilité du caoutchouc naturel est de l'ordre de $2GPa$. Cette valeur est bien inférieure à celle des aciers (environs $200GPa$). Cependant, c'est le rapport E/K, proche de 1 pour les aciers et de 10^{-3} pour les élastomères, qui pilote le mode de déformation. Lorsque l'on parle d'incompressibilité, c'est bien la valeur de μ qui est pertinente et non pas la valeur absolue du module de compressibilité.

On pourra vérifier que l'incompressibilité se traduit par :

$$J = det(\underset{\sim}{\mathbf{F}}) = 1$$

ceci implique que :

$$tr(\underset{\sim}{\mathbf{D}}) = 0$$

L'équation IV.26 impose donc que $\underset{\sim}{\mathbf{T}}_0$ soit sphérique. On introduit alors un terme de pression qui joue le rôle d'un multiplicateur de Lagrange et on obtient :

$$\underset{\sim}{\mathbf{T}}(t_i) = \underset{t \leq t_i}{\Gamma} \left(\underset{\sim}{\mathbf{F}}(t) \right) - p \, \underset{\sim}{\mathbf{I}} \tag{IV.27}$$

Cette pression sera déterminée par les équations d'équilibre et les conditions limites.

b) Lois hyperélastiques

Nous l'avons vu précédemment (voir chapitre I.4), la dissipation d'énergie est de l'ordre de quelques pour-cents de l'énergie fournie au matériau, dans la gamme de déformation qui nous intéresse pour la modélisation des essais de fatigue. Pour cette raison, nous préfèrerons une loi de comportement hyperélastique à une loi visco-hyperélastique, beaucoup plus lourde à mettre en place et à identifier. Le lecteur intéressé par l'utilisation et l'identification de telles lois pourra se reporter à l'ouvrage reporté en référence [1].
Les lois de comportement élastiques non-linéaires sont classiquement exprimées à partir des expressions de la densité d'énergie de déformation ou potentiel hyperélastique W. Sous des conditions isothermes et réversibles, ce potentiel est équivalent à la puissance spécifique w de l'équation IV.23. Il est important de noter que les lois de comportement doivent vérifier le principe d'objectivité qui veut que la loi de comportement soit invariante par tout changement de référentiel. Elles doivent par conséquent être exprimées à partir de quantités elles-mêmes objectives.

Nous prendrons comme autre hypothèse que notre matériau est isotrope. Les essais de traction sur lanière, dans diverses directions par rapport à la direction de laminage des plaques, nous laissent penser que cette hypothèse est justifiée. Cette hypothèse d'isotropie impose que le potentiel W soit invariant par toute rotation de la configuration de référence. Il est possible de montrer que l'énergie W doit être une fonction isotrope du tenseur de Cauchy-Green gauche $\underset{\sim}{\mathbf{B}}$.

Les hypothèses de dissipation nulle, de conditions adiabatique et anisotherme, permettent d'écrire l'équation IV.24 ainsi :

$$\Phi = \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} - \rho \dot{w} = \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} - \rho \frac{\partial W}{\partial \underset{\sim}{\mathbf{B}}} : (\underset{\sim}{\mathbf{L}}.\underset{\sim}{\mathbf{B}}) = \underset{\sim}{\mathbf{T}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} - 2\rho \frac{\partial W}{\partial \underset{\sim}{\mathbf{B}}} \underset{\sim}{\mathbf{B}} : \underset{\sim}{\mathbf{D}} = (\underset{\sim}{\mathbf{T}} - \rho \frac{\partial W}{\partial \underset{\sim}{\mathbf{B}}} \underset{\sim}{\mathbf{B}}) : \underset{\sim}{\mathbf{D}} = 0 \tag{IV.28}$$

On obtient alors une loi de comportement exprimée par :

$$\underset{\sim}{\mathbf{T}} = 2\rho \underset{\sim}{\mathbf{B}} \frac{\partial W}{\partial \underset{\sim}{\mathbf{B}}} \quad \text{Configuration Eulérienne} \tag{IV.29}$$

$$\underset{\sim}{\mathbf{S}} = \rho_0 \frac{\partial W}{\partial \underset{\sim}{\mathbf{E}}} \quad \text{Configuration Lagrangienne} \tag{IV.30}$$

Il nous reste donc à exprimer le potentiel hyperélastique pour définir complètement la loi de comportement.

c) Expression du potentiel

Deux grandes familles de modèles existent : la première propose des modèles statistiques basés sur des considérations micromécaniques à travers la prise en compte de la structure du réseau, la seconde consiste en une approche macroscopique ou phénoménologique.
Les modèles statistiques ont en tout premier lieu été développés par Flory [2] qui, à partir d'une répartition gaussienne de la longueur de chaînes et d'une hypothèse de déformation homogène (modèle de Voigt), détermine le comportement du réseau. On trouvera plus de détails sur cette théorie dans l'ouvrage de Treloar [3] qui propose une expression de la densité d'énergie libre en fonction des élongations principales :

$$W = \frac{1}{2}NkT(\lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 - 3) \tag{IV.31}$$

avec N le nombre de chaînes élastiquement actives par unité de volume, k la constante de Boltzman, T la température absolue. Par la suite, Kühn et Grün ont proposé une nouvelle distribution de probabilité permettant d'intégrer la notion d'extensibilité limite des chaînes. Arruda et Boyce [4] ont utilisé cette statistique pour développer un modèle à huit chaînes permettant de décrire le comportement du réseau. Les études précédentes sur le même matériaux [5] [6] nous ont amené à préférer la seconde approche, l'approche phénoménologique. Mooney introduit le premier un potentiel explicité à partir des invariants[1] du tenseur de Cauchy Green droit $\underset{\sim}{\mathbf{C}}$:

$$W(I_1, I_2) = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_2 - 3) \tag{IV.32}$$

Cette expression correspond à une extension du modèle de Treloar (eq. IV.31). Rivlin a ensuite généralisé cette expression par un développement en série de Taylor de W :

$$W(I_1, I_2, I_3) = \sum_{i,j,k=0}^{\infty}(C_{ijk}(I_1 - 3)^i(I_2 - 3)^j(I_3 - 1)^k) \tag{IV.33}$$

Dans le cas incompressible $I_3 = 1$ quel que soit le mode de déformation imposé. De ce fait, la dépendance de W par rapport à I_3 est nulle. De plus, à l'état non déformé l'énergie élastique doit être nulle, d'où $C_{00} = 0$. Laraba [6] montre que le choix du nombre de paramètres dépend du domaine et du type de déformation que l'on souhaite décrire. A partir de données expérimentales Haines [7] montre que le développement le plus adéquat est le suivant :

$$W(I_1, I_2) = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) + C_{11}(I_1 - 3)(I_2 - 3) + C_{20}(I_1 - 3)^2 + C_{02}(I_2 - 3)^2 + C_{30}(I_1 - 3)^3 \tag{IV.34}$$

Dans notre cas, le choix du potentiel est quasiment similaire à celui proposé par Haines :

$$W(I_1, I_2) = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) + C_{11}(I_1 - 3)(I_2 - 3) + C_{20}(I_1 - 3)^2 + C_{30}(I_1 - 3)^3 \tag{IV.35}$$

Seul le terme C_{02} a disparu. Le paragraphe suivant présente la méthode utilisée pour l'identification de la loi de comportement ainsi que l'influence de chacun des paramètres introduits dans l'équation IV.35 dans le cas d'un essai de traction uniaxial sur lanière.

[1] Nous considérons les invariants $I_1 = tr(\underset{\sim}{\mathbf{C}}), I_2 = \frac{1}{2}\left[tr(\underset{\sim}{\mathbf{C}})^2 - tr(\underset{\sim}{\mathbf{C}}^2)\right], I_3 = det(\underset{\sim}{\mathbf{C}})$.

IV.3 Identification de la loi de comportement

IV.3.1 Principe

L'identification des paramètres passe par un processus classique d'optimisation qui vise à minimiser la différence entre les résultats de calculs et les résultats expérimentaux. Les coefficients ont été optimisés à partir d'essais de traction sur lanière mais également de traction-compression sur Diabolo afin d'atteindre des états de chargement en compression. De plus, l'utilisation de deux types d'essais différents permet de limiter les problèmes de non unicité des solutions dans le cas de la traction simple sur éprouvette lisse.

Dans le cas de la traction simple, il est facile d'établir l'expression analytique reliant la contrainte à l'élongation. On obtient alors, en configuration mixte (premier tenseur de Piola-Kirchhoff) :

$$K_{11} = 2(\lambda - \frac{1}{\lambda^2}) \left[C_{10} + \frac{1}{\lambda} \left(C_{01} + C_{11} \left(\lambda^2 + \frac{2}{\lambda} - 3 \right) + C_{11} \left(2\lambda + \frac{2}{\lambda} - 3 \right) \right) \right. \tag{IV.36}$$

$$\left. + 2C_{20} \left(\lambda^2 + \frac{2}{\lambda} - 3 \right) + 3C_{30} \left(\lambda^2 + \frac{2}{\lambda} - 3 \right)^2 \right] \tag{IV.37}$$

Dans le cas des essais de traction-compression sur diabolos, il est impossible d'établir une expression analytique. Il est donc nécessaire de coupler l'optimiseur au calcul par éléments finis et de résoudre un problème inverse[8]. Ce problème a été traité lors d'une précédente thèse[5] dont nous reprenons la démarche, en cherchant à adapter les valeurs obtenues à nos essais. Le logiciel d'optimisation utilisé est le logiciel SiDoLo qui utilise l'algorithme d'optimisation de Levenberg-Marquardt [9]. Le code de calcul utilisé est le code développé au Centre des Matériaux : ZeBuLoN. Les détails sur les calculs sont donnés partie IV.4.

IV.3.2 Résultats

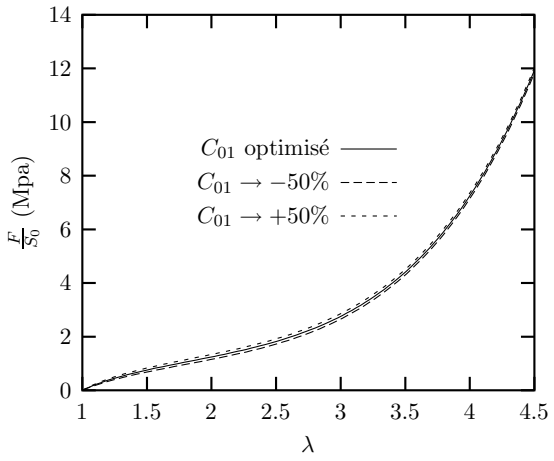
Le jeu de paramètres retenu après optimisation est le suivant [5] :

$C_{10} = 0.284$	$C_{01} = 0.105$	$C_{30} = 0.104$
$C_{20} = 0.237.10^{-2}$	$C_{11} = 0.106.10^{-2}$	

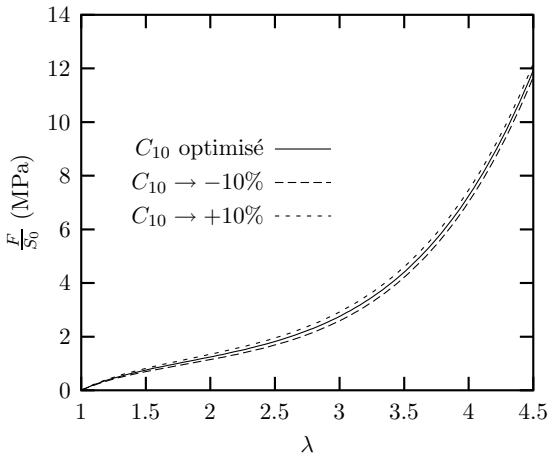
L'influence de chacun des paramètres sur la courbe de traction simple est illustrée figure IV.1. La figure IV.1 compare le calcul aux résultats expérimentaux. On pourra résumer les choses ainsi :

- C_{10} : influence la courbure de la courbe de traction pour des élongations inférieures à 2,
- C_{01} : joue un rôle pour des élongations comprises entre 1.2 et 3.5,
- C_{11} : son influence n'est pas majeure en traction mais elle le devient en cisaillement [6],
- C_{20} et C_{30} : contrôlent le renfort observé au-delà d'une élongation de 2.5.

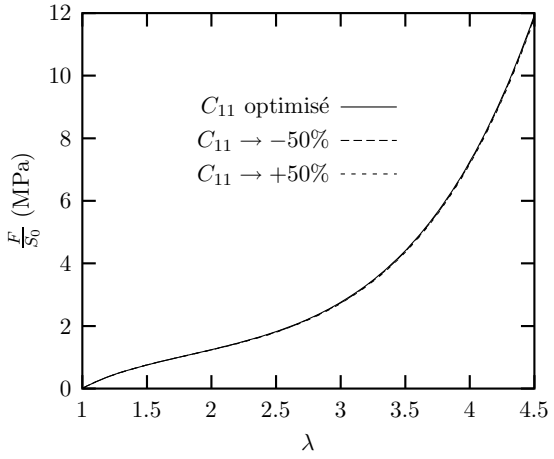
On observe une bonne corrélation entre calcul et expérience pour des élongations inférieures à 2.7, même si le module à l'origine est légèrement sous-estimé. La différence s'accentue au dessus d'une élongation de 2.7 . Dans un premier temps, le matériau est plus rigide que le comportement prévu par le calcul ($\lambda\epsilon[2.7 : 3.2]$) puis cette tendance s'inverse. Il faut noter que l'identification menée par N.André recouvre un domaine d'élongations compris entre 1 et 2.5, ce qui explique en partie cet écart. Nous



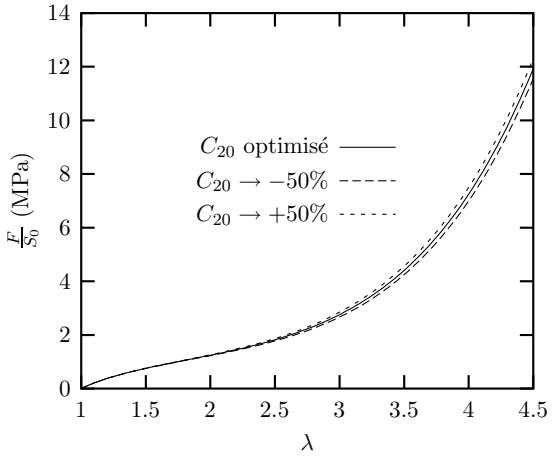
(a) Influence de C_{01}



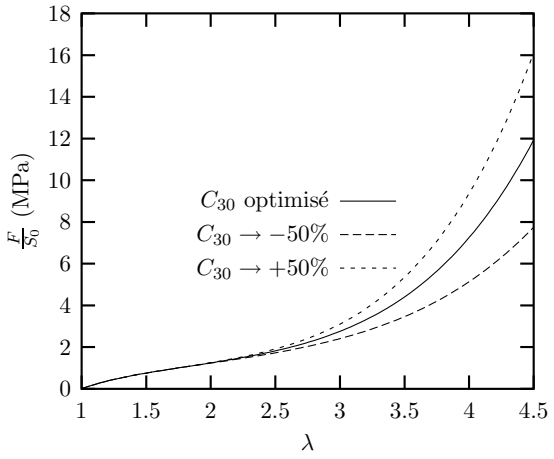
(b) Influence de C_{10}



(c) Influence de C_{11}



(d) Influence de C_{20}



(e) Influence de C_{30}

Figure IV.1 : Influence de chacun des paramètres sur la loi de comportement.

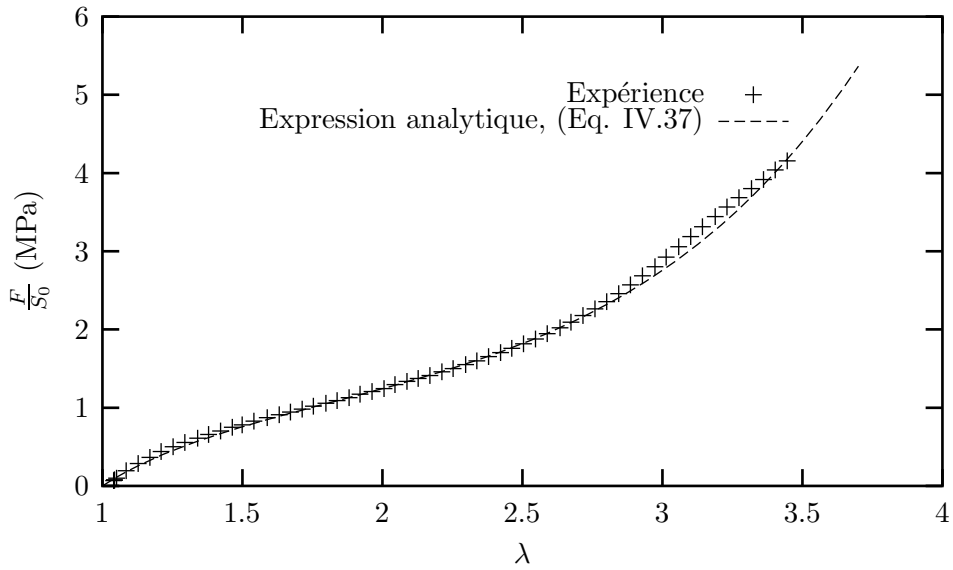


Figure IV.2 : Comparaison calcul-expérience : traction simple sur lanière

avons vu précédemment qu'aux grandes déformations, le matériau présente un comportement visco-élastique. Ceci explique l'adoucissement observé. Cette visco-élasticité n'est pas prise en compte dans le modèle de comportement. Les essais de fatigue se situant à des niveaux de déformation inférieurs à trois, nous conserverons le formalisme hyper-élastique.

Pour la traction-compression sur Diabolo, l'écart entre le calcul et l'expérience reste toujours inférieur à 10% (voir courbe figure IV.3). En traction comme en compression, le comportement réel du matériau est légèrement plus rigide que celui calculé. Cette différence, de l'ordre de quelques pour-cents reste tout à fait acceptable et est comparable à celle observée par N.André [5](dans son cas, le comportement simulé était légèrement plus rigide que le comportement réel).

Le paragraphe suivant traite de la pertinence d'une loi de comportement unique dans le cas d'essais de fatigue.

IV.3.3 Validité d'une loi de comportement unique en fatigue

Nous avons évoqué précédemment l'existence d'une légère relaxation au cours d'un essai de fatigue. On peut donc légitimement se poser la question de la pertinence d'une loi de comportement unique pour des essais où la relaxation des contraintes est différente dans chaque cas. La figure IV.4 compare, pour chaque essai, le niveau d'effort minimal et maximal appliqué à l'éprouvette et la courbe simulée. L'écart est inférieur à une dizaine de pour-cents. Il faut noter que l'effet de la relaxation est plus marqué dans le cas d'essai à rapport de charge positif que négatif [5]. De plus, pour des essais "fortements chargés" la validité d'une loi de comportement unique en fatigue peut être remise en question [5], bien que les données manquent pour préciser le moment à partir duquel le terme de relaxation devient critique dans le calcul du comportement. Dans le cas présent, nous considèrerons l'hypothèse d'une loi de comportement unique en fatigue comme valide.

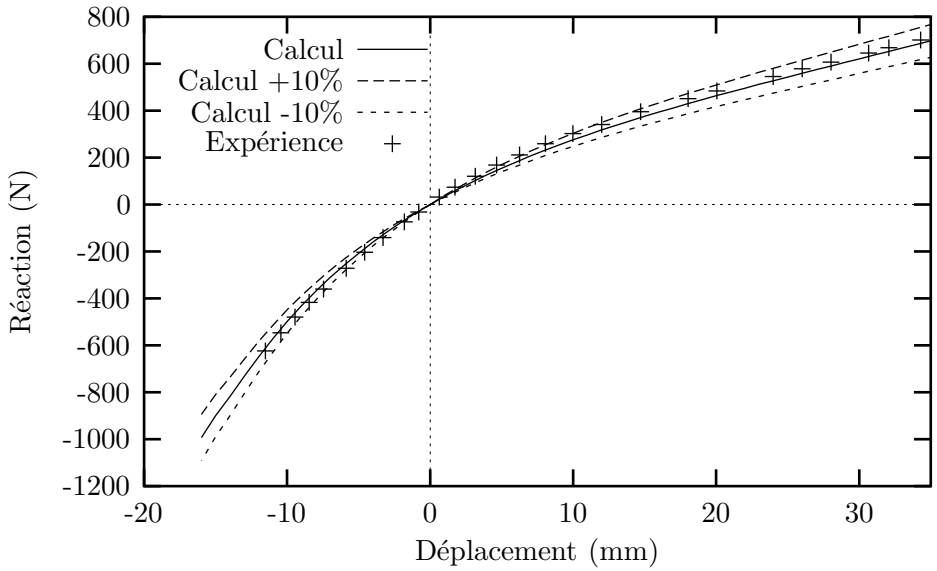


Figure IV.3 : Comparaison calcul-expérience : traction-compression sur diabolo

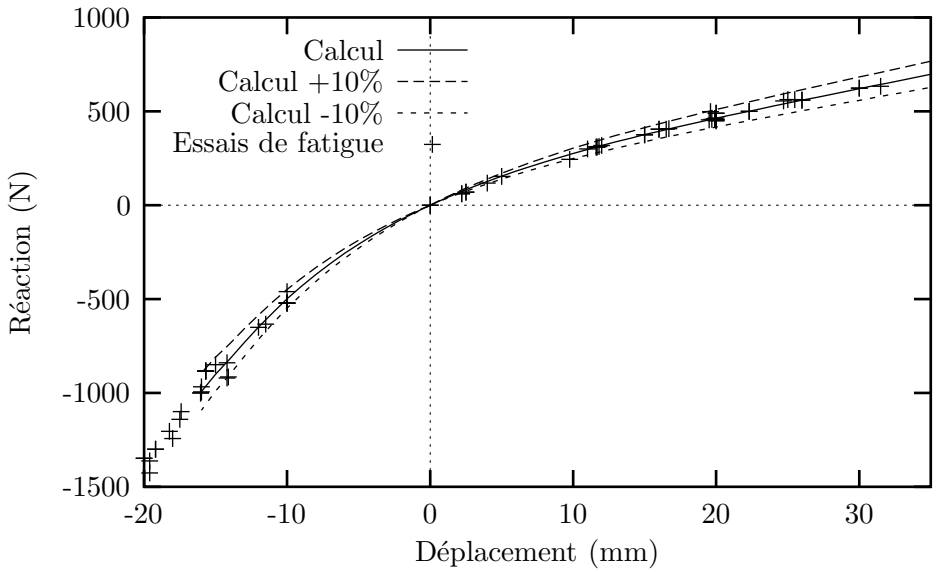
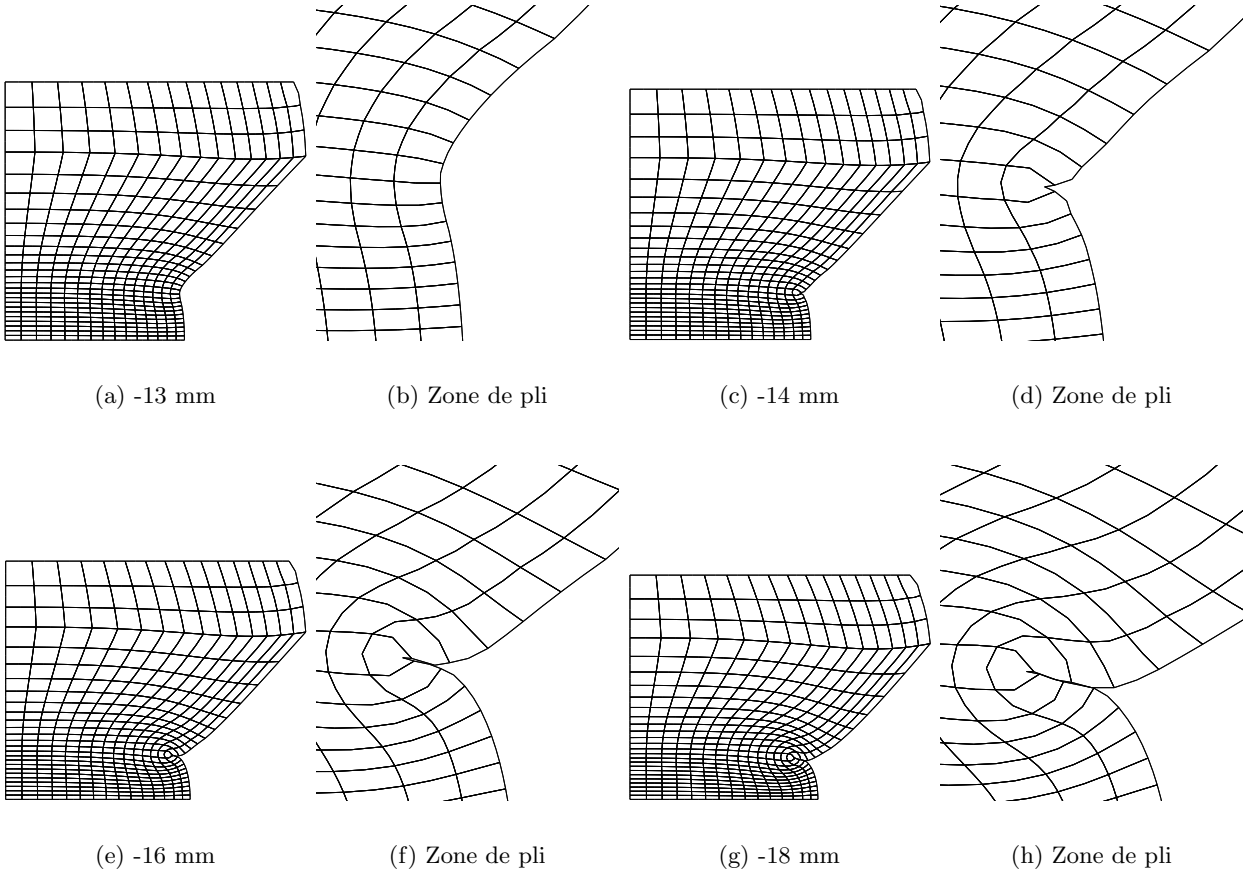


Figure IV.4 : Comparaison calcul-expérience : Résultats de fatigue sur diabolo

IV.3.4 Comparaisons des déformées : formation des plis aux fortes compressions

La formation des plis observée en compression sur Diabolo doit également pouvoir être prise en compte par la modélisation. La figure IV.5 représente les déformées obtenues après calcul, pour différents niveaux de compression.



(a) -13 mm (b) Zone de pli (c) -14 mm (d) Zone de pli

(e) -16 mm (f) Zone de pli (g) -18 mm (h) Zone de pli

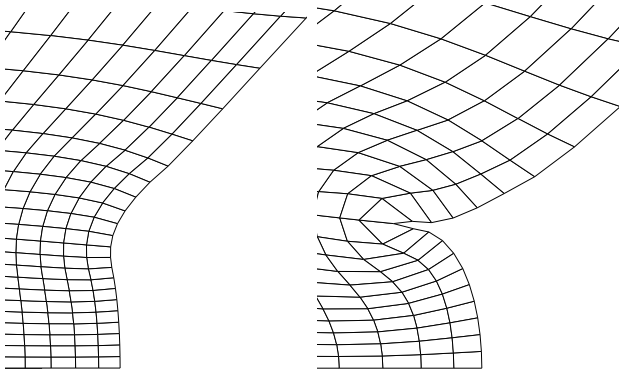
Figure IV.5 : Déformées en compression : formation des plis.

Par le calcul, le pli se forme pour un déplacement vertical en compression de 13.4 mm. Expérimentalement il est observé à partir de 11 mm mais devient marqué à 14 mm. Comme l'indique IV.5(d) le pli se forme au niveau d'un nœud milieu. En configuration déformée, cet élément apparaît très distordu et présente de forts gradients de contrainte et de déformation. Différentes solutions ont été tentées pour limiter la distorsion de l'élément et décrire au mieux les contraintes et les déformations dans la zone du pli. La démarche consiste d'une part à localiser la formation du pli sur un nœud primaire[1] et d'autre part à diminuer la taille de maille afin de limiter les gradients dans les éléments de la zone de pli.

La réduction importante de la taille de maille a systématiquement posé un problème de convergence des calculs (quel que soit le type d'élément utilisé, quadrangle ou triangle). Le calcul diverge à partir du moment ou le pli doit apparaître. A titre de test, les mêmes calculs ont été réalisés sur Abaqus. Ces calculs divergent également (on notera que le calcul avec le maillage présenté figure IV.5 diverge également sous Abaqus). La réduction de la taille de maille semble provoquer une distorsion trop importante des éléments en fond de pli.

[1]Les nœuds primaires sont les nœuds qui définissent le quadrangle ou le triangle représentatif de l'élément

L'utilisation d'éléments quadratiques localise systématiquement la formation du pli sur un nœud milieu (même dans le cas ou les calculs divergent, l'observation des déformées suggère la localisation du fond du pli sur des nœuds milieux). Pour cette raison, nous avons tenté d'utiliser des éléments linéaires. Dans ce cas, seuls les nœuds primaires existent (les segments de chaque élément restent droits au cours de la déformation) ce qui impose la formation du pli sur un de ces nœuds. L'utilisation d'un maillage constitué d'éléments linéaires ne modifie pas la réponse macroscopique, ni le calcul des contraintes et des déformations aux nœuds avant l'apparition du pli. Comme l'indique la figure IV.6, la distorsion en fond de pli est effectivement limitée. Cependant, l'utilisation d'éléments linéaires retarde considérablement l'apparition du pli : quadratique -14mm, linéaire -16.3mm .



(a) -14 mm (b) -22 mm

Figure IV.6 : Déformées en compression : formation des plis avec l'utilisation d'éléments linéaires.

Le calcul précis de l'apparition du pli nécessiterait d'une part la prise en compte explicite des instabilités locales et d'autre part l'utilisation d'un outil de remaillage en cours de calcul. Ces deux techniques ne sont pas disponibles pour le moment dans ZeBuLoN. Nous opterons donc pour la meilleure solution en termes de convergence et de prévision de l'apparition du pli : le maillage présenté figure IV.5 et des éléments quadratiques, en sachant que le post-traitement de l'état de contrainte sur l'élément en fond de pli doit être considéré avec précaution. Cependant, la distorsion en fond de pli ne perturbe pas le calcul des contraintes et des déformations du reste de la structure. En effet, la comparaison des déformées expérimentales et calculées (la figure IV.7 compare la mesure et le calcul de la variation de diamètre de la partie centrale du Diabolo) donne des résultats satisfaisants.

IV.3.5 Conclusions sur l'identification

Le jeu de coefficients identifié lors de la précédente étude permet de simuler correctement les résultats expérimentaux obtenus sur le nouveau lot. Nous conserverons donc ce jeu de coefficients pour cette étude, en ayant pris soin de verifier la validité d'une loi de comportement unique en fatigue.

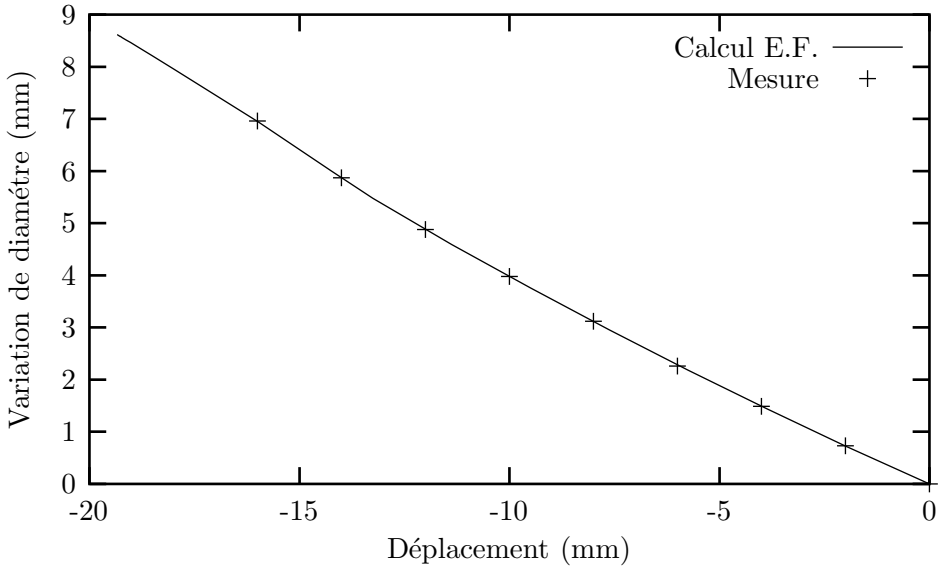


Figure IV.7 : Comparaison calcul-expérience : variation diamétrale en compression sur diabolo

IV.4 Calculs par éléments finis

IV.4.1 Généralités

a) Maillages et types d'éléments

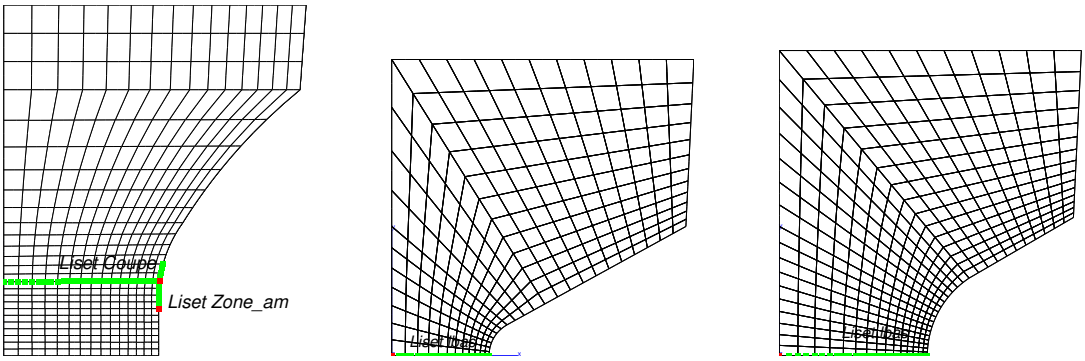
Le code de calcul utilisé est le code ZéBuLoN développé au laboratoire [10]. Ce code sera utilisé tout au long de cette étude, tant pour les calculs numériques que pour le développement du critère de fatigue. Dans le cas des essais de traction-compression, la symétrie du problème permet de ne mailler que le quart de la section de l'éprouvette. Le calcul est alors un calcul 2D axisymétrique. Les maillages utilisés pour les calculs 2D sont donnés figure IV.8. On y fait également figurer les groupes de nœuds utilisés pour le dépouillement. On utilisera le terme de *Liset* (*Li*ne-*set*) lorsque ce groupe de nœuds est considéré comme une ligne (possédant donc un sens de parcours), et de *nset* dans le cas contraire (simple ensemble de nœuds). Nous utilisons des éléments quadratiques à huit nœuds et neuf points de Gauss. Pour tous les autres essais, le calcul 3D est nécessaire. On utilise alors des éléments isoparamétriques, quadratiques à 20 nœuds et 27 points de Gauss. Les maillages utilisés pour les calculs 3D sont donnés figure IV.9.

b) Traitement du contact

Les essais en traction-compression sur diabolos donnent lieu à l'apparition de plis dans le domaine des fortes compressions (voir chapitre II). L'apparition de plis implique la création de forces de contact qui doivent pouvoir être prises en compte numériquement. ZeBuLoN permet de traiter les problèmes de contact en définissant les deux entités susceptibles de rentrer en contact au cours du calcul : l'impacteur et la cible. L'impacteur est défini à travers un liset alors que la cible est définie en nset.

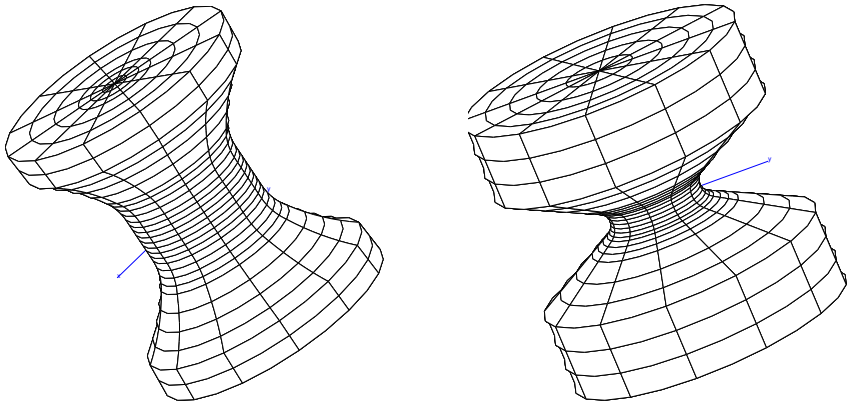
Dans notre cas, la cible et l'impacteur ne sont pas connus *a priori* puisqu'il s'agit d'un repli du maillage sur lui-même. Un calcul préliminaire permet d'identifier le nœud qui correspond au fond du pli. La cible et l'impacteur sont ensuite définis de manière symétrique par rapport à ce nœud milieu.

Le choix du coefficient de frottement est assez délicat. L'observation des surfaces en contact après



(a) Diabolo (b) AE2 (c) AE5

Figure IV.8 : Maillages utilisés pour le calcul 2D.



(a) Diabolo (b) AE2

Figure IV.9 : Maillages utilisés pour le calcul 3D.

un essai de fatigue, n'indique pas d'endommagement de type abrasif. Néanmoins, le contact répété modifie l'aspect des surfaces. Ce phénomène peut être lié soit au simple contact répété des surfaces, soit à l'existence de légers glissements qui deviendraient alors source d'échauffements locaux. Dans l'hypothèse de l'existence de faibles glissements, la modification des surfaces de contact au cours de l'essai entraîne inévitablement la modification du système tribologique que nous considérons ici, à savoir le système homogène NR-NR. Des mesures du coefficient de frottement dynamique de type pion-piste ont été tentées au laboratoire. Le matériel disponible ne nous a pas permis de réaliser une mesure précise du coefficient de frottement mais les résultats obtenus indiquent que sa valeur est supérieure à l'unité. Nous voyons ici qu'il est difficile de caractériser complètement le contact dû à l'apparition de plis. Il est cependant possible de dire que, si les glissements existent, leur amplitude est extrêmement faible puisqu'aucun endommagement particulier n'en résulte. Par conséquent, le contact sera considéré comme *quasi*-adhésif. L'étude des efforts de contact permet de fixer à 1 la valeur du coefficient de frottement permettant d'obtenir ce type de contact (le rapport entre l'effort normal et l'effort tangentiel est de l'ordre de 0.75 dans la zone du contact). Bien entendu, une étude plus particulièrement attachée

à la nocivité des plis dans les élastomères, en fatigue, nécessiterait une identification complète du système tribologique homogène NR-NR. Dans notre cas, en accord avec les observations, le contact sera considéré comme adhésif. Enfin, on notera que les systèmes tribologiques homogènes présentent des coefficients de frottement généralement élevés du fait de phénomènes d'adhésions.

c) Remarques sur l'incompressibilité

D'un point de vue numérique, le traitement de l'incompressibilité est une des difficultés majeures dans l'implémentation de lois de comportement incompressible ou *quasi*-incompressible. Lors de la résolution d'un problème d'équilibre en hyperélasticité, la solution doit satisfaire à la fois les équations d'équilibre et les équations traduisant la condition d'incompressibilité. Les approches basées sur une formulation variationnelle multi-champs (déplacement, pression) sont parmi les plus efficaces pour résoudre ce type de problèmes. Parmi les différentes formulations possibles (mixte en Lagrangien[11], Lagrangien augmenté [12],...), nous utiliserons une formulation en Lagrangien perturbé [13]. Les formulations variationnelles considèrent la pression comme un degré de liberté au même titre que les déplacements. Cependant, la pression n'est pas déterminée à tous les nœuds du maillage. En effet, le nombre d'équations liées à l'équilibre doit être supérieur au nombre d'équations traduisant l'incompressibilité pour assurer l'existence de la convergence du système discret (dans le cas contraire le problème est dit sur-contraint). La figure IV.10 illustre la répartition des nœuds où la pression est calculée. Le lecteur souhaitant approfondir ce sujet pourra se reporter aux ouvrages cités en références [14] et [15].

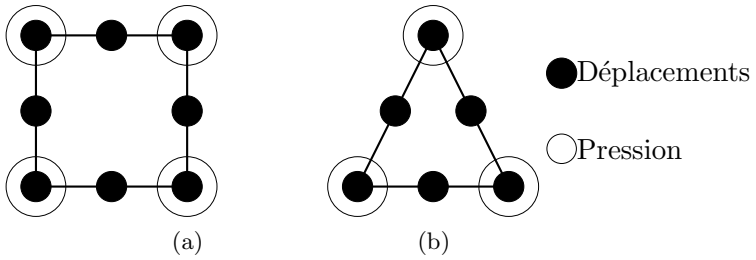


Figure IV.10 : Exemple d'éléments dans le cas de lois incompressibles.

IV.4.2 Comparaison calcul-expérience

Nous nous intéressons maintenant à l'aptitude de la loi de comportement indentifiée sur lanière et Diabolos à décrire les autres modes de sollicitation rencontrés.

Les figures IV.11 à IV.15 comparent les courbes de chargement aux résultats de calcul. **Dans tous les cas, l'adéquation entre courbe simulée et expérimentale est très satisfaisante et le jeu de coefficients identifié précédemment est conservé.**

Nous pouvons maintenant nous intéresser à l'évolution des variables locales (contrainte, déformation,etc...) pour les différentes géométries. Nous aborderons plus particulièrement les notions de triaxialité et de gradient de contrainte.

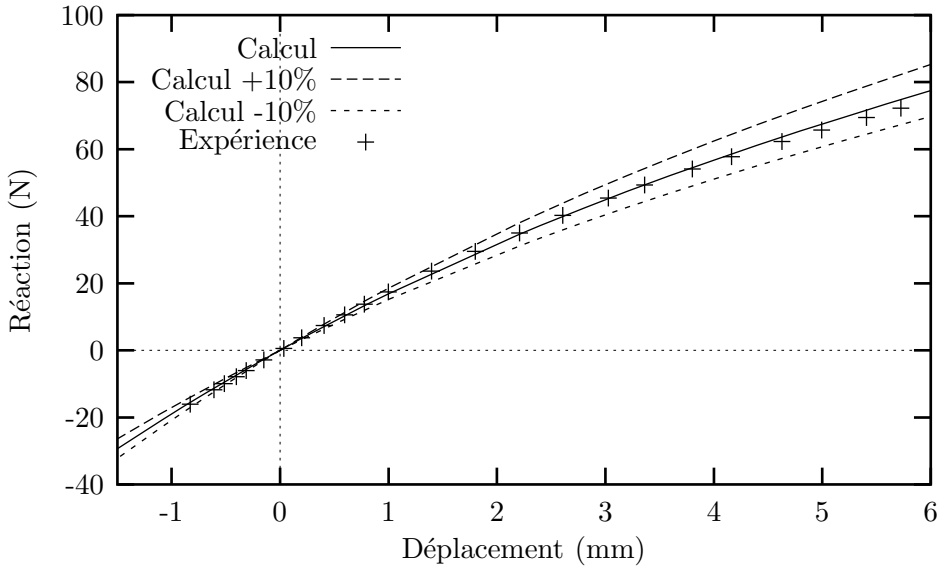


Figure IV.11 : Comparaison calcul-expérience : traction-compression sur AE2

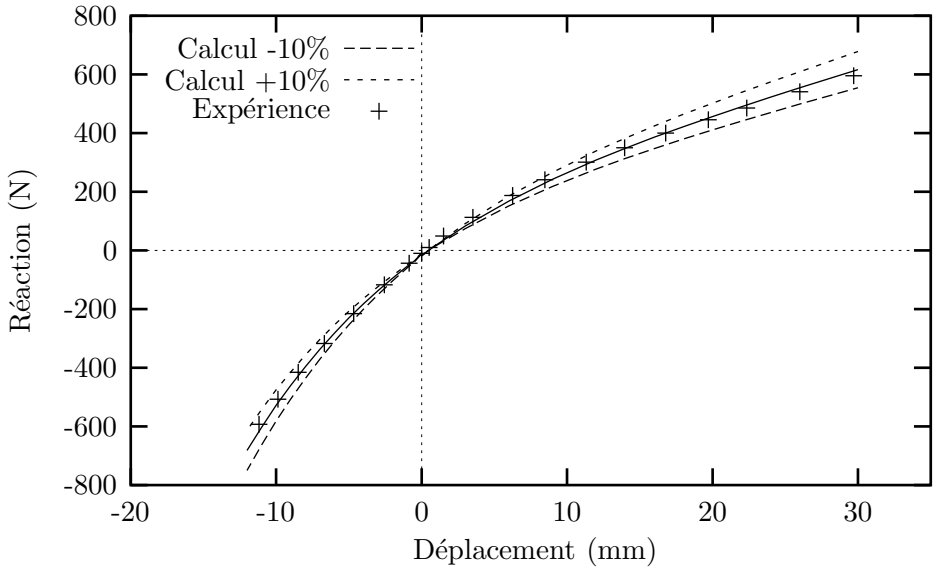


Figure IV.12 : Comparaison calcul-expérience : traction-compression et torsion statique de 60° sur Diabolo

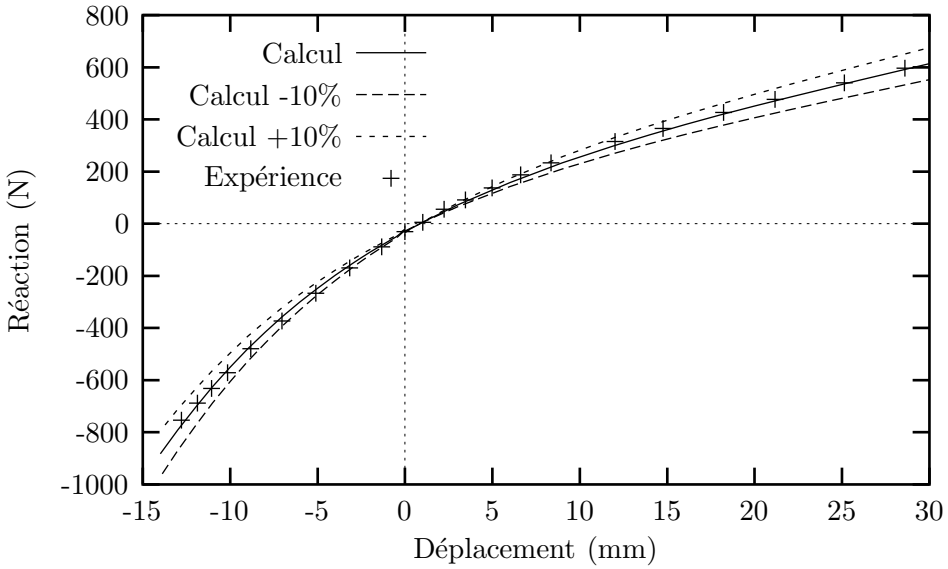


Figure IV.13 : Comparaison calcul-expérience : traction-compression et torsion statique de 80° sur Diabolo

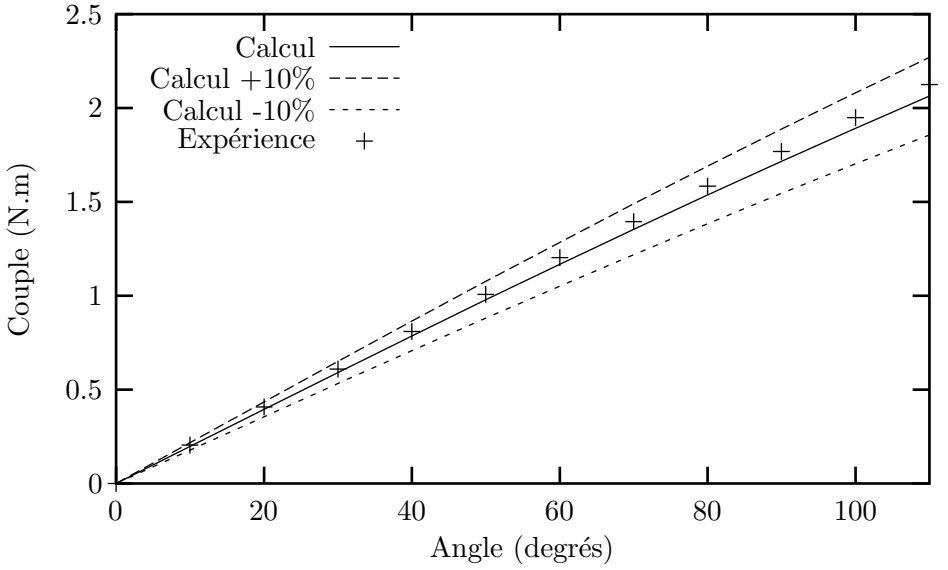


Figure IV.14 : Comparaison calcul-expérience : torsion sur Diabolo

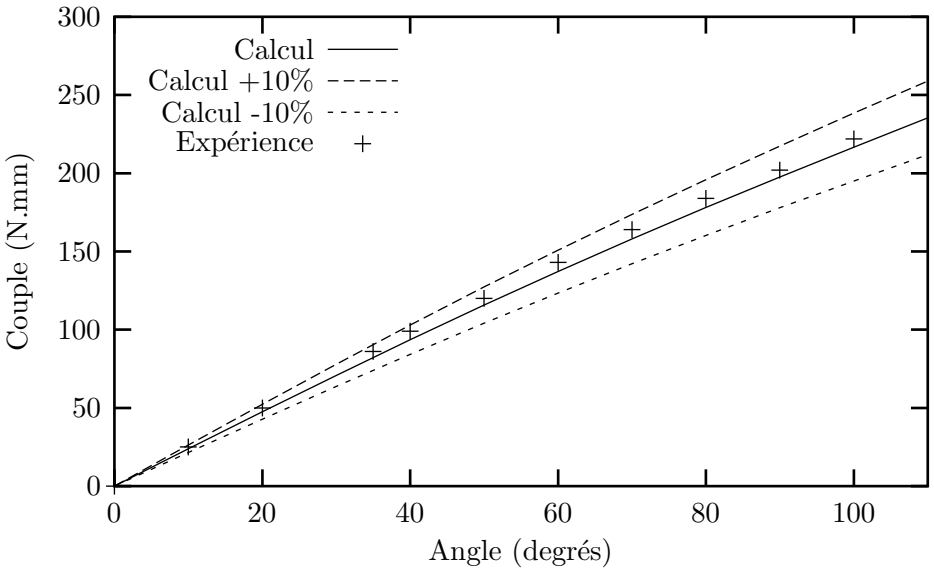


Figure IV.15 : Comparaison calcul-expérience : torsion sur AE2

IV.4.3 Taux de triaxialité rencontrés en fatigue

L'évolution de la valeur absolue du taux de triaxialité (ξ) dans la zone d'amorçage pour les essais de traction-compression sur éprouvettes AE2 et AE5 en fonction de l'état de contrainte local est donné figure IV.16. On remarquera tout d'abord que ce taux de triaxialité n'est pas constant au cours de la déformation. Ceci s'explique par la forte variation du rayon d'entaille due aux grandes déformations. En traction, le taux de triaxialité en fond d'entaille chute de 20% sur AE2 et de 30% sur AE5, bien que la différence relative entre les deux géométries reste *quasi* constante. Par contre la différence entre $\xi_{AE2,AE5}$ et $\xi_{Diabolo}$ diminue fortement avec la contrainte. D'autre part, la valeur du taux de triaxialité en fond d'entaille ne diffère que légèrement de celui rencontré sur Diabolo dans la zone d'amorçage puisque, par exemple, pour une contrainte locale de 2MPa, on obtient ξ_{AE2}=0.42, ξ_{AE5}=0.4, $\xi_{Diabolo}$=0.37, soit une dixaine de pour-cent d'écart entre AE5 et Diabolo .

En compression, l'évolution du taux de triaxialité est comparable pour les trois géométries et, la différence entre ξ_{AE2}, ξ_{AE5} et $\xi_{Diabolo}$ ne varie pas avec le chargement.

Bien que nous utilisions des géométries entaillées, les taux de triaxialité rencontrés restent modérés et chutent fortement avec la déformation. Cette remarque montre que, dans le cas de matériaux élastomères, les taux de triaxialité élevés ne peuvent être atteints qu'à condition de limiter les déformations mises en jeu au cours de l'essai. Ceci implique l'utilisation de géométries très confinées.

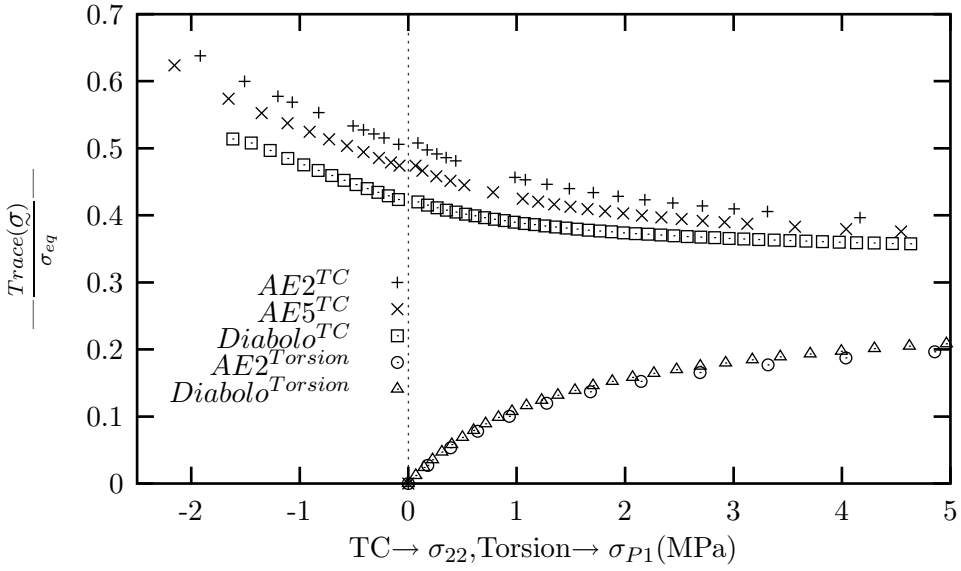


Figure IV.16 : Taux de triaxialité rencontrés pour les différents essais

Dans le cas de la torsion, l'évolution du taux de triaxialité est similaire entre l'éprouvette AE2 et l'éprouvette Diabolo. En torsion pure, la valeur initiale du taux de triaxialité est égale à zéro ($Trace(\underset{\sim}{\sigma})$=0). Par la suite, l'état de chargement local s'éloigne rapidement d'un état de cisaillement simple pour se rapprocher, du point de vue triaxialité, d'un état de traction simple.

IV.4.4 Gradients de contrainte.

L'utilisation de géométries entaillées favorise l'apparition de gradients sur les variables locales. La figure IV.4.4 illustre la variation de contrainte σ_{22} (22 : direction de l'axe de l'échantillon) sur les lisets *lbas* (AE2,AE5) et *lcoupe* (Diabolo) pour un essai de traction-compression.

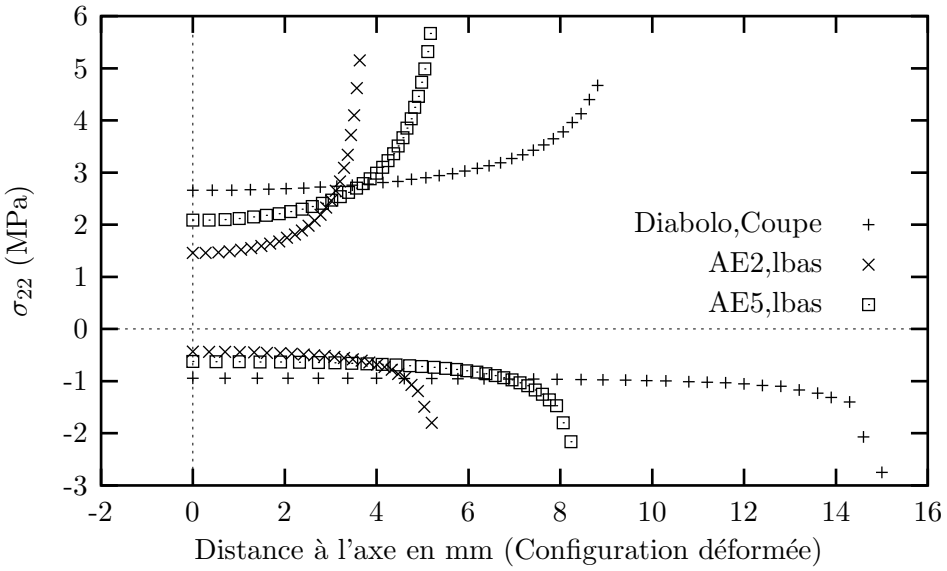


Figure IV.17 : Gradient de contrainte pour chaque type d'essai

On remarquera que, dans le cas des géométries entaillées, la contrainte σ_{22} varie sensiblement sur le millimètre que constitue notre critère d'amorçage. Nous avons vu précédemment que le taux de triaxialité évolue au cours de la déformation. Qu'en est-il des gradients de contrainte ? Pour répondre à cette question il est nécessaire de quantifier le gradient. En ce qui concerne la contrainte σ_{22}, le gradient est caractérisé par les termes :

$$\frac{\partial \sigma_{22}}{\partial x} \quad ; \quad \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial y} \quad ; \quad \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial z} \tag{IV.38}$$

Il est possible d'avoir un approximation de chacun de ces termes (que nous appellerons "gradient" par abus de langage) à partir des valeurs nodales de déplacement et de contrainte. Le gradient est calculé dans la direction des *lisets*. Le gradient, en un nœud, est calculé en faisant la moyenne des dérivées droite et gauche de la variable locale. Les dérivées droite et gauche sont calculées à partir de la position des nœuds situés de part et d'autre du nœud considéré et appartenant au *liset*. Pour les nœuds situés à l'extrémité du liset, seul le nœud le plus proche est pris en compte. Dans le cas des essais de traction-compression, la direction dans laquelle est calculée le gradient est la direction radiale. Dans le cas de la torsion, le gradient est calculé suivant un rayon dont une des extrémités correspond au fond d'entaille, et la contrainte prise en compte est la plus grande contrainte principale. Dans tous les cas nous noterons ce gradient $\frac{\partial \sigma}{\partial x}$. La figure IV.4.4 donne l'évolution du gradient de contrainte en fonction de la contrainte au nœud situé soit en fond d'entaille (géométries entaillées) soit dans la zone d'amorçage (Diabolo).

Pour les géométries entaillées, en traction-compression, malgré l'émoussement du fond d'entaille, la valeur du gradient augmente de façon significative avec la contrainte, à la différence du taux de

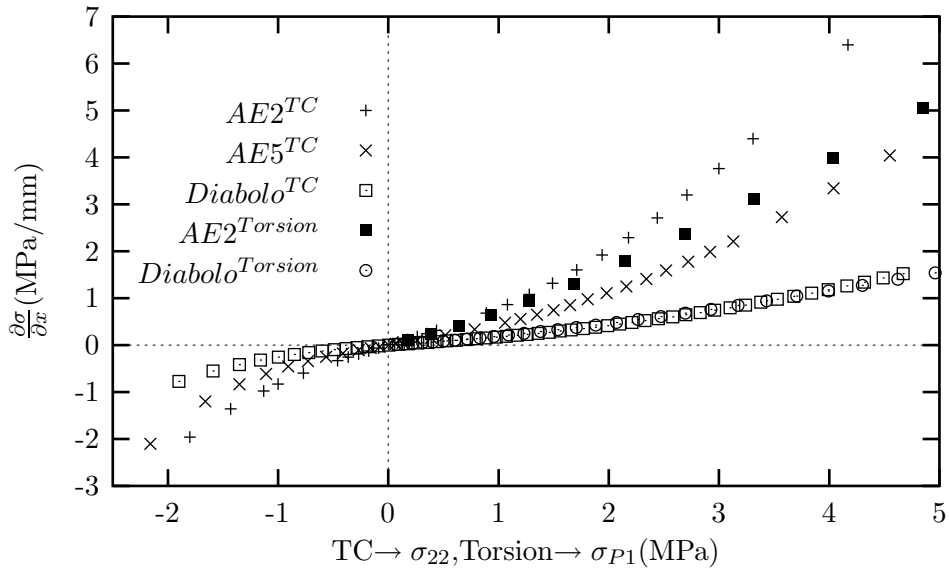


Figure IV.18 : Evolution des gradients de contrainte dans la zone d'amorçage pour chaque type d'essai.

triaxialité. Le gradient reste modéré sur le Diabolo, avec une valeur maximale de 1.5 MPa/mm pour $\sigma = 4.7$MPa. Les gradients sont beaucoup plus importants sur les géométries entaillées avec pour l'éprouvette AE2, 6 MPa/mm ($\sigma = 4.2$ MPa) et 4 MPa/mm ($\sigma = 4.6$ MPa) pour l'éprouvette AE5. Cependant, le rapport des valeurs de gradient entre les différentes géométries reste constant :

- AE2/Diabolo : 4
- AE5/Diabolo : 2.6

En torsion sur Diabolo, le gradient est quasiment identique à celui calculé en traction-compression. Pour des contraintes inférieures à 1.5 MPa, le gradient, sur AE2, est identique en traction et torsion. Au-delà de cette valeur, le gradient en traction est plus marqué qu'en torsion, bien que la différence avec le diabolo reste très importante (rapport 3.3 environ).

Bibliographie

[1] A. Robisson. *Comportement visco-hyperélastique endommageable d'élastomères SBR et PU : Prévision de la durée de vie en fatigue.* Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Evry, France, 2000.

[2] P.J. Flory. *Rubber Elasticity. Principles of polymer chemistry*, pages 432–493. 1953.

[3] L.R.G. Treloar. *The physics of rubber elasticity.* 3rd ed, Oxford University Press, 1975.

[4] Arruda and Boyce. A three-dimensional constitutive model for the large strech behavior of rubber elastic material. *J. of Mech. and Phys. of Solids*, 41:389–412, 1993.

[5] N. André. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1998.

[6] F. Laraba. Etude des comportements hyperélastique et viscohyperélastique de deux élastomères par extensométrie optique bidimensionnelle. *Thèse Ecole Centrale Paris*, 1998.

[7] D.W. Haines and W.D. WILSON. Strain-energy density function for rubber-like materials. *Journal of Mechanics Physic Solids*, 27:345–360, 1979.

[8] G. Cailletaud and P. Pilvin. *Identification and inverse problems: a modular approach. in Material Parameter Estimation for Modern Constitutive Equations.* Ed. L.A. Bertham et al, ASME,vol.43, 1993.

[9] P. Pilvin. *Notice d'utilisation de SiDoLo,v2.3.* 1993.

[10] J. Besson and R. Foerch. Object–oriented programming applied to the finite element method. part i. general concepts. *Revue Européenne des éléments finis*, 7(5):535–566, 1998.

[11] L.R. Herrmann. Elasticity equations for incompressible and nearly incompressible materials by a variational theorem. *AAIA J.*, 3:1896–1900, 1965.

[12] R. Glowinski and P. Letallec. Numerical solution of problems in incompressible finite elasticity by augmented lagrangien methods, ii three-dimensional problem. *SIAM J. App. Math.*, 44:710–733, 1984.

[13] D.S. Malkus and T.J.R. Hughes. Mixed finite element methods-reduced and selective integration techniques: a unification of concepts. *Comp. Mech. App. Mech. Eng.*, 15:63–81, 1978.

[14] A. Boukamel. Etude théorique et expérimentale d'un stratifié caoutchouc-métal en grandes déformations. *Thèse, Université d'Aix–Marseille II*, 1988.

[15] M.F. Jazzar. Modélisation du comportement hyperélastique quasi incompressible de structures acier-élastomères et validation expérimentale. *Thèse, Université d'Aix Marseille II*, 1993.

Chapitre -V-

Modélisation de la durée de vie : cas uniaxial

Ce chapitre constitue le point de départ de la partie modélisation de la durée de vie. Nous présentons les différentes approches de la littérature puis le critère proposé à la suite de la précédente étude est introduit. Ce critère est ensuite identifié en utilisant une procédure d'optimisation basée sur les algorithmes génétiques. L'ensemble des calculs de durée de vie pour les essais de traction-compression sur Diabolo sont regroupés en annexe A-IV.

Sommaire

V.1 Etat de l'art 141
V.2 Le modèle de départ 144
V.2.1 Les variables critiques 145
V.2.2 Discussion 148
V.3 Extension de la base de données et identification du modèle uniaxial . . 149
V.3.1 Dépouillement des résultats de calcul 149
V.3.2 Méthode d'optimisation 153
V.3.3 Résultats et discussion 156
V.4 Conclusions sur le modèle uniaxial 157
Bibliographie 160

V.1 Etat de l'art

Les premières études sur la rupture des élastomères en présence de fissures furent publiées par Rivlin et Thomas [1]. Ces auteurs considèrent que la perte d'énergie élastique au sein de l'éprouvette, provoquée par l'avancée de la fissure, est le moteur de la propagation. Ils définissent alors l'énergie de déchirement T:

$$T = -\left[\frac{\partial W}{\partial A}\right]_l \tag{V.1}$$

avec W l'énergie élastique et A l'aire de la fissure. L'indice l indique que l'on se situe à déplacement imposé. Dans certains cas, il est possible de calculer analytiquement l'énergie de déchirement (figure V.1).

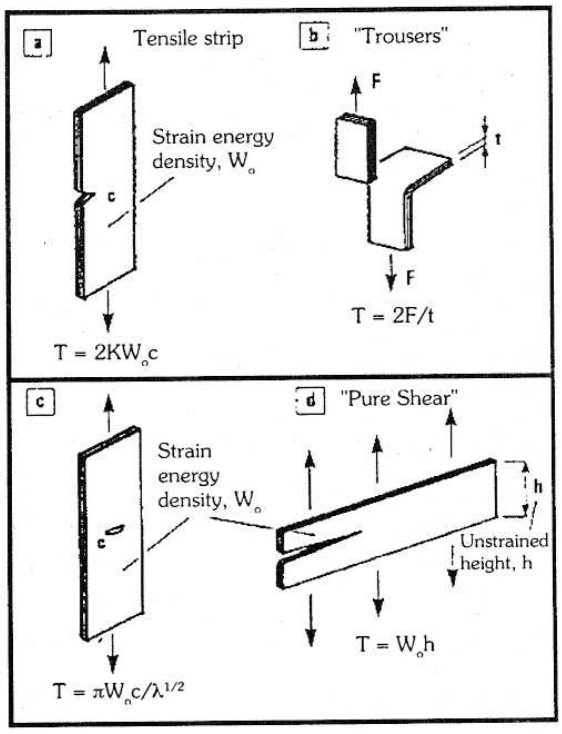


Figure V.1 : Eprouvettes permettant de calculer explicitement l'énergie de déchirement (liste non-exhaustive, voir également [2]). Dans le cas (a), K est fonction de l'élongation, $K = \pi/\sqrt{\lambda}$.

La définition de l'énergie de déchirement permet d'aborder le domaine de la fatigue en reliant la vitesse de propagation ($\frac{\partial c}{\partial n}$) à l'énergie de déchirement maximale atteinte au cours du cycle :

$$\frac{\partial c}{\partial n} = f(T)$$

Une courbe $(\frac{\partial c}{\partial n}, T)$ caractéristique d'un caoutchouc naturel est donnée figure V.2. La courbe peut se décomposer en trois régions distinctes :

- $T < T_0$: T est inférieur au seuil de propagation T_0. La propagation est uniquement due à la dégradation chimique ("ozone cracking").
- $T_0 < T < T_t$: zone de linéarité, $\frac{\partial c}{\partial n} = A(T - T_0) + r_z$,
- $T_t < T < T_c$: la relation entre la vitesse de propagation et T devient non-linéaire $\frac{\partial c}{\partial n} = \alpha T^{\beta}$. Lorsque T atteint l'énergie de déchirement critique (T_c), la rupture a lieu au premier cycle.

Cette figure illustre également l'effet du rapport de charge dont nous avons déjà parlé : à énergie de déchirement maximale constante, la vitesse de propagation diminue de manière spectaculaire lorsque le rapport de charge augmente par valeurs positives.

L'établissement de lois de propagation permet, dans certains cas, de prédire la durée de vie en fatigue d'éprouvettes préfissurées. Pour des éprouvettes non fissurées, les auteurs appliquent les lois

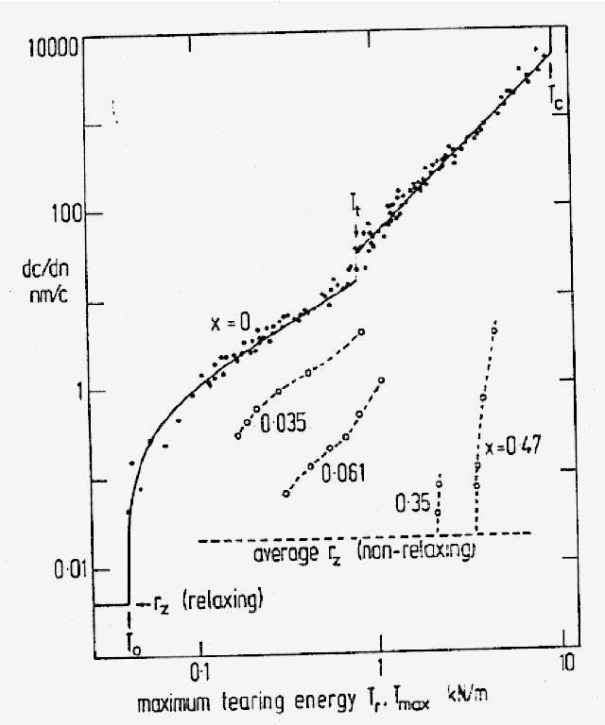


Figure V.2 : Courbe de propagation caractéristique d'un caoutchouc naturel chargé obtenue sur une éprouvette de type "Tensil strip" ou "Single Edge Notched" (SEN). L'indice x indique le rapport de charge[3].

de propagation en estimant la taille du défaut initial. Les publications les plus récentes [4] donnent des prévisions de durées de vie (essais menés à rupture) dans un rapport deux à dix avec les valeurs expérimentales. Dans tous les cas, ces approches traitent de propagations de fissures sous l'effet de chargements en mode I et pour des configurations de défauts bien particulières. Ces approches parraissent mal adaptées à notre problématique pour plusieurs raisons :

- le lieu de l'amorçage n'est pas connu *a priori*,
- la configuration du défaut (fissures semi-elliptiques) est loin de celle qui peut être prise en compte avec une approche de type propagation,
- les chargements sont multiaxiaux et non-proportionnels.
- les approches de type propagation macroscopique ne prennent pas en compte la phase d'amorçage de la fissure.

Les études relatives à la prévision de la durée de vie sans prise en compte directe d'une loi de propagation font partie de ce que l'on appelle les approches en endurance. Elles consistent à relier la durée de vie au chargement appliqué via une loi empirique fonction de ce chargement et éventuellement des caractéristiques matériau. En ce qui concerne les élastomères, de telles études sont rarement rapportées dans la littérature. Busse[5] puis Cadwell et al. [6] ont été parmi les premiers à réaliser ce type d'étude sur les élastomères. La figure V.3 représente les résultats, en termes de nombre de cycles à rupture, d'essais de fatigue de traction-compression. Les éprouvettes utilisées sont tout à fait semblables aux Diabolos.

Ces résultats indiquent de manière quantitative l'évolution de la durée de vie en fonction de l'amplitude de chargement et de l'élongation minimale du cycle. L'élongation est calculée à partir du

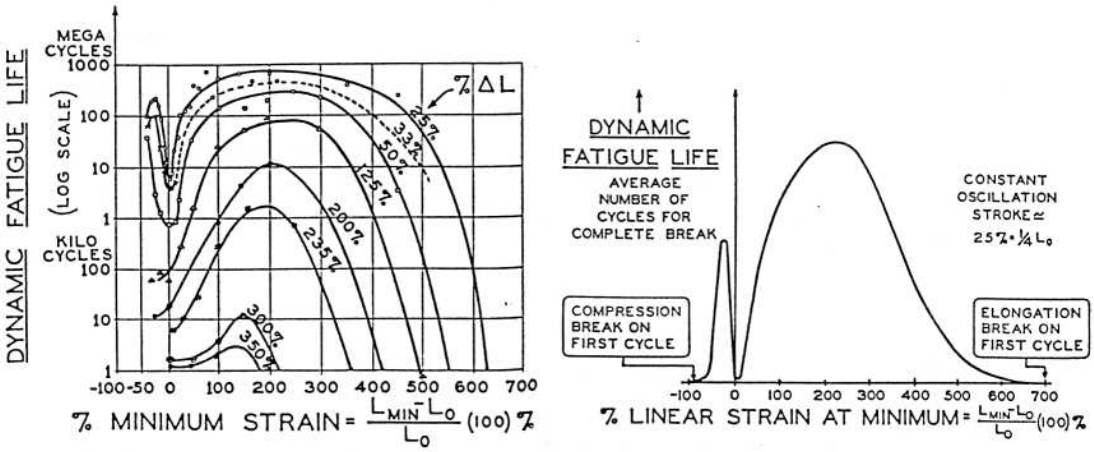


Figure V.3 : Prévisions de durées de vie à amplitude de chargement constante[6].

déplacement imposé aux têtes de l'éprouvette. On retrouve les tendances observées sur les courbes de propagation, à savoir une augmentation de la durée de vie lorsque le niveau de déformation minimal est positif (si l'on considère un comportement hyperélastique en traction-compression simple, la condition $R \geq 0$ équivaut à $L_{min} \geq 0$). Cependant, il existe une valeur de L_{min} pour laquelle L_{max} se rapproche suffisamment de l'élongation à rupture de l'échantillon pour que l'effet de l'endommagement l'emporte sur l'effet du renforcement et que la durée de vie chute à nouveau. Dans le cas d'élastomères non-cristallisables, l'effet du renfort n'est pas observable comme le montre la figure V.4. Il faut noter que, du fait du renforcement observé à rapport de charge positif, **deux paramètres sont nécessaires dans les représentations graphiques proposées par ces auteurs**.

Nous le voyons ici, les résultats de la littérature mettent en évidence la nécessité de l'utilisation de deux paramètres pour décrire complètement la durée de vie en fatigue du caoutchouc naturel. Cependant, à notre connaissance, aucune étude ne propose de critère de durée de vie, sur la base de cette observation. L'objet des paragraphes qui suivent est d'examiner le critère de fatigue proposé lors de la précédente étude [8].

V.2 Le modèle de départ

Nous présentons ici les conclusions de l'analyse des résultats expérimentaux obtenus lors de la précédente étude. Nous aborderons dans un premier temps la partie modélisation en fatigue uniaxiale puis nous aborderons l'extension proposée par l'auteur pour des essais multiaxiaux. Nous précisons que la présentation des travaux de N.André [8] que nous faisons ici résume les conclusions de l'auteur sans prétendre les représenter dans leur totalité.
Avant toute chose, il est nécessaire de donner quelques précisions sur la terminologie employée. Il est usuel en fatigue d'utiliser les notions d'amplitude et de contrainte moyenne, l'une et/ou l'autre ayant des effets plus ou moins marqués sur la durée de vie en fatigue, en fonction du matériau étudié.

La figure V.5 schématise l'évolution d'une variable X (par exemple la contrainte) lors d'une sollicitation cyclique et donne une représentation graphique de ce que nous entendons par valeur moyenne (notée $\overline{X}$) et amplitude (notée ΔX). Lorsqu'il s'agit de travailler sur les contraintes, nous choisirons, sauf indication contraire, la contrainte de Cauchy dans la direction de l'axe du diabolo pour les essais de fatigue uniaxiaux. La valeur de contrainte est déterminée à partir de l'analyse des

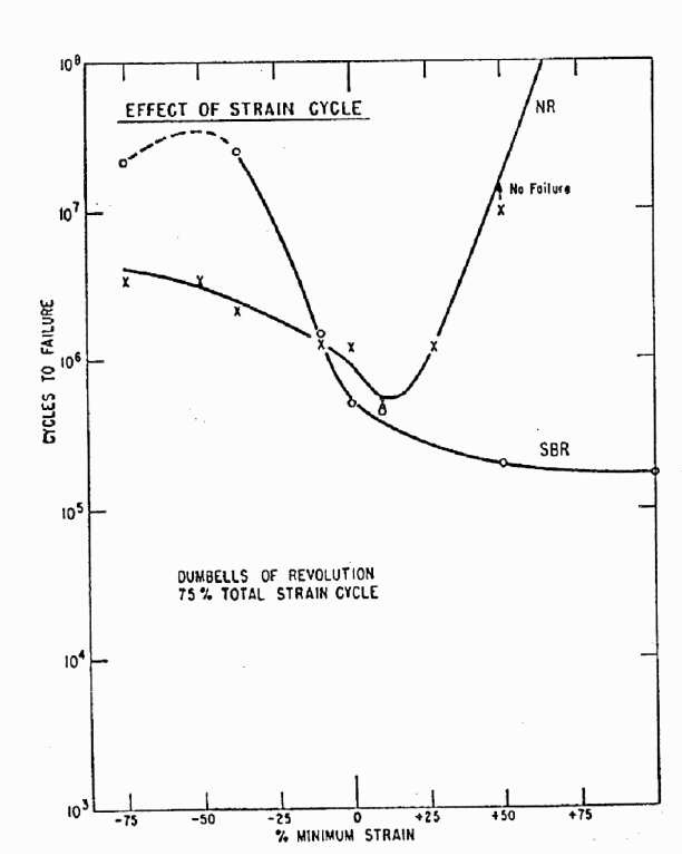


Figure V.4 : Prévisions de durées de vie à amplitude de chargement constante d'après Beatty[7].

résultats de calculs aux éléments finis.

Nous soulignons que le modèle que nous cherchons à établir est un modèle exprimé à partir des variables locales de contrainte ou de déformation dans les zones d'amorçage . Ces variables mécaniques sont obtenues par calcul aux éléments finis. Une fois le critère établi, il sera possible de l'implémenter dans le code de calcul et d'obtenir, en chaque point de la structure, la durée de vie pour une sollicitation donnée.

V.2.1 Les variables critiques

Nous avons vu précédemment que les études portant sur la propagation de fissures s'appuient sur une approche énergétique pour établir des lois de propagation. De plus, d'autres études menées chez Paulstra [9] laissent penser qu'il est possible de corréler le lieu d'amorçage aux zones d'énergie élastique maximale obtenues par calcul E.F. N.André a dans un premier temps analysé les résultats en terme d'énergie élastique maximale atteinte au cours du cycle, en traçant le nombre de cycles à rupture en fonction du maximum de la densité d'énergie élastique atteinte au cours du cycle. La conclusion de l'auteur est que, quel que soit le paramètre porté en ordonnée (contrainte maximale, amplitude de contrainte,...) de tels diagrammes ne permettent pas d'identifier une relation biunivoque entre la durée de vie et le paramètre mécanique considéré. L'analyse des résultats de fatigue obtenus par N. André confirme les conclusions de la littérature sur la nécessité d'utiliser deux paramètres pour la prévision de la durée de vie. L'auteur s'intéresse alors aux représentations en endurance à deux paramètres, également appelées diagrammes de Haigh. L'objectif est de tracer, dans cet espace à deux

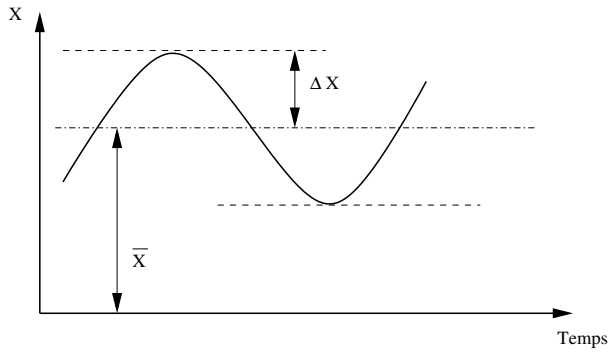


Figure V.5 : Définition de l'amplitude et de la valeur moyenne d'une variable mécanique X au cours d'un essai de fatigue.

paramètres, des iso-durées de vie sur lesquelles il sera défini une contrainte équivalente. La relation entre contrainte équivalente et nombre de cycles à l'amorçage se fera par exemple, par l'utilisation d'une loi puissance :

$$N_i = \left[\frac{\sigma_{eq}(\text{paramètres pertinents})}{\sigma_0}\right]^{\alpha} * 10^5 Cycles$$

σ_0 est une contrainte de normalisation. Elle correspond à la valeur prise par σ_{eq} pour N_i égal à 10^5 cycles. Plusieurs représentations sont proposées. Une nouvelle tentative est faite en utilisant l'énergie maximale et la pression moyenne comme paramètres pertinents. Les résultats sont peu satisfaisants et ne permettent pas de distinguer clairement des iso-durées de vie. Les paramètres retenus sont l'amplitude de contrainte et la contrainte moyenne pour les essais de traction compression sur Diabolos. Un tel diagramme est représenté figure V.6.

Les iso-durées de vie sont obtenues graphiquement en reliant les points de même durée de vie. La dispersion, inhérente aux essais de fatigue, rend cette opération délicate. L'espace ($\overline{\sigma}$, $\Delta\sigma$) est séparé par une droite à rapport de charge (R) nul. Cette droite constitue une ligne de partage entre un domaine à rapport de charge négatif où, à amplitude de chargement constante, la durée de vie et la contrainte moyenne évoluent en sens inverse (l'augmentation de la contrainte moyenne diminue la durée de vie) et un domaine à R positif pour lequel cette tendance est inversée. On a ici une **mise en évidence du phénomène de renforcement**. En assimilant chaque branche $R > 0$ et $R < 0$ à des segments de droites, le critère de fatigue s'exprime de la manière suivante :

$$\sigma_{eq} = \begin{cases} \alpha_1\Delta\sigma + \beta_1\overline{\sigma} & \text{si R} < 0 \\ \alpha_2\Delta\sigma + \beta_2\overline{\sigma} & \text{si R} \geq 0 \end{cases} \tag{V.2}$$

et

$$N_i = \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^{\alpha} \tag{V.3}$$

Pour limiter le nombre de paramètres, nous fixerons α_1=1 (ce qui n'introduit pas de contrainte particulière sur les autres coefficients). De plus la nécessaire continuité du critère à $R = 0$ ($\Delta\sigma$=$\overline{\sigma}$) impose :

$$1 + \beta_1 = \alpha_2 + \beta_2 \tag{V.4}$$

L'auteur propose ensuite une extension de ce critère aux essais multiaxiaux, à savoir les essais de traction-compression sur éprouvette AE2 et AE5 ainsi que les essais de torsion sur AE2 et Diabolos donnés au chapitre II. La comparaison des mesures de l'orientation des fissures et du calcul de l'angle

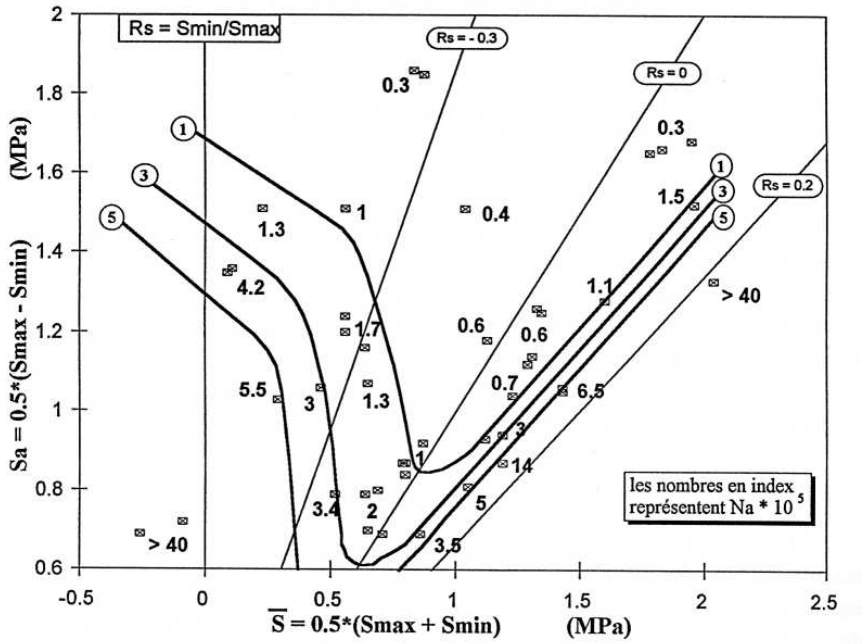


Figure V.6 : Diagramme de Haigh à deux paramètres, $\Delta\sigma$ et $\overline{\sigma}$ pour la prévision de la durée de vie des essais de fatigue en traction-compression sur Diabolos.

des contraintes principales indique un écart d'une vingtaine de degrés entre ces deux directions. Cet écart, très important par rapport aux mesures que nous avons effectuées (présentées partie III.7) peut s'expliquer par la méthode de calcul des directions principales (elles sont calculées à partir d'expressions analytiques qui ne permettent pas de prendre en compte le gradient d'orientation de fissures dans le cas de géométries entaillées) et du manque de prise en compte des rotations matérielles. Cet écart reste suffisamment faible pour permettre à l'auteur d'étendre le critère uniaxial vers le critère multiaxial en utilisant non pas l'amplitude de contrainte axiale mais l'amplitude de contrainte principale. Le terme de moyenne est quant à lui calculé à partir de la moyenne de la trace du tenseur des contraintes soit la pression hydrostatique moyenne($\overline{p}$). L'utilisation du terme de pression est justifié par la nécessité de prendre en compte l'aspect triaxialité des contraintes (cas des géométries entaillées). L'auteur propose alors le diagramme final à deux paramètres ($\overline{p}, \Delta\sigma^P$) donné figure V.7.

Le critère établi en uniaxial (eq. V.2) devient, en multiaxial :

$$\sigma_{eq} = \begin{cases} \alpha_1 \Delta\sigma^P + \beta_1 \overline{p} & \text{si R} < 0 \\ \alpha_2 \Delta\sigma^P + \beta_2 \overline{p} & \text{si R} \geq 0 \end{cases}$$

et

$$N_i = \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0} \right)^{\alpha} \tag{V.5}$$

Le terme d'amplitude est délicat à définir numériquement. En effet, les contraintes principales sont, par convention, classées par ordre croissant à savoir : $\sigma_1^P \geq \sigma_2^P \geq \sigma_3^P$. Prenons l'exemple de la traction-compression. En traction, la plus grande contrainte principale est σ_1^P. En compression, σ_1^P reste la plus grande contrainte principale alors que c'est σ_3^P qu'il faut prendre en compte. L'auteur propose alors de prendre la contrainte principale dont la valeur absolue est la plus grande pour le

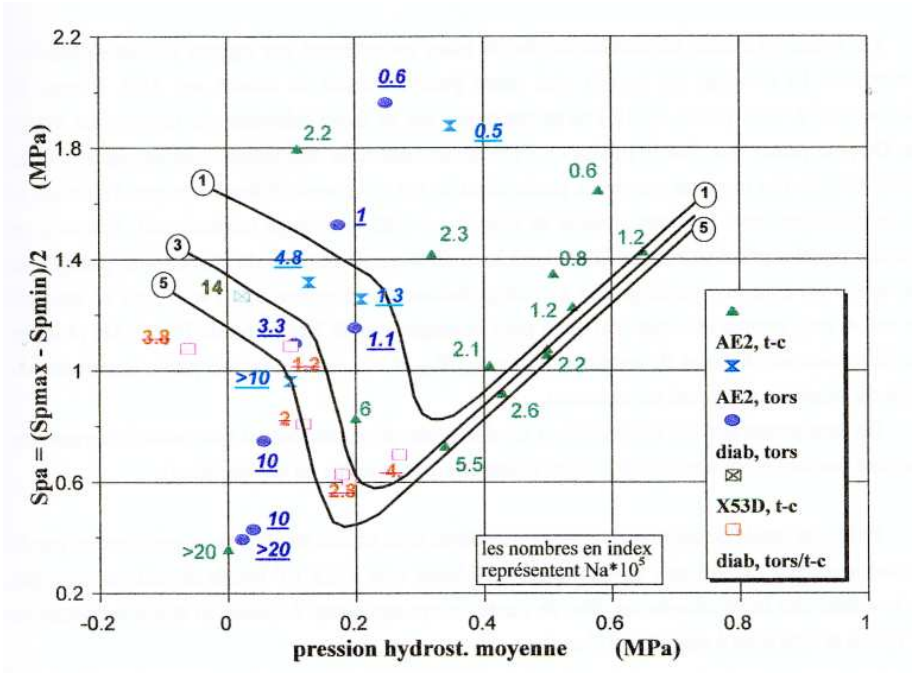


Figure V.7 : Diagramme de Haigh à deux paramètres, $\Delta\sigma$ (Sa) et $\overline{\sigma}$ $(\overline{\sigma})$ pour la prévision de la durée de vie des essais de fatigue sous sollicitation multiaxiale. La légende X53D se réfère à une base de données obtenue sur pièce industrielle par Paulstra.

choix de σ^P_{min}. L'amplitude de contrainte et le rapport de charge sont alors calculés ainsi :

$$\Delta\sigma = \frac{\sigma^P_{max} - \sigma^P_{min}}{2} \text{ et } R = \frac{\sigma^P_{min}}{\sigma^P_{max}}$$

V.2.2 Discussion

L'étude précédente a mis en évidence la nécessité de l'utilisation de deux paramètres pour décrire la durée de vie en fatigue. Elle a également permis d'identifier deux régimes d'endurance en fonction du rapport de charge. Cependant, la définition du critère uniaxial puis multiaxial qui vient d'être proposée soulève certains problèmes. Premièrement, la détermination des iso-durées de vie dans le diagramme de Haigh s'avère délicate et imprécise puisque ces tracés sont réalisés graphiquement.

Deuxièmement, la définition du terme de contrainte minimale au cours du cycle est difficile à intégrer dans un code puisqu'elle nécessite de connaître *a priori* le lieu du trajet de chargement correspondant au niveau minimal du cycle. Dans le cas de chargements multiaxiaux, il est difficile voire impossible de le déterminer *a priori* (par exemple si l'on considère un chargement de traction-compression et torsion alternée hors-phase).

Enfin, le calcul de l'amplitude de contrainte principale est formellement incorrect dès lors qu'il existe une rotation du repère des contraintes principales. Or, ces rotations sont conséquentes pour les essais de torsion sur Diabolos ou AE2 comme le montre la figure V.8. Il faut noter également que même pour des essais de traction sur éprouvettes entaillées, du fait des grandes déformations, il existe une légère rotation des contraintes principales dans certaines parties de l'éprouvette (ces rotations

sont de l'ordre du degré d'angle et pourraient naturellement être négligées).

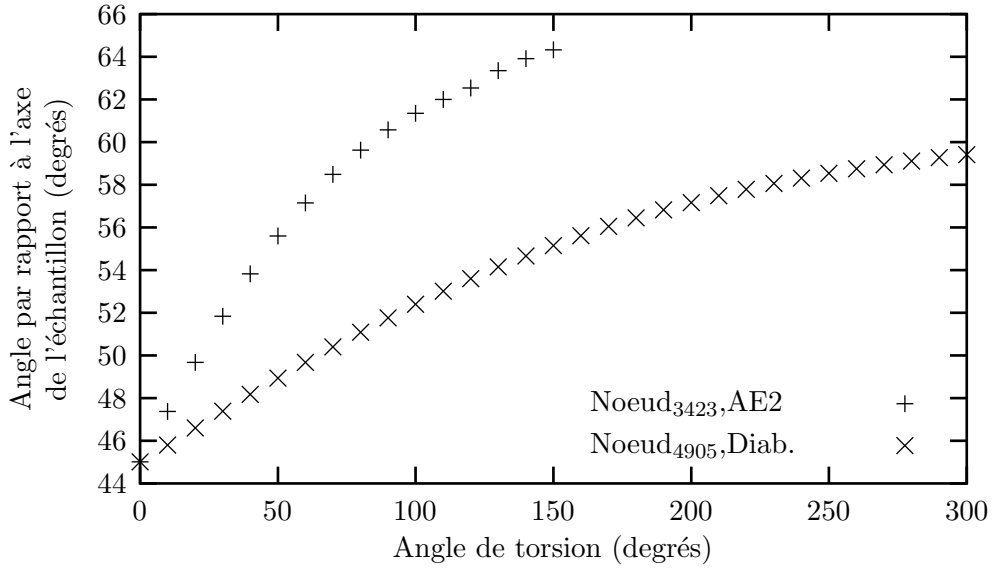


Figure V.8 : Rotation de la plus grande contrainte principale pour un essai de torsion sur Diabolo et AE2. Le nœud est pris en fond d'entaille pour l'AE2 et dans la partie cylindrique pour le Diabolo.

Nous nous proposons dans un premier temps de reprendre le diagramme à deux paramètres ($\overline{\sigma}$,$\Delta\sigma$) dans lequel nous reporterons nos essais. Puis nous proposerons un outil d'optimisation afin d'identifier précisément les paramètres du modèle, sur la base d'iso-durées de vies modélisées par deux segments de droite (eq. V.2). Cette identification nous permettra par la suite de clarifier l'influence de la contrainte de compression sur la durée de vie. Nous proposerons ensuite d'étendre ce critère aux chargements multiaxiaux en prenant soin de tenir compte de la rotation des contraintes principales.

V.3 Extension de la base de données et identification du modèle uniaxial

V.3.1 Dépouillement des résultats de calcul

Les figures V.9 et V.10 donnent l'évolution de la contrainte σ_{22} en peau dans la zone d'amorçage (liset $Zone_{na}$). En traction la concentration de contrainte induite par les congés se localise sur deux éléments (165 et 180), la contrainte étant quasiment égale sur les nœuds 217,218 et 219. En compression, le pli se forme sur le nœud milieu 219. C'est également sur ce nœud que les contraintes de compression sont les plus fortes. Cependant, nous avons vu précédemment que la distorsion de l'élément 180 rend l'exploitation des contraintes et des déformations délicates sur les nœuds qui appartiennent à cet élément. Pour cette raison nous préférerons utiliser les contraintes calculées sur l'élément 165 pour l'identification du critère. De plus, nous avons observé expérimentalement que le fond du pli n'est pas un site privilégié d'amorçage .

Si le gradient autour du nœud 217 est faible en traction, il est fortement marqué en compression (voir figure V.10). Afin de ne pas surestimer les contraintes en compression, nous avons choisi de les moyenner sur l'élément 165. Cet élément semble un bon compromis entre une valeur en fond de pli très

élevée, délicate à exploiter et une valeur hors pli qui ne correspondrait plus à la zone de concentration de contrainte en traction. L'écart entre la moyenne sur l'élément et les valeurs nodales étant inférieur à 5% en traction, nous prendrons la valeur moyenne sur l'élément 165 en traction comme en compression. La courbe finale contrainte/déplacement est donnée figure V.11. L'apparition du pli introduit une nette discontinuité sur la courbe contrainte/déplacement. On remarquera également que l'apparition du pli provoque une relaxation des contraintes de compression en peau dans la partie cylindrique de l'éprouvette. Cette relaxation est due à la mise en tonneau de cette partie de l'éprouvette et provoque un gradient de contrainte σ_{22} entre le coeur et la peau (voir figure V.12).

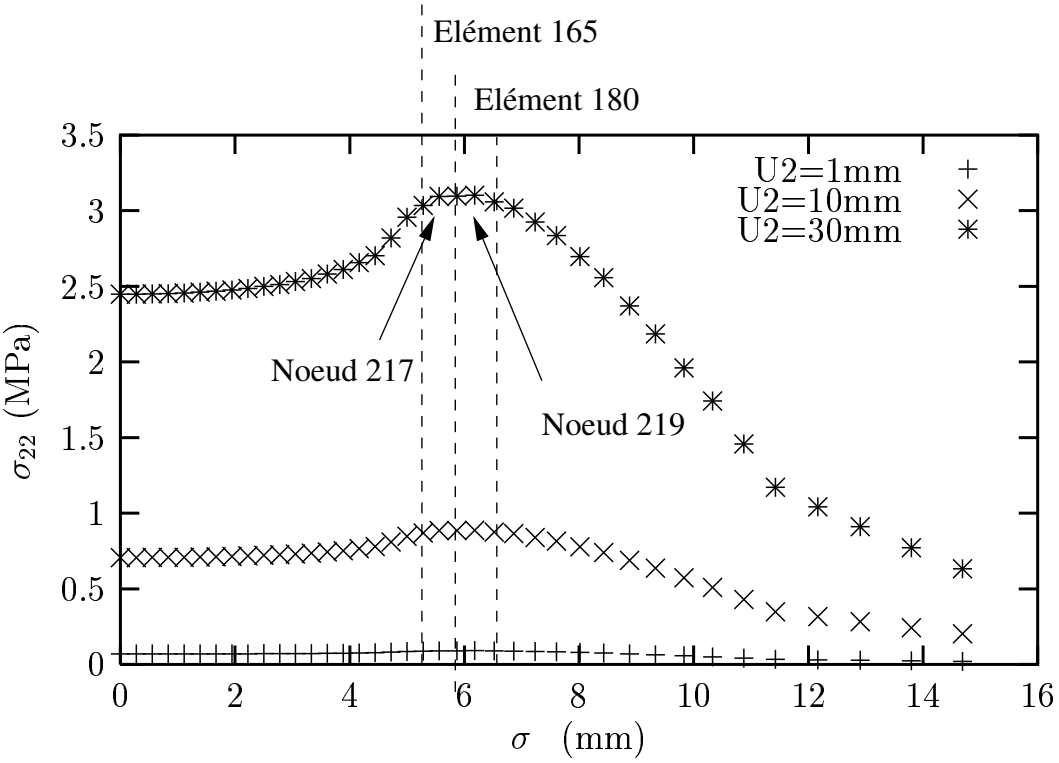


Figure V.9 : Gradient de contrainte σ_{22} (la direction 2 est la direction de traction) à la surface de l'échantillon le long du liset $Zone_{am}$ (S : abscisse curviligne, configuration non-déformée) pour différents déplacements relatifs $U2$ imposés aux têtes de l'éprouvette.

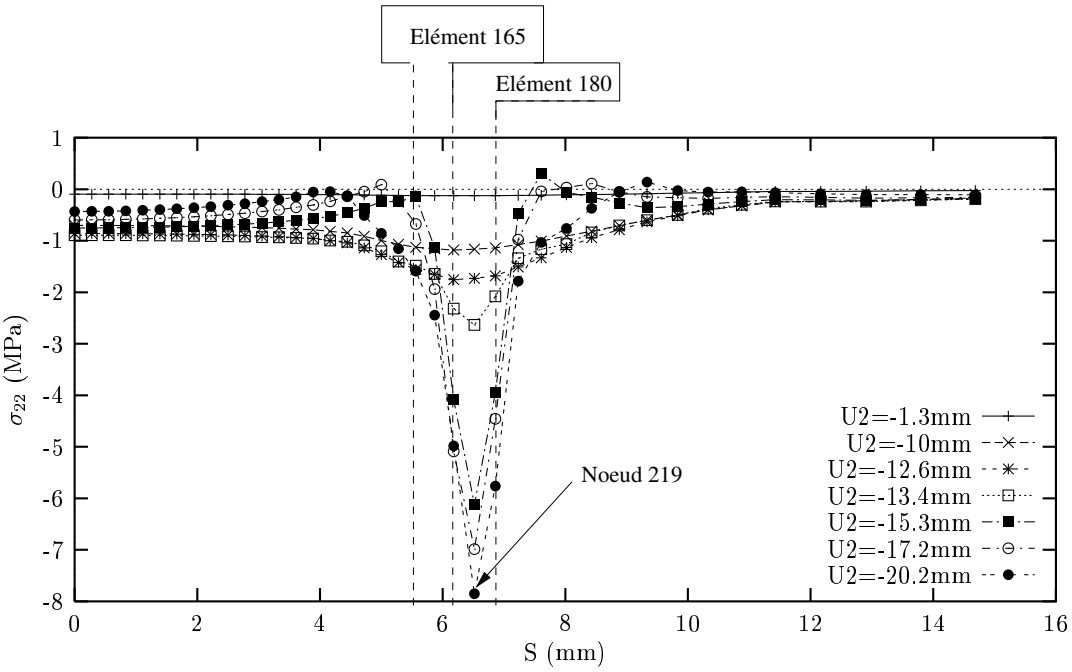


Figure V.10 : Variation de la contrainte σ_{22} (la direction 2 est la direction de traction) à la surface de l'échantillon le long du liset $Zone_{am}$. U2 est le déplacement relatif imposé aux têtes de l'éprouvette.

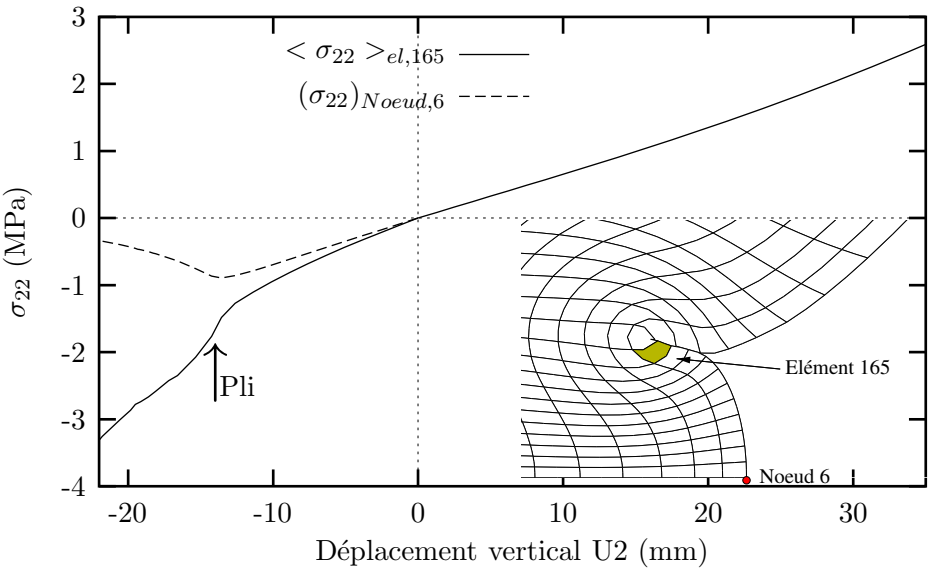


Figure V.11 : Evolution de la contrainte σ_{22}. Moyenne sur l'élément 165.

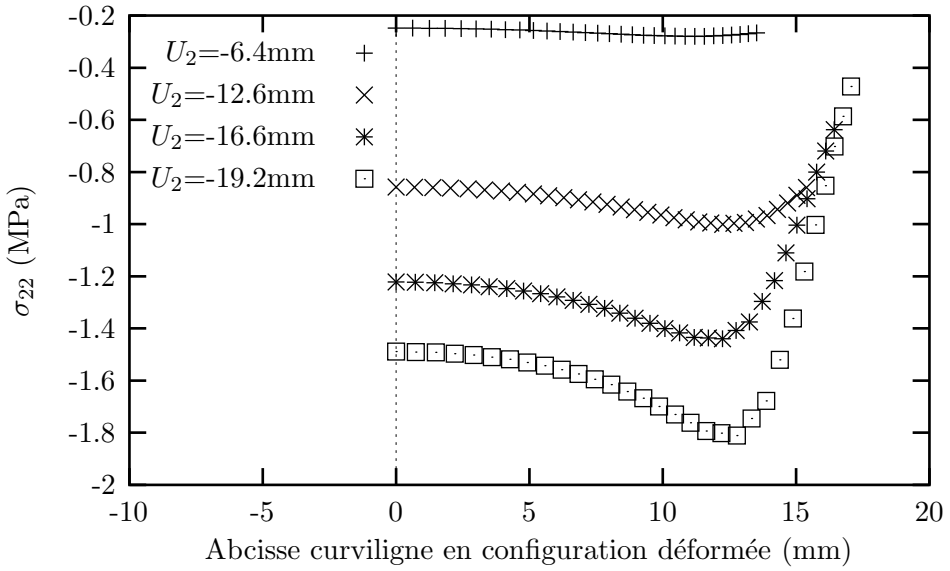


Figure V.12 : Evolution de la contrainte σ_{22} sur le liset *lbas* du diabolo. L'abscisse zéro correspond au centre de l'éprouvette. U2 est le déplacement relatif imposé aux têtes de l'éprouvette.

V.3.2 Méthode d'optimisation

a) Présentation du problème

Nous proposons ici une méthode d'identification des paramètres du modèle permettant d'éliminer toute subjectivité dans la détermination des iso-durées de vie.

De manière générale en théorie de l'optimisation, on définit l'espace d'état comme la représentation mathématique des variables d'entrées du système et l'espace objectif comme celui des variables de sorties. Les méthodes d'optimisation ont pour but d'identifier un ou plusieurs points de l'espace d'état qui maximisent ou minimisent un critère objectif. Le choix de la méthode dépend de la structure de l'espace d'état (continu, discret, etc) ainsi que des modes d'exploration de celui-ci. Le principe d'optimisation est représenté figure V.13.

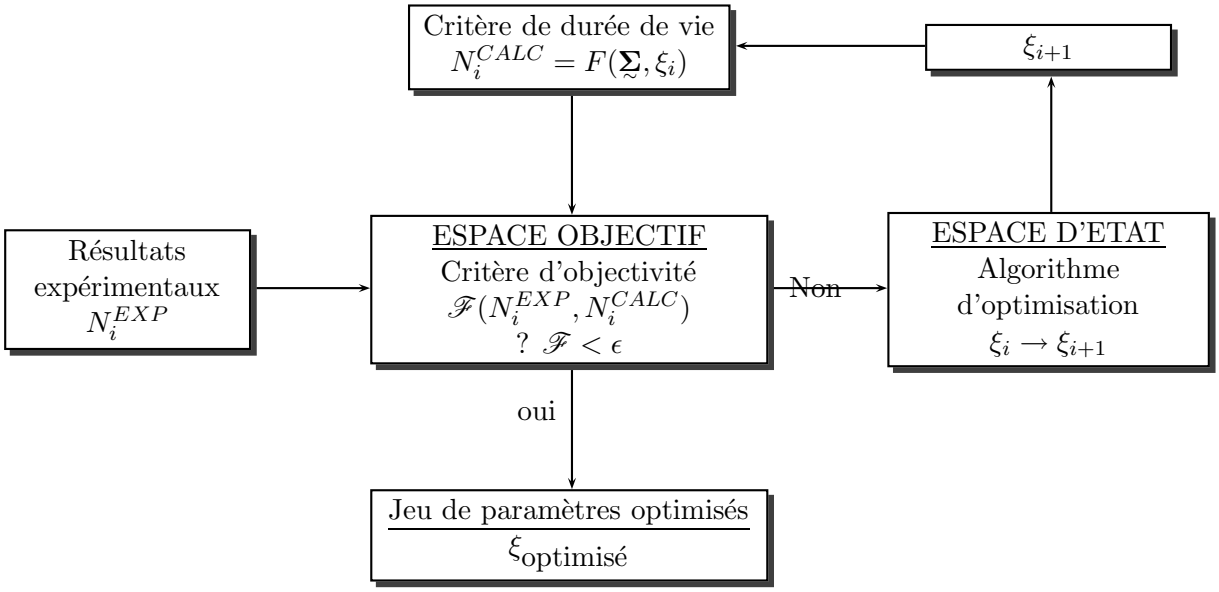


Figure V.13 : Principe d'optimisation.

La variable d'état ξ_i représente le jeu de paramètres de notre critère de fatigue. Il n'existe *a priori* pas de limite sur les paramètres du modèle. Cependant, l'analyse des résultats expérimentaux permet d'estimer une plage de variation (continue) probable pour chacun d'eux, à partir de la représentation graphique (diagramme de Haigh). Cette plage de variation est volontairement estimée au plus large :

- $-10 < \alpha < 0$
- $0.1 < \sigma_0 < 10$
- $0 < \beta_1 < 10$
- $-10 < \beta_2 < 10$
- $-10 < \alpha_2 < 10$

Dans notre problème, l'absence de minima locaux (solutions locales du problème d'optimisation qui ne représentent pas l'optimum sur l'ensemble de l'espace d'état) ou minima multiples (ensemble de

solutions équivalentes) n'est pas garantie. En résumé, notre problème d'optimisation est un problème continu, de dimension finie et avec optima locaux. De plus, comme dans toute modélisation en fatigue, la dispersion des résultats expérimentaux est non-négligeable (cette dispersion favorise la présence d'optima locaux).

b) Choix de l'algorithme

Nous ne nous attacherons qu'aux méthodes pouvant s'appliquer aux espaces d'états continus. Les méthodes d'optimisation les plus courantes sont les méthodes déterministes. Leur principe est basé sur la connaissance ou l'estimation (perturbations sur la variable d'état) de la dérivée de la fonction objectif en chacun des points de l'espace d'état. La solution est déterminée de proche en proche à partir d'un jeu de paramètres initiaux. Le principal désavantage de la méthode est qu'elle ne peut trouver qu'un seul optimum. Dans le cas de problèmes avec optima locaux, la solution obtenue avec ce type d'algorithmes est fortement dépendante du point de départ. La figure V.14 illustre cette dépendance pour un espace d'état à une dimension , Y(X) étant la fonction objectif de la variable à optimiser X.

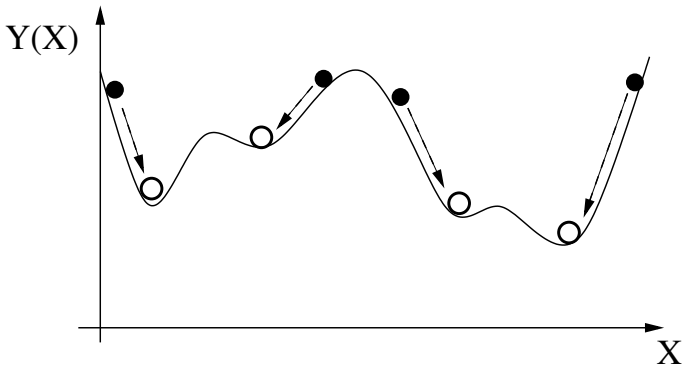
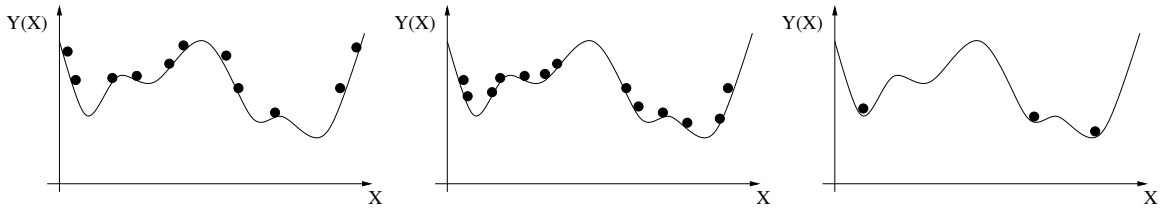


Figure V.14 : Algorithmes déterministes : dépendance vis-à-vis du point de départ. Rond plein : point de départ. Cercle : solution proposée à la fin de l'optimisation.

Les algorithmes déterministes n'étant pas adaptés à notre problème, nous utiliserons des algorithmes stochastiques : les algorithmes génétiques.
Les principes des algorithmes génétiques ont été développés par John Holland [10] sur la base de travaux de biologistes sur la simulation par ordinateur des structures biologiques. L'ouvrage de Goldberg [11] a suscité un regain d'interêt de la communauté scientifique pour ces techniques d'optimisation. Le terme de "génétique" vient de l'utilisation de méthodes calquées sur les principes de sélection naturelle observés en biologie. On parlera alors de population, d'individus et de chromosomes. Les lignes qui suivent décrivent succintement la méthodologie employée. Nous ne nous attarderons pas sur les détails de chacunes de ces étapes. Le lecteur intéressé pourra se reporter aux ouvrages déjà cités ainsi qu'à celui reporté en référence [12]. Dans le problème qui nous intéresse, chaque individu représente un point de l'espace d'état et possède un chromosome qui est une solution possible de l'espace d'état. La population conserve sa définition d'ensemble d'individus. Le mécanisme d'un algorithme génétique est simple. La première étape est la génération aléatoire d'une population initiale P_i. L'adaptation de chaque individu au problème considéré est estimée à partir de la valeur de la fonction objectif qui lui est associée. Puis, l'algorithme sélectionne les meilleurs individus tout en veillant à conserver une certaine diversité dans la population, afin d'explorer au mieux l'espace d'état. La population P_{i+1} est obtenue à partir de deux opérateurs principaux (appliqués consécutivement) : le croisement et la mutation entre les individus selectionnés. L'opération de croisement utilise les chromosomes

existant pour enrichir la population $i+1$ alors que la mutation assure l'exploration de l'ensemble de l'espace d'état. On associe à chacune de ces deux opérations une probabilité fixée à $P_{croisement} = 0.8$ et $P_{mutation} = 0.1$. Le développement des techniques d'optimisation consiste à proposer des méthodes de codages des individus permettant de réaliser ces deux opérations élémentaires de la manière la plus efficace en termes de convergence et de temps de calcul.



(a) P_0 (b) $P_{i_{1..n}}$ (c) P_n

Figure V.15 : Algorithmes génétiques : l'utilisation d'une population de solutions évite les pièges des minima locaux.

Les algorithmes génétiques donnent donc plusieurs solutions au problème d'optimisation (la population finale) (voir figure V.15). La pertinence des solutions proposées a d'autant plus de chances d'être bonne que le nombre d'individus est important. Augmenter ce nombre ralenti bien entendu la convergence, mais le temps de calcul n'est pas un problème pour nous, puisque la simulation est explicite. Nous avons donc réalisé une dizaine de boucles d'optimisation, en utilisant à chaque fois deux cents individus. La partie optimisation est pilotée par l'optimiseur de ZeBuLoN. A chaque itérations les durées de vie sont calculées à partir du jeu de coefficients ξ_i et des équations V.2 et V.3, grâce à une interface programmée en fortran. Chaque solution proposée est ensuite affinée en utilisant une méthode plus classique de type Levenberg-Marquardt (à ce stade nous avons échappé aux minima locaux). Dans toutes les optimisations, la solution finale retenue est celle qui minimise la fonction objectif à la suite de ces deux optimisations successives.

c) Choix de la fonction objectif

A chaque itération la pertinence du jeu de paramètres est estimée en comparant les résultats expérimentaux et numériques, chacun d'eux étant contenu dans deux fichiers distincts. La fonction objectif utilisée dans ZeBuLoN, construite à partir de ces deux fichiers, est donnée par

$$\mathscr{F} = \frac{1}{2N}(y_{c2,i} - y_{c1,i})^2 \tag{V.6}$$

où $y_{c2,i}$ et $y_{c1,i}$ sont les colonnes des deux fichiers à comparer et N le nombre total de points. Dans notre cas, la valeur des durées de vie à comparer s'étend de 0.1 à 10.0 et il est nécessaire d'optimiser le critère sur l'ensemble de cette gamme (le poids attribué à chaque point expérimental est indépendant de sa valeur). Il est clair que l'utilisation de la fonction $\mathscr{F}$ (eq. V.6) favorise implicitement l'optimisation sur les durées de vie élevées. Nous préférerons donc utiliser la fonction suivante :

$$\mathscr{F} = \frac{1}{2N}(log\left(\frac{y_{c2,i}}{y_{c1,i}}\right) - 1)^2 \tag{V.7}$$

Cette fonction permet de donner un poids égal à tous les points expérimentaux tout en conservant la symétrie de $\mathscr{F}$ autour du point expérimental ($\mathscr{F}$ prend la même valeur si la quantité calculée est deux fois plus grande ou deux fois plus petite que la quantité expérimentale).

β_1	β_3	σ_0	α
0.98	-1.43	1.98	-2.4

Tableau V.1 : Résultat de l'optimisation des paramètres du modèle uniaxial.

V.3.3 Résultats et discussion

Résumons les différents paramètres identifiés. Le modèle s'écrit, de manière unifiée :

$$\sigma_{eq} = H(-R)(\Delta\sigma + \beta_1\overline{\sigma}) + H(R)(\alpha_2\Delta\sigma + \beta_2\overline{\sigma}) \tag{V.8}$$

et

$$N_i = \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^{\alpha} \tag{V.9}$$

β_1, α_2, β_2, sont les coefficients des combinaisons linéaires qui relient $\Delta\sigma$ et $\overline{\sigma}$ à la contrainte équivalente, σ_{eq}. La condition de continuité de σ_{eq} à $R = 0$ (eq. V.4) permet de n'identifier que deux des trois coefficients. H est la fonction de Heavyside. Elle rend compte de la bifurcation du critère à $R = 0$. La contrainte de normalisation, σ_0, est la contrainte équivalente pour laquelle $N_i = 1.10^5$ cycles. Elle est identifiée comme paramètre du modèle. Nous avons également réalisé une série d'optimisations en intégrant R comme paramètre (la relation de continuité est alors modifiée). Le résultat obtenu pour R étant proche de zéro ($R_{opt.} = 0.001$) nous conserverons R=0 pour la bifurcation. Les résultats sont donnés tableau V.1.

Le diagramme de Haigh obtenu est donné figure V.16. La dispersion après optimisation est illustrée figure V.17. Les lignes de dispersion en pointillés représentent un facteur deux entre durée de vie calculée et expérimentale. 90% des résultats expérimentaux se placent dans cette bande de dispersion ce qui est, dans le domaine de la fatigue, satisfaisant. Les paramètres obtenus donnent des informations intéressantes sur la durée de vie à R négatif. En effet, on a :

$$\sigma_{eq} = \Delta\sigma + 0.98 * \overline{\sigma} \simeq \Delta\sigma + \overline{\sigma} = \sigma_{max}$$

Il apparaît donc **qu'à rapport de charge négatif, la durée de vie est pilotée par le maximum de la contrainte σ_{22} soit le maximum de la contrainte d'ouverture. La partie du cycle en compression n'endommage pas le matériau.**

Les résultats les plus médiocres en terme de dispersion sont obtenus avec les essais à rapports de charge positif. Les faibles durées de vies sont légèrement surestimées alors que les grandes durées de vie ont tendance à être sous-estimées. L'évolution du rapport entre N_i^{EXP} et N_i^{CALC} en fonction de la contrainte maximale (figure V.18) et minimale (figure V.19) montre que la dérive observée à R positif est indépendante de σ_{max} mais est fortement dépendante de σ_{min} et augmente avec cette dernière. On peut donc en conclure que l'effet du renfort est surestimé à faible contrainte minimale et sous-estimé à forte contrainte minimale. Ce résultat vient du choix fait par l'algorithme de trouver un juste milieu. En effet, si l'on favorise l'optimisation sur les points expérimentaux de durée de vie élevée (ceci peut être fait en donnant un poids différent à chaque point dans la fonction objectif), les faibles durées de vie deviennent largement sous-estimées. Ceci vient d'une hypothèse forte que nous avons fait : la linéarité des iso-durées de vies à rapport de charge positif. Cette linéarité sous-entend une linéarité de l'effet de renfort, ce qui ne semble pas être le cas. De plus, l'effet de renfort apparaît sensible au minimum de la contrainte σ_{22} au cours du cycle et très peu à la contrainte maximale. Ceci paraît difficile à prendre en compte en considérant σ_{eq} comme combinaison linéaire de $\Delta\sigma$ et $\overline{\sigma}$.

L'hypothèse de linéarité des iso-durées de vies convient à R négatif, ce qui confirme le rôle majeur de la contrainte maximale dans le processus d'amorçage et la faible nocivité de la compression.

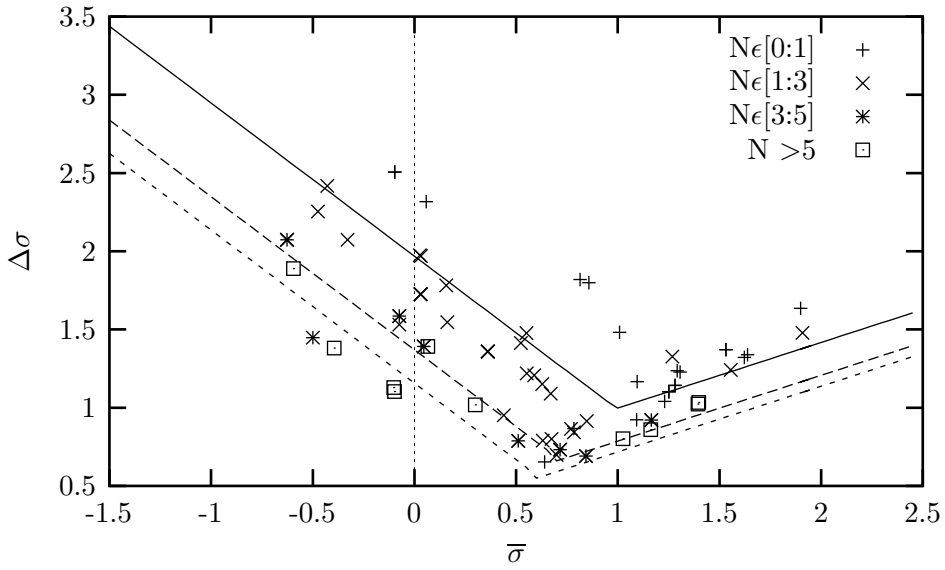


Figure V.16 : Représentation dans le diagramme de Haigh du modèle optimisé. Les nombres de cycles sont indiqués en 10^5 Cycles.

V.4 Conclusions sur le modèle uniaxial

Nous avons mis en place une procédure d'optimisation basée sur l'utilisation de deux méthodes d'optimisation. La première, génétique, permet de s'affranchir de l'existence de minima locaux, la seconde, de type Levendberg-Marquardt, affine la solution à la suite de la première boucle d'optimisation.
L'analyse des résultats de l'optimisation permet de conclure que :

- A rapport de charge négatif : c'est le maximum de contrainte atteint au cours du cycle qui pilote la durée de vie et la contrainte équivalente se résume à $\sigma_{eq} = \sigma_{max}$
- A rapport de charge positif : l'hypothèse de linéarité des iso-durées de vie pose des problèmes vis-à-vis de l'optimisation. Il s'en suit une surestimation de l'effet de renfort à faible durée de vie et une sous-estimation à durée de vie élevée. On notera également une forte sensibilité de l'effet de renfort vis-à-vis de la contrainte minimale au cours du cycle.
- Le critère obtenu après optimisation, même s'il montre une certaine faiblesse à rapport de charge positif, reste acceptable dans le domaine de contraintes exploré. Nous validons donc ce critère pour la modélisation des essais de fatigue uniaxiaux de traction-compression sur Diabolos.

Le chapitre suivant vise à déterminer s'il est possible d'étendre ce critère à des chargements multiaxiaux et, le cas échéant, à proposer un nouveau critère.

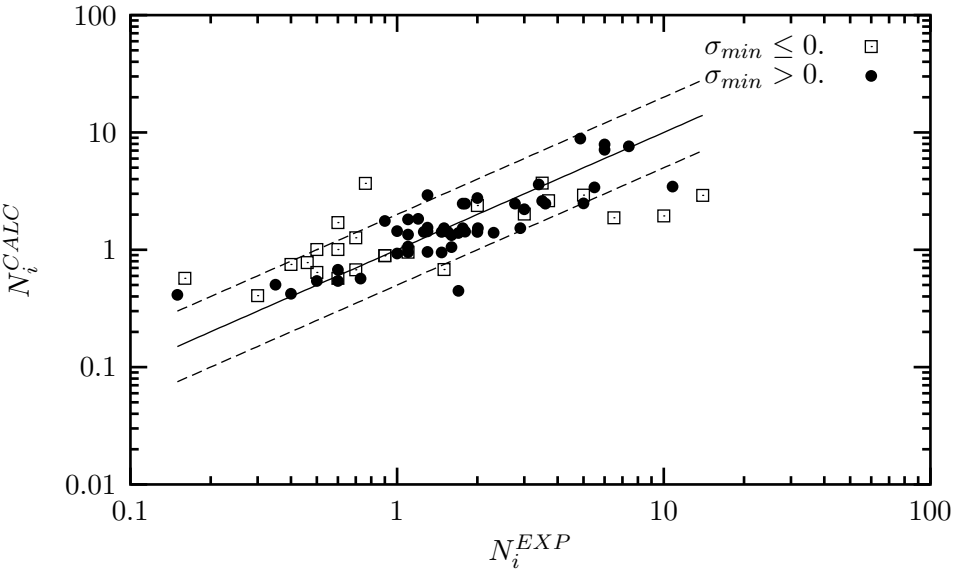


Figure V.17 : Dispersion des résultats de fatigue uniaxiale.

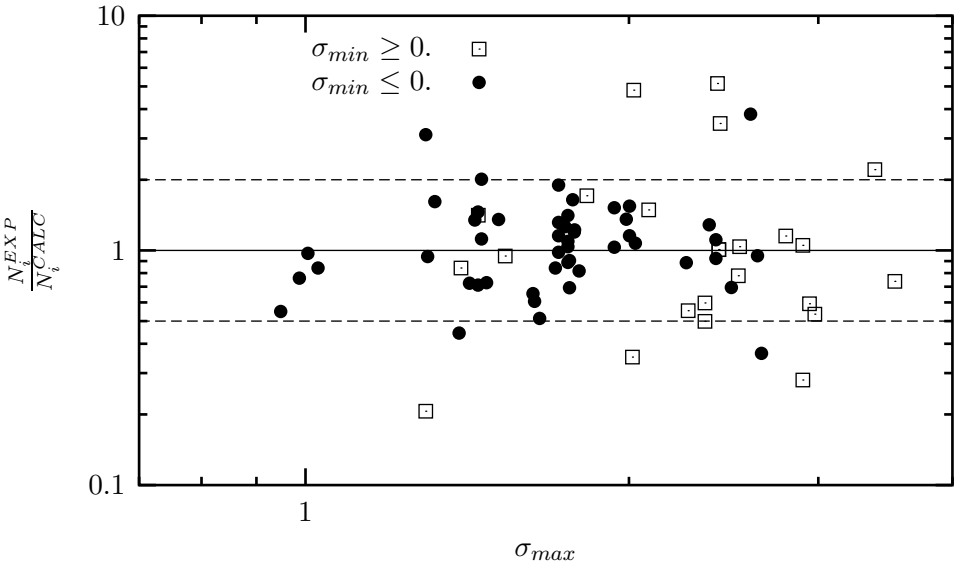


Figure V.18 : Evolution du rapport entre durée de vie expérimentale et calculée en fonction de la contrainte maximale atteinte au cours de l'essai.

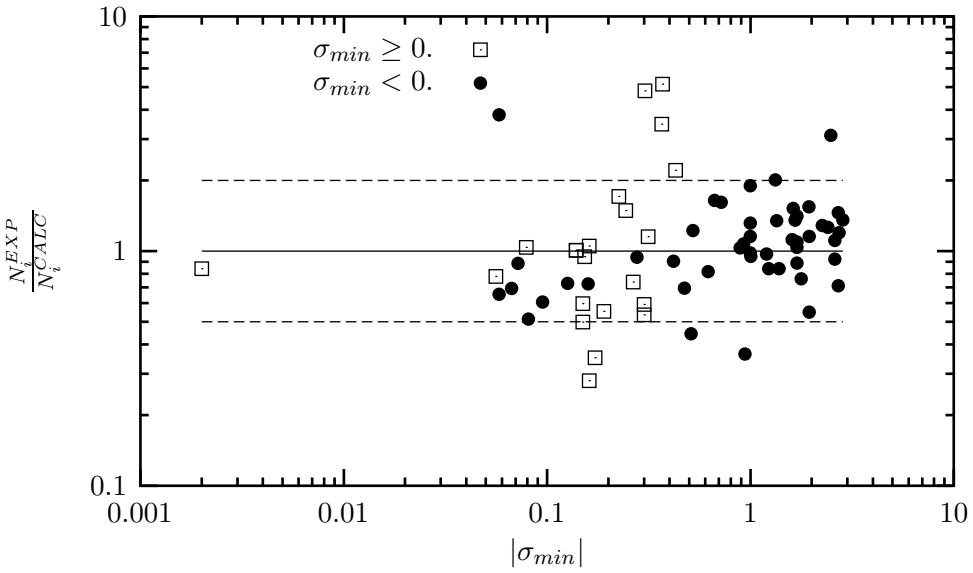


Figure V.19 : Evolution du rapport entre durée de vie expérimentale et calculée en fonction de la valeur absolue de la contrainte minimale atteinte au cours de l'essai.

Bibliographie

[1] R.S. Rivlin and A.G. Thomas. Rupture of rubber. part i : Characteristic energy for tearing. *J. Polym. Sci.*, 10:291–318, 1953.

[2] G. J. Lake. Fatigue and fracture of elastomers. *Rubber Chem. Technol.*, 68:435–458, 1995.

[3] P. B. Lindley. Relation between hysteresis and the dynamic crack growth resistance of natural rubber. *Int. J. Frac.*, 9:449–462, 1973.

[4] J.J.C. Bushfield, A.G. Thomas, and M.F. Ngah. Application of fracture mechanics for the fatigue life prediction of carbon black filled elastomers. In Dorfmann & Muhr, editor, *Constitutive Models for rubbers*, 1999.

[5] W.F. Busse. *Ing. Eng. Chem.*, 26:1194, 1934.

[6] S. M. Cadwell, R. A. Merrill, C. M. Sloman, and F. L. Yost. Dynamic fatigue life of rubber. *Industrial and engineering chemistry*, 12:19–23, 1940.

[7] J.R. Beatty. Fatigue of rubber. *Rubber Chem. Technol.*, 37(5), 1964.

[8] N. André. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1998.

[9] F. Hourlier. Communication privée. 1995.

[10] J.H. Holland. *Adaptation in Natural and Artificial Systems.* University of Michigan Press, 1975.

[11] D.E. Goldberg. *Algorithms in search, optimization and machin learning.* Reading MA Addison-Wesley, 1989.

[12] L. Dave. *Handbook of genetic algorytms.* Van Nostrand Reinhold, New-York, 1991.

Chapitre -VI-

Modélisation de la durée de vie : cas multiaxial

Le critère uniaxial permet de décrire correctement la durée de vie pour les essais de traction-compression sur Diabolos. Ce chapitre a pour objectif de proposer un critère applicable à l'ensemble de nos essais. Deux approches sont proposées. La première est basée sur l'utilisation d'invariants du tenseur des contraintes. La seconde, plus complexe, est basée sur une prise en compte directe des rotations matérielles. L'annexe A-IV regroupe les calculs de durées de vie en traction-compression sur Diabolo nécessaires à l'identification des critères développés dans ce chapitre.

Sommaire

VI.1 Un critère formulé à partir d'invariants 162
VI.1.1 Définition d'un terme d'amplitude 162
VI.1.2 Définition du critère 163
VI.1.3 Résultats et discussion 164
VI.1.4 Prévisions de la durée de vie 165
VI.1.5 Conclusions sur ce critère 170
VI.2 Approche par plan critique 170
VI.2.1 Position du problème 170
VI.2.2 Les variables critiques 170
VI.2.3 Identification et discussion 173
VI.3 Validité du critère pour les essais multiaxiaux 176
VI.3.1 Implémentation 176
VI.3.2 Orientation des fissures et rotations matérielles 179
VI.3.3 Localisation de l'amorçage 182
VI.3.4 Prévision de la durée de vie 192
Bibliographie 201

Nous venons de voir comment il était possible de modéliser la durée de vie en fatigue sous sollicitations uniaxiales. Ce chapitre s'intéresse à l'extension de ce critère à des sollicitations multiaxiales.

Lors de la précédente étude, N. André avait proposé d'étendre ce modèle en utilisant un terme d'amplitude de contrainte principale et de pression moyenne. Or nous savons que pour la majeure partie de nos essai il existe de fortes rotations du repère des contraintes principales. Pour cette raison une telle approche n'est pas envisageable. Nous proposons donc dans un premier temps de calculer un terme d'amplitude permettant la prise en compte de ces rotations.

VI.1 Un critère formulé à partir d'invariants

VI.1.1 Définition d'un terme d'amplitude

Dans le cas de chargements multiaxiaux non-proportionnels, la rotation du repère des contraintes principales interdit l'utilisation d'une amplitude comme elle a été définie précédemment. Les travaux réalisés dans le domaine de la fatigue multiaxiale par Sines et Crossland ont montré l'adéquation du second invariant du déviateur des contraintes pour définir une amplitude sous chargement multiaxial[1]. Cette amplitude de contrainte, appelée ΔJ_2, représente le diamètre minimal d'une sphère contenant le trajet de chargement. On utilise pour cela la contrainte équivalente au sens de Mises comme norme de $\Delta\sigma$:

$$J_2^\star(\Delta\sigma) = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{3}{2}\Delta\underset{\sim}{\mathbf{s}} : \Delta\underset{\sim}{\mathbf{s}}}, \tag{VI.1}$$

$$\text{où } \Delta\underset{\sim}{\mathbf{s}} = \Delta\underset{\sim}{\sigma} - \frac{1}{3}tr\left(\Delta\underset{\sim}{\sigma}\right) \quad \text{est le déviateur de } \Delta\underset{\sim}{\sigma}$$

Deux méthodes de calcul de ΔJ_2 sont implantées dans ZeBuLoN : la méthode de double maximisation et la méthode de mémorisation progressive. Chacune de ces deux méthodes sont décrites en détail annexe A-III.

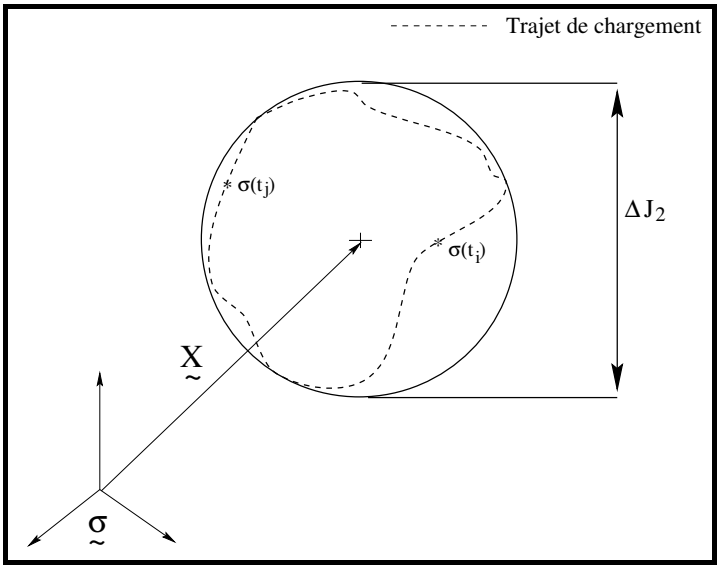


Figure VI.1 : Schématisation de l'amplitude de contrainte dans le cas d'essais multiaxiaux

Cette définition de l'amplitude présente l'avantage d'être exprimée à partir d'un invariant de $\Delta\sigma$. L'opération de soustraction $(\underset{\sim}{\sigma}_{t_i} - \underset{\sim}{\sigma}_{t_j})$ est réalisée directement sur les tenseurs et donc sur des quantités

exprimées dans le même repère. Les problèmes asssociés à la rotation d'un repère particulier ont donc disparu.

VI.1.2 Définition du critère

A partir de la définition de l'amplitude que nous venons de présenter, il est possible de définir un critère, extension du critère uniaxial décrit au chapitre précédent, applicable à tous types de chargement multiaxial. Le terme de moyenne sera défini à partir du premier invariant du tenseur des contraintes : la pression hydrostatique. La pression moyenne est alors définie par :

$$\overline{\sigma} = \frac{Trace(\underset{\sim}{\sigma})_{min} + Trace(\underset{\sim}{\sigma})_{max}}{2} \tag{VI.2}$$

Ce critère multiaxial doit bien entendu être applicable aux essais uniaxiaux. Dans le cas du chargement de traction-compression sur Diabolo, il y a égalité entre $J_2^\star$ et $\Delta\sigma$ (voir figure VI.2). Pour la pression, la situation est plus délicate. Dans le cas d'un chargement de type traction uniaxiale, la pression est égale au tiers de la contrainte σ_{22}. Il existe, sur le Diabolo, un léger effet de structure qui modifie cette valeur de un tiers dans la zone de dépouillement (voir figure VI.3). Cet effet de structure donne un taux de triaxialité légèrement supérieur en traction ($p = 0.35 * \sigma$). L'effet est plus marqué en compression ($p = 0.43 * \sigma$). De plus, l'apparition du pli provoque une forte non-linéarité de la relation σ_{22}/p. La relation entre $\overline{p}$ et $\overline{\sigma}$ n'est donc pas biunivoque et la transposition directe du diagramme de Haigh n'est plus possible. Deux solutions s'offrent à nous :

- ré-identifier complètement le critère en maintenant l'hypothèse de linéarité des iso-durées de vie. Il n'y aura alors plus équivalence des deux représentations $(\Delta\sigma, \overline{\sigma})$ et $(J_2^\star, \overline{p})$,
- tester ce critère sur des essais multiaxiaux dans le domaine de validité de linéarité entre $\overline{\sigma}$ et $\overline{p}$ à savoir $p\ \epsilon[-0.5 : 5]$.

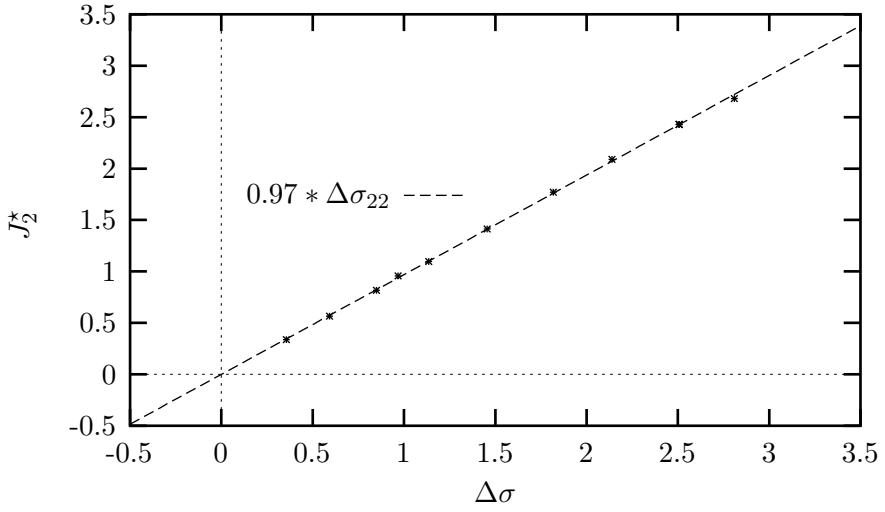


Figure VI.2 : Relation entre l'amplitude de contrainte et $J_2^\star$ pour les essais uniaxiaux.

Dans un premier temps nous nous proposons de conserver l'équivalence des deux représentations en limitant le domaine de pression exploré. Puis, si le critère s'avère robuste, nous adopterons la première solution afin d'élargir le domaine de validité. Les coefficients utilisés sont donnés tableau VI.1. Ils sont calculés à partir de ceux obtenus pour le critère uniaxial et en utilisant les relations de

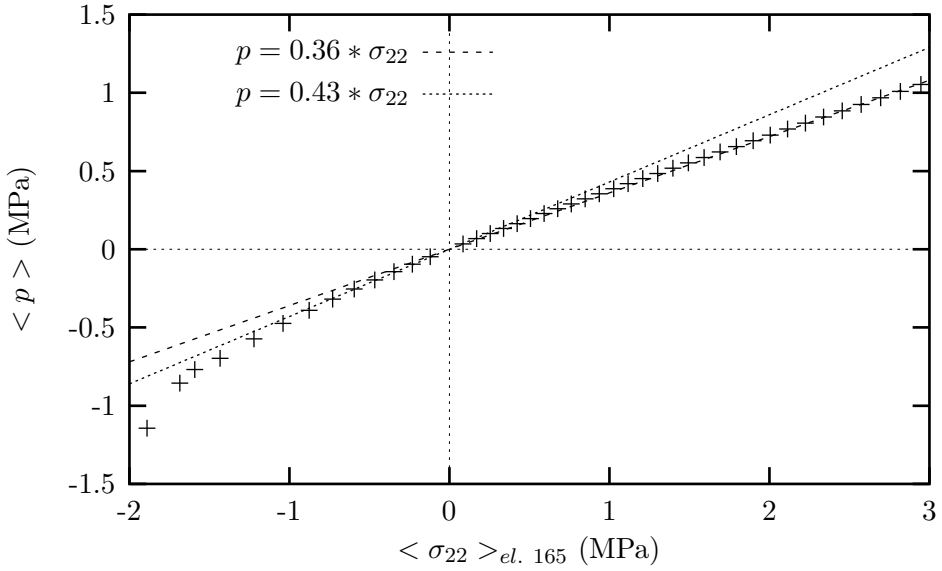


Figure VI.3 : Relation entre la contrainte axiale et la pression sur l'élément 165 pour les essais uniaxiaux.

β_1	β_2	α_2	σ_0	α
2.72	-4.1	3.41	1.98	-2.6

Tableau VI.1 : Coefficient du modèle exprimé à partir des invariants.

proportionalité entre $J_2^\star$, p et σ.
L'utilisation des invariants permet de rendre la définition du critère mathématiquement correcte pour tout type de chargement mais fait perdre deux informations : l'aspect directionnel de l'endommagement et la notion de rapport de charge. Or, la définition du critère uniaxial (chapitre V, équation V.2) fait intervenir le rapport de charge en tant que critère de bifurcation. Il est donc nécessaire d'obtenir une condition équivalente dans le cas de chargements multiaxiaux. Considérons un point M de l'espace $(\Delta\sigma, \overline{\sigma})$. Quelle que soit sa position, il se situe à l'intersection de deux droites représentatives des iso-durées de vie du critère (voir figure VI.4). Tous les points appartenant à une même droite ont la même contrainte équivalente. Nous avons donc deux valeurs de contraintes équivalentes au point M entre lesquelles il faut trancher. La figure VI.4 montre que la contrainte équivalente, au point considéré, est la valeur minimale des deux contraintes équivalentes σ_{eq}^1 et σ_{eq}^2, d'où :

$$\sigma_{eq} = Min\left(J_2^\star + \beta_1\overline{p}, \alpha_2 J_2^\star + \beta_2\overline{p}\right) \tag{VI.3}$$

$$\text{et } N_i = \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^\alpha \tag{VI.4}$$

VI.1.3 Résultats et discussion

Nous venons de proposer un modèle de prévision de la durée de vie sous chargements multiaxiaux. Les paragraphes qui suivent visent à déterminer si le critère $(J_2^\star\ ,\overline{p})$ ou encore C_{IBC}[1], permet effectivement

[1]I.B.C. : Invariant Based Criterion

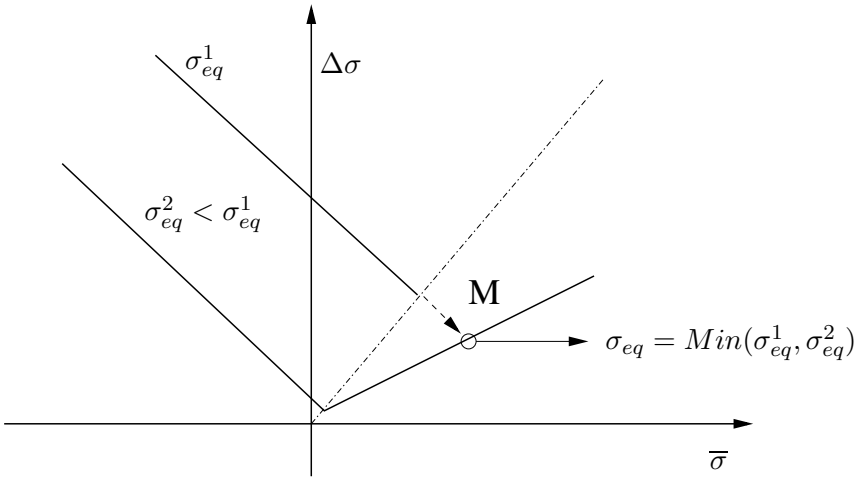


Figure VI.4 : Relation équivalent à la bifurcation à R=0 dans le cas de chargements multiaxiaux.

cette prévision en termes de localisation de l'amorçage et prévision de la durée de vie. Le critère C_{IBC} a été implanté en utilisant directement les outils disponibles dans le post-processeur de ZeBuLoN. Le calcul peut être réalisé soit aux points de Gauss, soit aux noeuds.

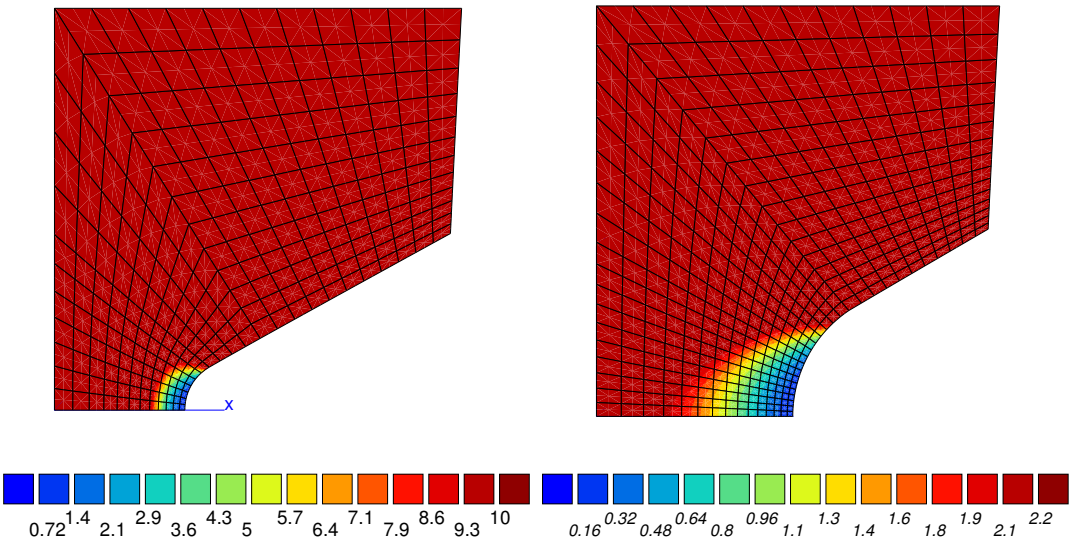
a) Localisation de l'amorçage

La figure VI.5 donne les cartographies de nombre de cycles à l'amorçage pour les deux type de géométries entaillées. L'amorçage se localise dans la zone où la durée de vie est minimale. La zone d'amorçage est donc représentée en bleu sur les cartographies. Quel que soit le type d'essai (rapport de charge positif ou négatif) la localisation est obtenue en fond d'entaille. La localisation donnée par le critère correspond bien à la localisation observée expérimentalement. On remarquera que le gradient de durée de vie est beaucoup plus marqué sur l'AE2 que sur l'AE5 comme c'était le cas pour les gradients de contraintes. Dans le cas de la torsion sur AE2, l'amorçage est localisé une nouvelle fois en fond d'entaille. La figure VI.6 donne une cartographie du nombre de cycles à l'amorçage pour l'essai AE2-TO-6 (0-80°). Le zoom sur la zone d'amorçage en coupe (figure VI.6(c)) indique qu'il existe un fort gradient de durée de vie puisque le rapport de durée de vie entre le point de Gauss en fond d'entaille et celui situé juste derrière est de l'ordre de 4. En torsion sur Diabolo, l'amorçage est localisé dans la partie cylindrique de l'éprouvette sans faire apparaître les congés comme des zones privilégiées de l'amorçage , ce qui correspond aux observations expérimentales.

Seul le cas de la traction-compression cyclique et torsion statique semble poser des problèmes viv-à-vis de la localisation. Dans ce cas l'amorçage est très nettement localisé en peau bien que expérimentalement l'amorçage soit systématiquement observé en interne. De plus, la rupture apparaît sans qu'aucun endommagement n'apparaisse en surface, ce qui laisse penser que la zone de peau présente une durée de vie très élevée. Ce critère ne permet pas d'en rendre compte.

VI.1.4 Prévisions de la durée de vie

Nous allons maintenant nous intéresser à la capacité du critère C_{IBC} à prévoir la durée de vie pour les chargements multiaxiaux précités. Abordons tout d'abord les essais de traction-compression sur



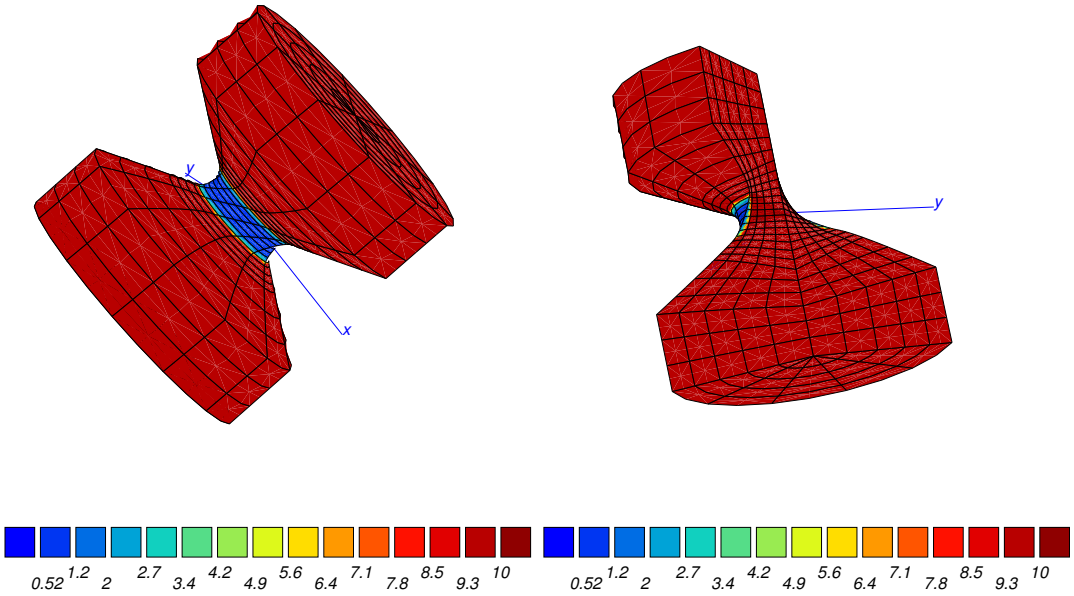
(a) Essai AE2-TC-9 (b) Essai AE5s1

Figure VI.5 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE2 et AE5.

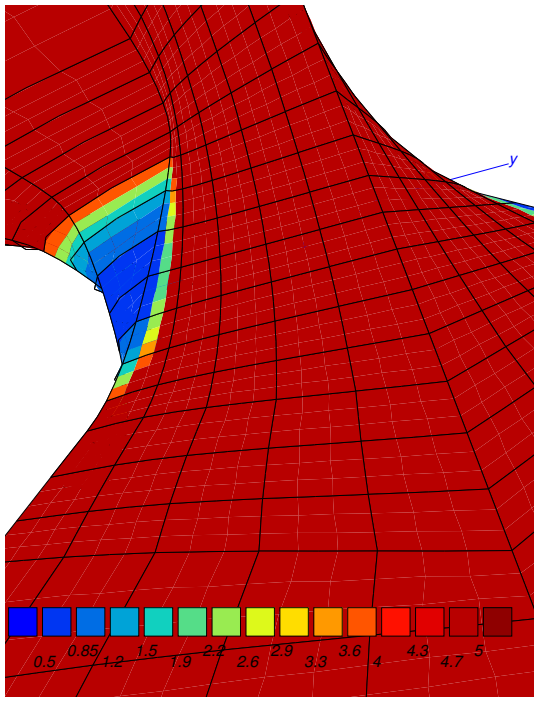
AE5. La figure VI.8 compare, dans un graphique log-log, les durées de vie expérimentales aux durées de vies calculées. C_{IBC}surestime les valeurs de durées de vie sur la majeure partie des essais, bien que les résultats restent dans la bande de dispersion obtenue sur les essais uniaxiaux. Nous avons vu précédemment que, lors du calcul, nous sommes amenés à faire un choix entre deux valeurs de contraintes équivalentes. Il est donc possible de savoir pour chaque essai s'il est considéré par le critère comme un essai avec ou sans renforcement. Les essais considérés "avec renforcement" sont indiqués par une étoile dans le tableau VI.2. Nous voyons ici que C_{IBC} donne un caractère renforçant aux essais de traction-compression sur AE avec une composante de compression modérée. La surestimation de la durée de vie ne vient donc pas de la dispersion naturelle des résultats de fatigue mais d'une véritable tendance à la surestimation C_{IBC} pour ce type d'essai.

Ref.	N_i^{EXP}	N_i^{CALC}
AE5s1	0.1	0.12*
AE5s2	0.1	0.19*
AE5s3	0.3	0.46*
AE5s4	0.6	0.86*
AE5s5	1.0	1.27*
AE5s6	2.9	5.53*
AE5s7	1.0	0.80
AE5s8	3.0	1.83

Tableau VI.2 : Durées de vie expérimentales et calculées pour le critère exprimé à partir des invariants. L'étoile indique les essais calculés par la composante "renforcement" du critère.



(a) (b) coupe de (a)



(c) Zoom de la coupe au niveau de l'entaille

Figure VI.6 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage (calcul aux points de Gauss) en torsion sur AE2 pour le critère C_{IBC}. Essai AE2-TO-6 .

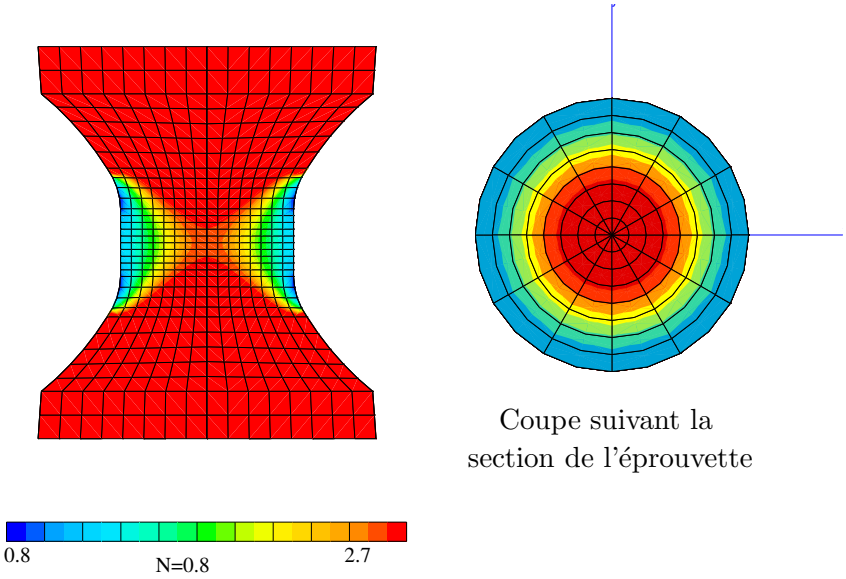


Figure VI.7 : Localisation de l'amorçage en traction-compression cyclique et torsion statique de 60° sur Diabolo pour le critère C_{IBC}.

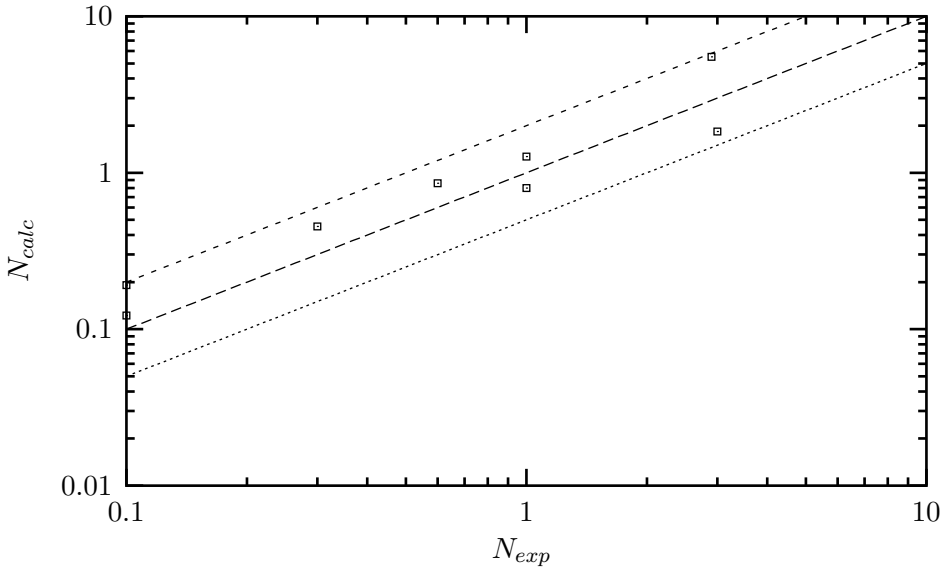
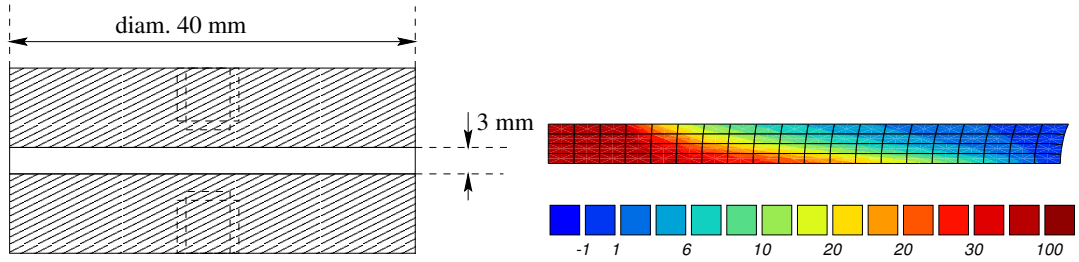


Figure VI.8 : Comparaison entre durées de vie expérimentales et durées de vie calculées en traction-compression sur AE5. Critère C_{IBC}.

L'explication se situe dans l'écriture même de C_{IBC}. Nous avons explicité C_{IBC} de manière à retrouver le critère uniaxial en traction-compression. Cette équivalence est vraie du point de vue des valeurs numériques des termes d'amplitude et de moyenne. Cependant, elle introduit une différence majeure du point de vue de la nature de chacun de ces termes. En effet, pour C_{IBC}, le terme de moyenne est calculé à partir de la partie hydrostatique du tenseur des contraintes alors que le terme d'amplitude, lui, n'est sensible qu'à la partie déviatorique du tenseur des contraintes. Ceci n'est pas le cas pour le critère uniaxial puisqu'il utilise directement la contrainte σ_{22} qui comprend une composante hydrostatique et une composante déviatorique. Par conséquent, sur des essais à fort taux de triaxialité, le critère multiaxial va systématiquement donner un terme de moyenne beaucoup plus grand que le terme d'amplitude. La combinaison d'une faible amplitude et d'une forte contrainte moyenne place ces essais dans la partie "renforcement" de l'espace ($J_2^\star$,p). Ces essais seront donc systématiquement calculés comme des essais avec renforcement ce qui, dans la plupart des cas, ne correspondra pas à la réalité de l'essai. L'écriture de C_{IBC} conduit donc naturellement à une surestimation des durées de vie. Prenons pour démonstration, le cas d'essais de fatigue sur les éprouvettes dont la géométrie est définie figure VI.9.



(a) Schéma (b) Taux de trixialité en traction

Figure VI.9 : Eprouvettes à très fort taux de triaxialité. Le maillage (b) correspond au quart de la partie NR de l'éprouvette shématisé en (a). La traction est effectuée dans la direction de l'axe de symétrie. .

Ces éprouvettes, axisymétriques, possèdent un rapport diamètre/hauteur proche de 17, ce qui permet d'atteindre des taux de triaxialité particulièrement élevés (voir figure VI.9(b)). L'état de contrainte est quasiment un état de pression hydrostatique. L'incompressibilité du NR permet d'obtenir de très fortes contraintes avec très peu de déformation. La déformation se localise sur les bords libres où le taux de triaxialité chute. Ce type de calcul est particulièrement délicat vis à vis des conditions d'incompressibilité et pose rapidement des problèmes de convergence. Quelques essais de fatigue ont été réalisés par Paulstra sur ce type d'éprouvette et des résultats obtenus sur des éprouvettes similaires sont relatés dans la littérature [2]. L'observation des faciès de rupture indique une multitude d'amorçage à l'intérieur de l'éprouvette. La zone de rupture finale est annulaire, comme pour les essais de traction-compression et torsion statique ce qui laisse penser que la zone de peau n'est pas la zone privilégiée d'amorçage . Nous voyons que sur ce type d'éprouvette, pour un essai de traction compression, le terme d'amplitude est nul. La durée de vie calculée est alors infinie quel que soit le chargement appliqué, contrairement à ce qui est observé expérimentalement.

Bien entendu, de tels taux de triaxialité sont rarement obtenus sur les pièces industrielles et sont loin de ceux que nous rencontrons sur nos essais. Cependant, ces essais permettent de comprendre l'origine de la la surestimation de la durée de vie observée sur les géométries entaillées. L'application

de C_{IBC} aux essais sur AE2 indiquent la même tendance.

VI.1.5 Conclusions sur ce critère

L'écriture du critère multiaxial à partir des invariants du tenseur des contraintes qui vient d'être proposée ne permet pas de décrire les résultats expérimentaux, tant du point de vue de la localisation de l'amorçage que du point de vue de la prévision de la durée de vie.
Nous venons de mettre en évidence la nécessité de **ne pas dissocier la partie déviatorique de la partie hydrostatique dans le calcul des termes d'amplitude et de moyenne**.
Nous avons ici une **justification de notre approche en contrainte plutôt qu'en déformation ou en énergie**. En effet, l'utilisation de termes de déformation ou d'énergie élastique comme variables critiques sous-entend que la durée de vie est essentiellement pilotée par la composante déviatorique du chargement, ce qui n'est pas le cas. De plus, l'utilisation des invariants ne nous permet pas de prendre en compte l'aspect directionnel de l'endommagement.
Les paragraphes qui suivent ont pour but de présenter un critère dont l'écriture permettra de prendre en compte la rotation du répère principal tout en conservant l'aspect directionnel de l'endommagement.

VI.2 Approche par plan critique

VI.2.1 Position du problème

Nous nous proposons ici de redéfinir un critère de fatigue permettant de prendre en compte la rotation du repère des contraintes principales. D'autre part, nous souhaitons que les paramètres pertinents intègrent certains aspects des mécanismes de renforcement (chapitre I) et d'endommagement (chapitre III) étudiés précédemment et rappelés ici:

- Mécanisme de renforcement : l'étude du comportement cyclique en traction du NR a mis en évidence un phénomène de cumul de cristallisation lorsque la déformation n'est pas complètement relaxée au cours du cycle. Ce phénomène de cumul est observé lorsque la déformation minimale est supérieure à $\lambda = 1.9$ (i.e. il existe un effet de seuil). Les observations au M.E.B. des pointes de fissures obtenues par fatigue à rapport de charge positif, ont montré qu'il existe une zone fibrillaire, anisotrope, en pointe de fissure. Les grandes déformations à la pointe de fissure laissent penser que l'effet de cumul observé macroscopiquement, se retrouve en pointe de fissure pour des niveaux de déformation macroscopique beaucoup moins élevés (i.e. le niveau de déformation nécessaire pour obtenir la cristallisation et le niveau du seuil sont abaissés).

- Mécanisme d'endommagement: L'étude de l'orientation des fissures a mis en évidence le rôle joué par la plus grande contrainte principale atteinte au cours du cycle σ^P_{max} dans le processus d'endommagement. Il est possible de relier directement la direction de $\sigma^{P_1}_{max}$ à celle des fissures à condition de prendre en compte les rotations matérielles (voir partie III.7).

A partir de ces constatations il est possible de construire un modèle de prévision de durée de vie prenant en compte les deux mécanismes concurrents : l'endommagement et le renforcement.

VI.2.2 Les variables critiques

Nous nous proposons de décrire la durée de vie à travers deux quantités scalaires. La première est une variable d'endommagement $\Phi_{dommage}$ alors que la seconde est associée au renforcement $\Phi_{renf.}$.

L'étude présentée partie III.7 a montré que l'orientation des fissures correspond à celle du maximum de la plus grande contrainte principale (i.e. d'ouverture) atteinte au cours du cycle. La variable d'endommagement la plus simple que l'on puisse prendre en compte est donc :

$$\Phi_{dommage} = \sigma^{P_1}_{max} \tag{VI.5}$$

De plus, en position déformée, le vecteur $\vec{n} = \frac{\vec{\sigma}^{P_1}_{max}}{|\vec{\sigma}^{P_1}_{max}|}$ défini la normale au plan des fissures. Nous proposons de définir **le plan de dommage maximal (plan des fissures) comme le plan critique sur lequel doit être écrit le critère**. Le calcul de la contrainte équivalente se déroule en trois étapes:

- Identification du plan critique facette de normale $\vec{n}^{PC} = \frac{\vec{\sigma}^{P_1}_{max}}{|\vec{\sigma}^{P_1}_{max}|}$,
- Reconstruction du chargement sur ce plan critique en considérant $\vec{n}^{PC}$ comme un vecteur matériel et en prenant en compte les rotations matérielles,
- Calcul de la quantité de renforcement $\Phi_{renf.}$ à partir de ce chargement reconstruit.

a) Détermination du plan critique

Le plan critique est défini par la variable de dommage. Son orientation est déterminée à partir de celle du vecteur propre associé au maximum de la plus grande contrainte principale au cours du chargement, noté $\vec{Vp}_{t_{max}}$. On a alors, **position déformée** :

$$\vec{n}^{PC}_{t_{max}} = \vec{Vp}_{t_{max}} \tag{VI.6}$$

Où $\vec{n}^{PC}_{t_{max}}$ est la normale au plan critique en position déformée.

b) Prise en compte des rotations matérielles

La rotation d'une facette matérielle au cours du chargement est décrite par la rotation du vecteur normal à sa surface, noté $\vec{n}_t$. Dans l'hypothèse d'incompressibilité, la loi de transformation de l'élément de surface dS_0 est donnée par:

$$\vec{n}_{t_0} dS_0 = ((\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-1}_t)^T)^{-1}.\vec{n}_t dS_t \tag{VI.7}$$

Cette loi de transport ne conservant pas la norme unitaire du vecteur $\vec{n}_t$ nous définirons l'opérateur de transport normalisé, noté $\odot$, ainsi:

$$\underset{\sim}{\mathbf{T}} \odot \vec{u} = \frac{\underset{\sim}{\mathbf{T}}.\vec{u}}{|\underset{\sim}{\mathbf{T}}.\vec{u}|} \tag{VI.8}$$

$\vec{n}_t$ est alors relié à la configuration initiale via le gradient de la transformation $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$ ainsi:

$$\vec{n}_{t_0} = ((\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-1}_t)^T)^{-1} \odot \vec{n}_t \tag{VI.9}$$

En particulier :

$$\vec{n}^{PC}_{t_0} = ((\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-1}_{t_{max}})^T)^{-1} \odot \vec{n}^{PC}_{t_{max}} \tag{VI.10}$$

L'évolution du plan critique au cours du chargement est alors donnée par :

$$\vec{n}^{PC}_t = ((\underset{\sim}{\mathbf{F}}^{-1}_t)^T) \odot \vec{n}^{PC}_{t_0} \tag{VI.11}$$

Il est ensuite possible de reconstruire l'histoire du chargement en calculant le vecteur contrainte sur ce plan :

$$\vec{\sigma}_{\vec{n}_t} = \underset{\sim}{\sigma}(t).\vec{n}(t) \tag{VI.12}$$

La contrainte d'ouverture $\sigma_{\vec{n}}$ et le cisaillement τ_n sur le plan critique sont donnés à chaque instant par:

$$\sigma_{\vec{nt}} = \vec{\sigma}_{\vec{n}_t}.\vec{n}_t \tag{VI.13}$$

$$\tau_{\vec{nt}} = \sqrt{|\sigma_{\vec{n}_t}|^2 - (\sigma_{n_t})^2} \tag{VI.14}$$

c) Définition de la variable de renforcement

Le renforcement est associé au maintien de la cristallisation à la pointe de fissure au cours du cycle. En d'autres termes, il y a renfort si la fissure reste ouverte tout au long du chargement. Lorsqu'une fissure est plongée dans un milieu où règne un état de contrainte et de déformation multiaxial, c'est la contrainte normale à la fissure σ_n qui pilote son ouverture, quelle que soit la déformation normale ϵ_n. Si σ_n est positive, la fissure s'ouvre, dans le cas contraire elle se ferme. Le minimum de σ_n atteint au cours du cycle va donc nous permettre de savoir si la fissure reste ouverte au cours du cycle et donc s'il y a ou non renforcement. Reste maintenant à relier σ_n à $\Phi_{renf.}$. L'étude par diffraction X de la cristallisation (chapitre I) a montré qu'il était possible de relier le taux de cristallisation à l'élongation λ. La même courbe aurait pu être établie en utilisant la contrainte à la place de la déformation. L'ouverture de la fissure étant pilotée par la contrainte et non la déformation, nous préférerons cette représentation. La figure VI.10 donne l'évolution du taux de cristallisation en fonction de la contrainte appliquée.

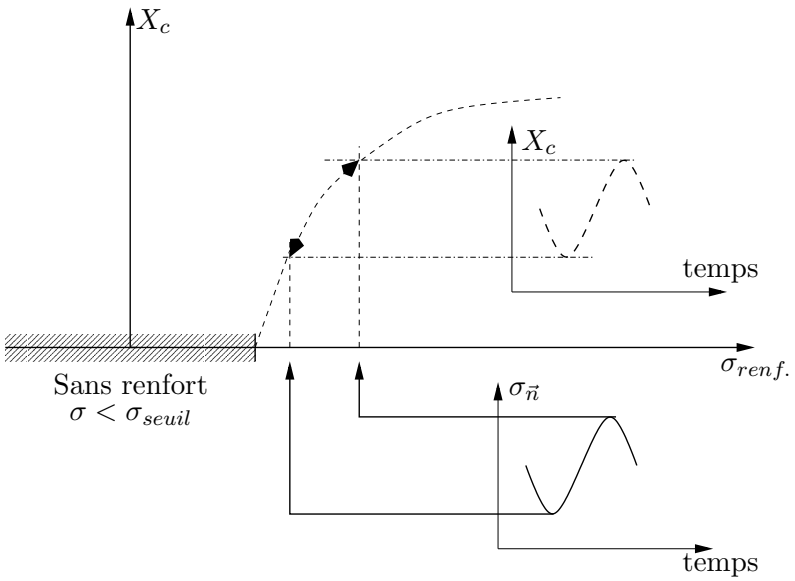


Figure VI.10 : Evolution du taux de cristallisation en fonction de la contrainte lors de sollicitations cycliques

Au cours du cycle, le taux de cristallisation évolue entre deux valeurs $X_{c,min}$ et $X_{c,max}$ fonction de σ_{min} et σ_{max} contraintes à la pointe de la fissure. Le renforcement étant associé à l'existence d'une

zone cristallisée en pointe de fissure au niveau du chargement minimal du cycle, nous considérerons que le renforcement $\Phi_{renf.}$ est proportionnel à la valeur minimale du taux de cristallisation $X_{c,min}$. Cependant, nous ne disposons pas de règle de localisation permettant de relier la contrainte vue par la fissure $\sigma_{\vec{n},min}$ à celle existant à la pointe de la fissure σ_{min}. Nous postulerons donc que $\Phi_{renf.}$ suit la même loi d'évolution que le taux de cristallisation $X_{c,min}$ en considérant non plus la contrainte à la pointe de la fissure mais la contrainte normale σ_n vue par la fissure, soit :

$$\begin{aligned} \Phi_{renf.} &= A * X_c(\sigma_{\vec{n},min}) \\ &= A * (1 - exp(-D < \sigma_{\vec{n},min} - \sigma_{seuil} >)) \end{aligned} \tag{VI.15}$$

On désigne par $< >$ la valeur positive de l'argument. Nous voyons apparaître la notion de contrainte seuil en-dessous de laquelle il n'existe pas de renforcement. A,D et σ_{seuil} sont des paramètres à optimiser sur les résultats de fatigue uniaxiale.

d) Ecriture de la contrainte équivalente et calcul de la durée de vie

A partir du calcul de $\Phi_{dommage}$ et $\Phi_{renf.}$ nous considérons la contrainte équivalente :

$$\sigma_{eq} = \frac{\Phi_{dommage}}{1 + \Phi_{renf.}} \tag{VI.16}$$

$$\sigma_{eq} = \frac{\underset{t}{Max}\ \left(\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}\right)}{1 + A\left[1 - exp\left(-D < (\underset{t}{Min}(\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}) - \sigma_{seuil} >\right)\right]}$$

La contrainte équivalente est ensuite reliée à la durée de vie par une loi puissance :

$$N_i = \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^{\alpha} \tag{VI.17}$$

σ_0,α sont à identifier sur les résultats de fatigue uniaxiale. Dans la suite du mémoire nous noterons ce critère C_{CPA}, pour Approche par Plan Critique ou encore "Critical Plane Approach".

VI.2.3 Identification et discussion

La méthode d'optimisation est identique à celle utilisée pour C_{IBC}. Dans le cas des essais de traction compression sur Diabolos, la direction de la plus grande contrainte principale est la direction de l'axe de l'éprouvette pendant toute la phase de traction (les contraintes dans la direction de traction sont indicées 22). En traction, la direction de la plus grande contrainte principale est colinéaire à la direction 2. Par conséquent, le plan critique est la facette de normale (010) en position déformée. Lorsque l'on décharge depuis l'effort maximal jusqu'au zéro de traction, les rotations matérielles sont négligeables et $\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}$ est égale à σ_{22}. La contrainte seuil étant positive ou nulle, nous pouvons remplacer directement $\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}$ par σ_{22} dans l'expression de la contrainte équivalente.
En compression, σ_{22} et $\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}$ ne restent colinéaires que jusqu'à l'apparition du pli. Toutes deux étant négatives en compression, l'équivalence entre σ_{22} et $\sigma_{\vec{n}_t^{PC}}$ est conservé. En toute rigueur, il serait nécessaire d'appliquer l'approche de type multiaxiale (prise en compte des rotations matérielles) à des essais pourtant considérés comme uniaxiaux. L'approche que nous proposons a été mise en place pour prendre en compte la rotation des contraintes principales mais **elle doit également être appliquée dès qu'il existe des rotations matérielles**.

Compte tenu de l'équivalence de σ_{22} et $\sigma_{\vec{n}_i^{PC}}$ en traction-compression uniaxiale, l'écriture de la contrainte équivalente se résume ainsi:

$$\sigma_{eq} = \frac{\underset{t}{Max}\ \sigma_{22}}{1 + A\left[1 - exp\left(-D < (\underset{t}{Min}(\sigma_{22}) - \sigma_{seuil} >\right)\right]} \tag{VI.18}$$

Après optimisation, les paramètres retenus sont :

A	D	σ_0	σ_{seuil}	α
7.3	0.62	2.0	0.17	-2.88

On retrouve entre des valeurs de σ_0 et α similaires pour C_{IBC}et C_{CPA}. La dispersion obtenue avec le critère C_{CPA}(figure VI.11) est tout à fait comparable à celle obtenue avec le critère C_{IBC}bien que les essais avec renforcement soient mieux décrit. De plus, les essais considérés par le premier critère comme renforçants et qui sont ici considéré comme non-renforçants sont également mieux pris en compte. Toutefois, on note une nette inflexion de la ligne de dispersion pour les durées de vie

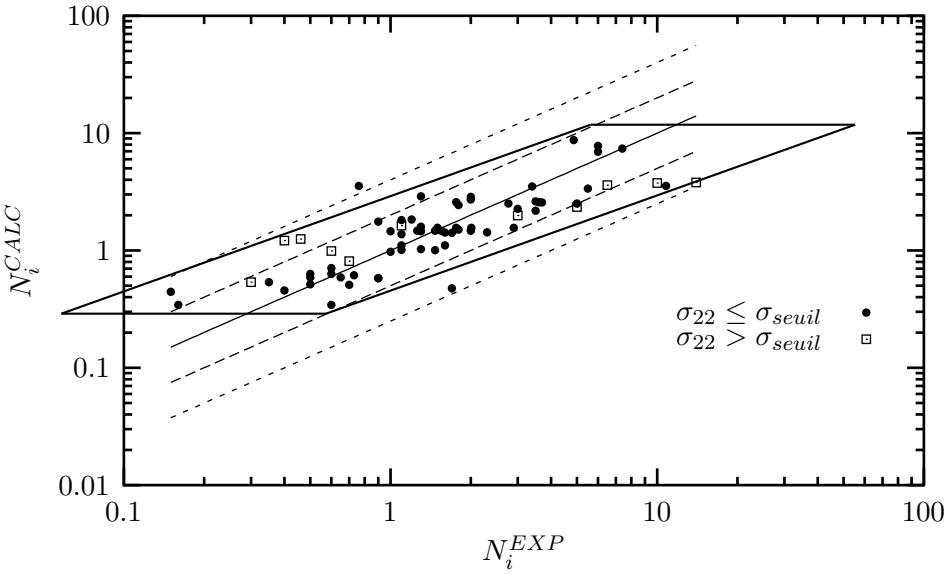


Figure VI.11 : Dispersion obtenue aprés optimisation du modèle. Les lignes en pointillés indiquent un rapport 2 puis 4 entre durée de vie expérimentale et durée de vie calculée. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles.

inférieures à 10^5 cycles ainsi que pour celles avoisinant le million de cycles. Pour les faibles durées de vies le critère C_{CPA}a tendance à les surestimer alors qu'il a tendance à les sous-estimer pour les grandes durées de vies. Deux paramètres classiques en fatigue apparaissent : la contrainte ultime σ_u pour laquelle la rupture a lieu au premier cycle et la limite de fatigue qui représente la valeur de contrainte équivalente en-dessous de laquelle la durée de vie peut être considérée comme infinie. Ces deux quantités sont connues en endurance sur les matériaux métalliques. Lorsque le domaine de contrainte exploré approche l'une ou l'autre de ces quantités, l'expression qui relie la durée de vie à la contrainte équivalente peut être corrigée ainsi [1]:

$$N_i = \frac{\sigma_u - \sigma_{eq}}{\sigma_{eq} - \sigma_l}\left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^{\alpha} \tag{VI.19}$$

Nous considérerons que σ_u et σ_l peuvent dépendre de la quantité de renforcement et nous écrirons:

$$\sigma_l^\star = \sigma_l.\left(1 + A_2.\left[1 - exp\left(-D < (\underset{t}{Min}(\sigma_{22}) - \sigma_{seuil} >\right)\right]\right) \tag{VI.20}$$

$$\sigma_u^\star = \sigma_u.\left(1 + A_3.\left[1 - exp\left(-D < (\underset{t}{Min}(\sigma_{22}) - \sigma_{seuil} >\right)\right]\right) \tag{VI.21}$$

Finalement :

$$N_i = \frac{\sigma_u^\star - \sigma_{eq}}{\sigma_{eq} - \sigma_l^\star}\left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^\alpha \tag{VI.22}$$

Seuls deux nouveaux paramètres sont intégrés dans le modèle. Nous conserverons la même valeur de D pour le calcul de σ_{eq},σ_u et σ_l. Après optimisation les paramètres obtenus sont:

A	A_2	A_3	D	σ_0	σ_{seuil}	α	σ_u	σ_l
6.	55	0.1	0.27	1.25	0.14	-1.4	4.72	0.34

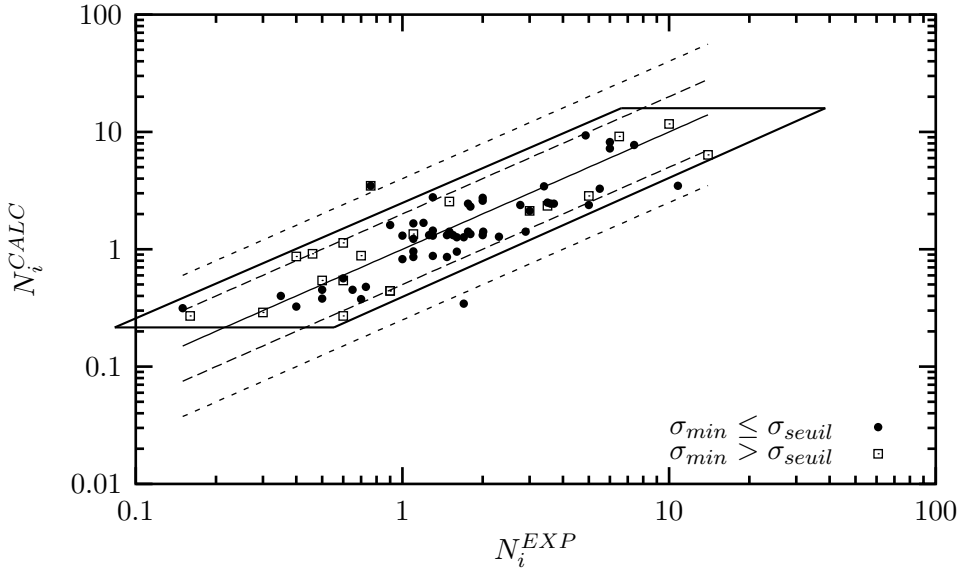


Figure VI.12 : Dispersion obtenue après optimisation du modèle intégrant $\sigma_u^\star$ et $\sigma_l^\star$. Les lignes en pointillés indiquent un rapport 2 puis 4 entre durée de vie expérimentale et durée de vie calculée. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles.

L'intégration de la contrainte ultime et de la limite de fatigue permet de corriger les déviations du critère aux grandes et petites durées de vie (voir figure VI.12). On remarquera que l'ensemble des paramètres sont modifiés par l'introduction de $\sigma_u^\star$ et $\sigma_l^\star$. La figure VI.13 indique que la valeur de σ_u est peu sensible au niveau de contrainte minimale et donc au renforcement. Par contre, la limite de fatigue est très sensible au renforcement : elle est quasiment multipliée par trois lorsque le niveau de contrainte minimal est multiplié par deux. Ces conclusions sont cohérentes avec les mécanismes mis en jeux. En effet, nous savons que le renforcement diminue la vitesse de propagation des fissures. En d'autres termes, la criticité du défaut (la fissure) est moindre lorqu'il y a renforcement. Il est donc logique que la taille du défaut critique[1] associé à l'amorçage augmente avec le niveau de renforcement. Ceci correspond à l'augmentation de la limite de fatigue lorsque σ_{min} augmente, ce que nous retrouvons

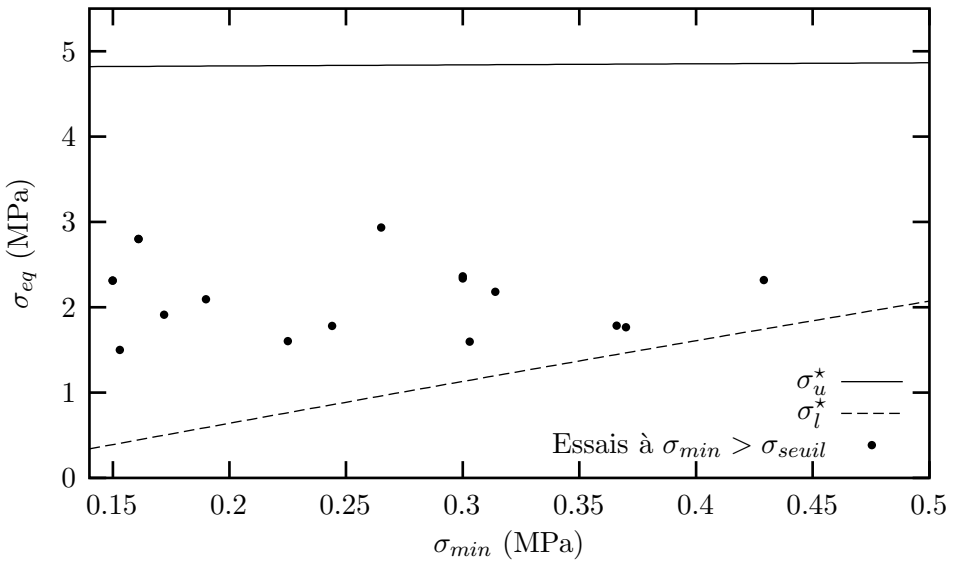


Figure VI.13 : Evolution de $\sigma_u^\star$ et $\sigma_l^\star$ en fonction de la contrainte minimale du cycle pour les essais avec renforcement.

ici.
La contrainte ultime est associée aux mécanismes de ruptures sur lesquels le renforcement possède *a priori* peu d'influence d'où une faible dépendance de $\sigma_u^\star$ vis à vis de la contrainte moyenne.

Le modèle que nous venons de décrire et d'identifier nous permet de calculer correctement les durées de vie de fatigue en traction-compression sur Diabolos. Nous avons été amenés à introduire deux variables couramment utilisées en fatigue : la limite de fatigue et la contrainte ultime. Dans le cas du NR, ces deux paramètres ne sont pas des constantes matériau mais dépendent du niveau de renfort de l'essai considéré. De plus, leur dépendance vis à vis du renfort correspond aux mécanismes associés à ces quantités.
Le critère étant validé sur les essais uniaxiaux, nous allons tester sa robustesse sur des essais multiaxiaux.

VI.3 Validité du critère pour les essais multiaxiaux

VI.3.1 Implémentation

Le critère que nous venons d'écrire a été implémenté dans le code de calcul ZeBuLoN. Ce code a été développé en utilisant les techniques de programmation orientées objet (C++). Nous ne rentrerons pas dans le détail de la structure du code, le lecteur intéressé pourra consulter les articles cités en références [3] (concepts généraux de l'application de la programmation orientée objet à la méthode des éléments finis) et [4] (se consacre plus particulièrement aux lois de comportement).

Les développements apportés se situent au niveau du post-processeur de ZeBuLoN. Le post-processeur constitue l'ensemble des outils de traitement des résultats du calcul de structure. Le calcul en post-processeur est donc réalisé après le calcul de structure (i.e. il ne prend pas en charge les

[1]De manière générale, la taille du défaut critique représente la taille limite des défauts en dessous de laquelle il n'apparaît pas d'endommagement.

problèmes de couplage comportement/endommagement) et utilise les sorties du calcul (contraintes, déformations,...) comme variables d'entrées. On y retrouvera par exemple les modules de calcul de probabilité de rupture de type Weibull ou les critères de fatigue. Aucun des critères de fatigue développés dans le code n'est applicable à notre étude. Il a donc été nécessaire de développer un nouvel outil.
L'algorithme de calcul reprend la démarche qui nous a conduit à son écriture, les calculs étant réalisés soit aux nœuds soit aux points de Gauss en fonction de la mise en donnée faite par l'utilisateur. Nous résumons les différentes étapes du calcul figure VI.14.

Les variables d'entrée du critère sont le champ de contrainte au sein de la structure, le tenseur gradient $\underset{\sim}{\mathbf{F}}$, ainsi que leur évolution au cours du chargement et les paramètres identifiés. Toutes les quantités calculées peuvent être mises en sortie. Elles nous permettent donc de déterminer à la fois l'évolution de l'orientation du plan critique au cours de la déformation (permet d'obtenir l'orientation des fissures), l'histoire de la contrainte normale et du cisaillement sur ce plan et bien entendu la durée de vie.

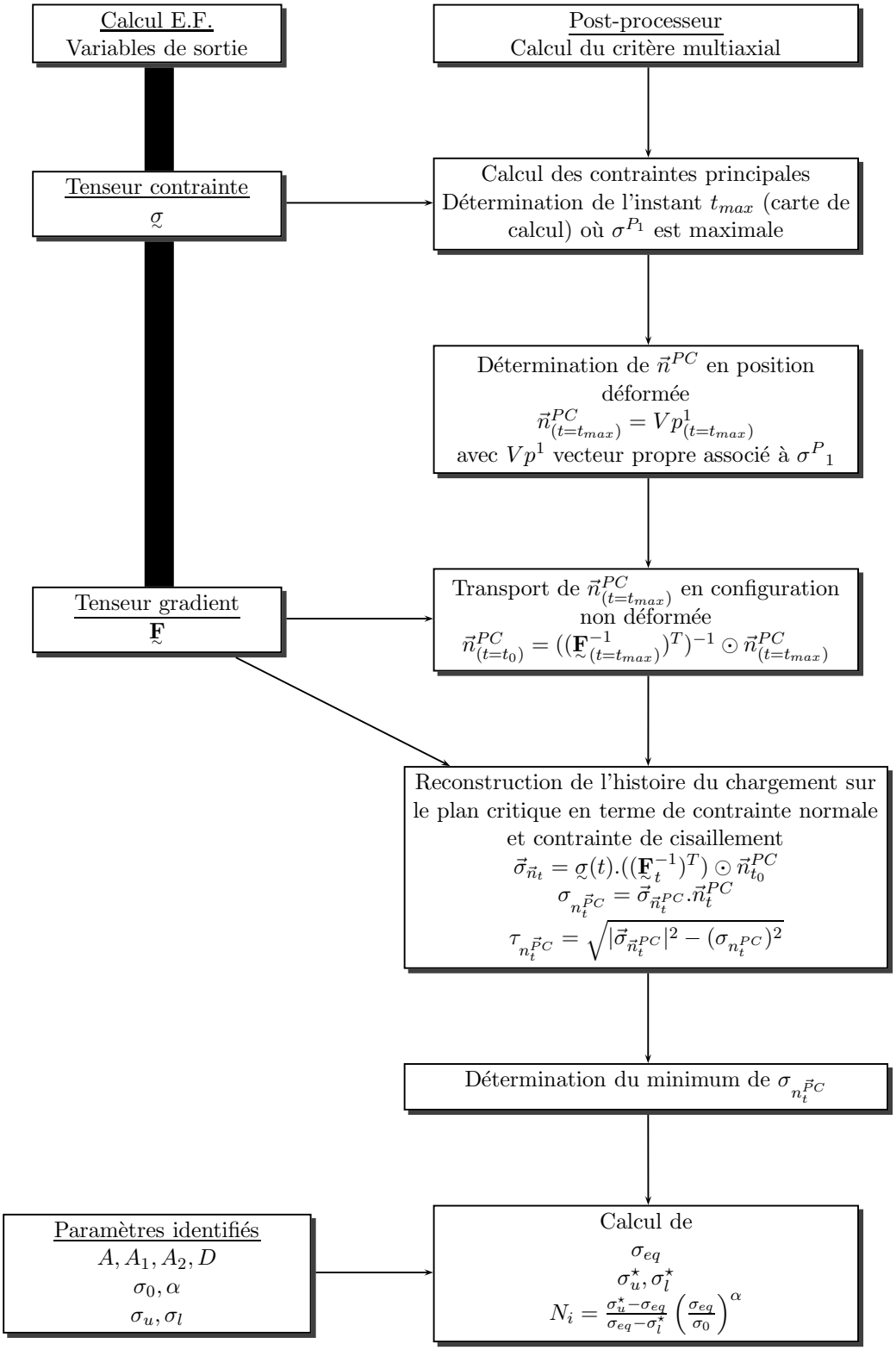


Figure VI.14 : Etapes successives de l'algorithme de calcul de la durée de vie.

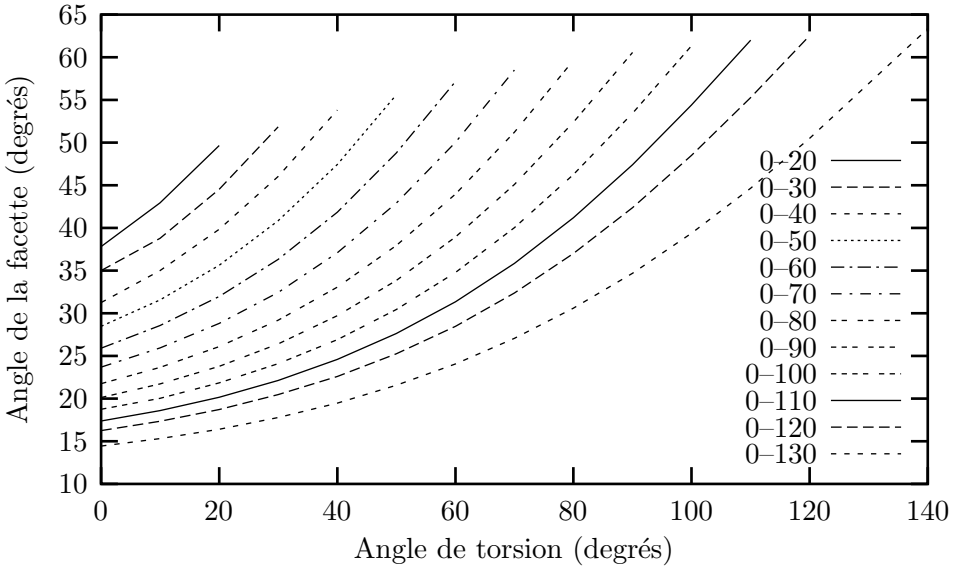


Figure VI.15 : Variation d'orientation du plan critique en fonction du chargement appliqué pour différents niveaux de déformation maximale atteints au cours du cycle (légende: 0-θ_{max}). Cas de la torsion sur AE2.

VI.3.2 Orientation des fissures et rotations matérielles

Dans le cas de la traction-compression le critère C_{CPA}donne naturellement le plan perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette comme plan critique, ce qui correspond aux observations. La suite du paragraphe présente les résultats de prévisions d'orientation de fissures pour les différents essais de fatigue.

a) Essais de torsion

Le cas de la torsion est plus discriminant puisque ces essais combinent rotations du repère principal et rotations matérielles. Le suivi du vecteur normal au plan critique permet de quantifier les rotations matérielles qui lui sont associées. La figure VI.15 repésente la rotation matérielle du plan critique pour des essais de torsion 0-θ sur éprouvette AE2. Le plan critique est fonction du chargement maximal appliqué et diffère pour chaque essai. Nous voyons ici que l'orientation de ce plan peut varier de près de 50 degrés entre la position déformée et la position non-déformée pour les essais les plus chargés.

La figure VI.16 reprend une figure déjà donnée au chapitre III (figure III.52). Nous ne reviendrons pas sur les détails de la méthode expérimentale qui permet de mesurer l'angle des fissures déjà présenté partie III.7.2. Nous voyons ici que même dans le cas de grandes rotations des contraintes principales et de grandes rotations matérielles, le critère décrit correctement l'orientation des fissures. La même démarche appliquée aux essais de torsion $0/+\theta$ sur diabolos permet également de prévoir l'orientation des fissure.

Dans le cas des essais de torsion de types $+\theta_1/+\theta_2$ nous avons constaté au chapitre III.7.2 qu'il apparaissait un phénomène de bifurcation puis de coalescence des fissures, avant qu'elles n'atteignent la taille de 1mm. La bifurcation a alors été associée au phénomène de renforcement et à l'existence d'une non symétrie du chargement de part et d'autre de la fissure. L'amorçage en tant que tel (fissure de 1mm) apparaît alors dans une direction perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Nous voyons ici que le critère va être mis en défaut puisque l'orientation du plan critique est dictée par l'orientation de la plus grande contrainte principale sans prise en compte des mécanismes de bifurcations. Plus que le

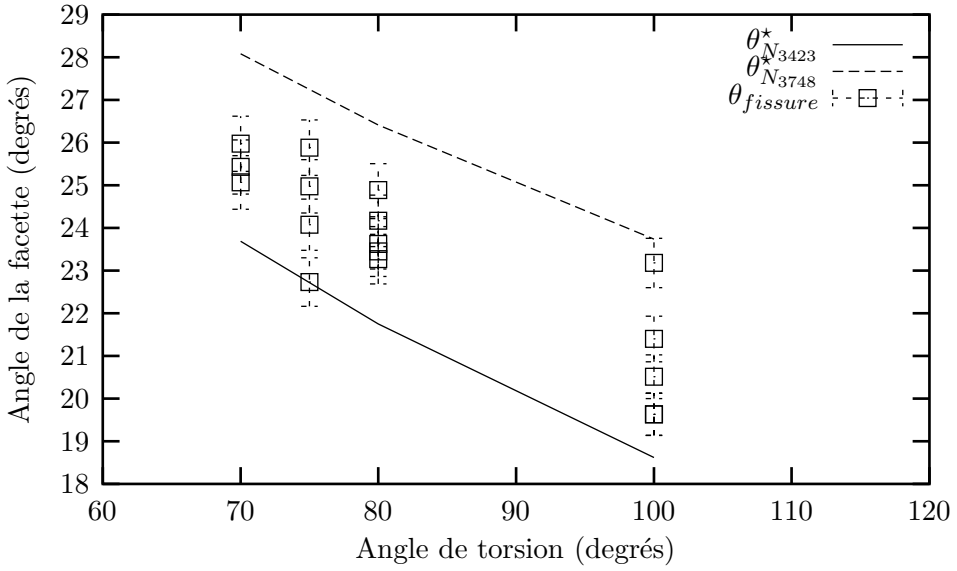


Figure VI.16 : Comparaison entre l'orientation des fissures et l'orientation du plan critique en position non déformée. Calcul en fond d'entaille (nœud 3423) et à $400\mu m$ de celui-ci (nœud 3748) (résultats en configuration non-déformée).

critère, ce sont les limites de l'approche en endurance (i.e. sans prise en compte précise des mécanismes de propagation) qui sont atteintes ici. Cependant, l'observation des fissures avant bifurcation montre que leur orientation correspond bien à celle donnée par le critère.

L'orientation des fissures en torsion alternée $+\theta/\text{-}\theta$ est perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Cette orientation est le résultat d'une mirco-propagation en "dent de scie". L'application du critère C_{CPA}à ce type d'essai donne deux directions de plan critique. En effet, au cours d'un cycle, σ^{P_1} passe par deux maxima égaux. Nous obtenons donc deux plans critiques équivalents en terme de contrainte σ_{eq} et de durée de vie. De plus, leur orientation est symétrique vis-à-vis de l'axe de l'éprouvette. Nous voyons qu'à travers ces essais nous abordons le problème du cumul de l'endommagement. Le cumul n'est pas pris en compte explicitement dans le critère. Cependant, dans le cas particulier de la torsion alternée le critère reste applicable. En effet, les deux plans critiques étant équivalents en terme de durée de vie, on peut considérer que le vecteur normal à la fissure est la somme normalisée des vecteurs normaux à chaque plan critique et par conséquent que l'orientation de la fissure est perpendiculaire à l'axe. C'est ce qui est observé expérimentalement. Le cumul de l'endommagement ne sera pas traité au cours de cette étude. Cependant, l'écriture du critère donne quelques perspectives à ce sujet et tout d'abord sur la détection d'une sollicitation de fatigue où le phénomène de cumul intervient. En effet, il y a cumul lorsque la plus grande contrainte principale possède plusieurs maxima locaux. Le processus de détection d'une situation de cumul pourrait être le suivant:

- identifier les maxima $\sigma_i^{P_1}$ au cours du cycle ($t = t^i_{max}$ pour $\sigma^{P_1} = \sigma_i^{P_1}$),
- calculer l'orientation de chacun des plans critiques $\vec{n}_i^{PC}$ associés,
- calculer la désorientation Ψ_i entre chacun de ces plans aux instants $t = t^i_{max}$ et appliquer une condition du type :
  - si $\Psi < \Psi_{seuil}$ les plans sont trop proches pour qu'il existe cumul et seul le plan d'endommagement maximal est conservé,
  - si $\Psi \geq \Psi_{seuil}$ il y a cumul.

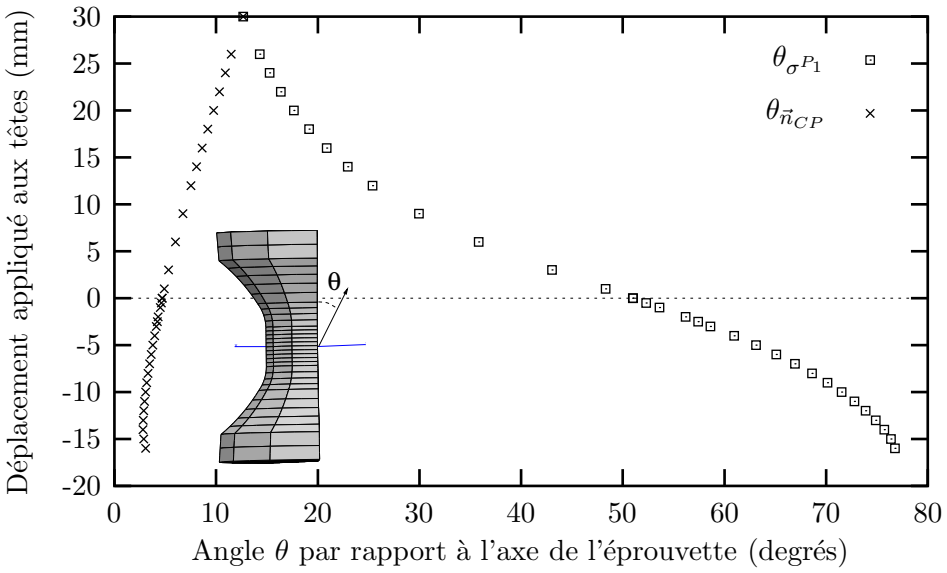


Figure VI.17 : Variation d'orientation du plan critique et de la plus grande contrainte principale pour un nœud en peau lors d'un essai de traction-compression cycle et torsion statique de 60°.

Le nombre de cycle à l'amorçage et l'orientation de la fissure pourraient ensuite être obtenus en établissant une règle de cumul et en considérant la contrainte équivalente, non plus comme une variable scalaire mais comme une quantité vectorielle. La démarche que nous proposons ici est une proposition dont la pertinence reste à vérifier.

b) Essais de torsion-statique et traction-compression cyclique

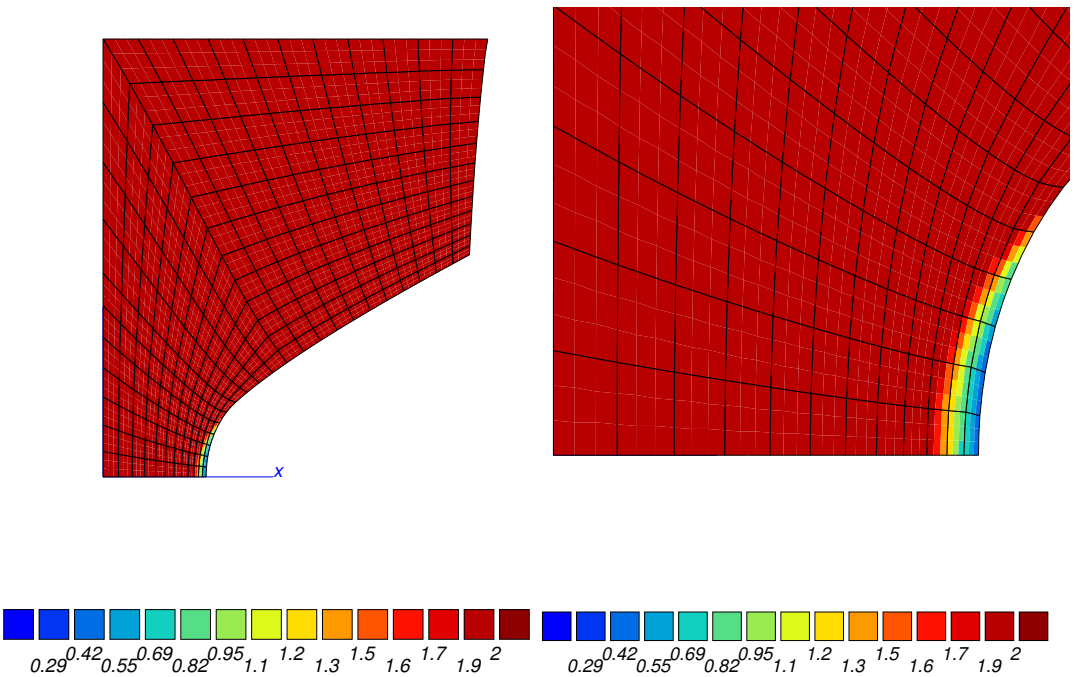
Dans le cas des essais de traction-compression avec torsion statique, l'orientation des fissures de fatigue est perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. La figure VI.17 donne l'évolution de l'orientation de la plus grande contrainte principale et du plan critique au cours du chargement pour un nœud situé à la surface de l'éprouvette (i.e. où l'effet de la torsion est le plus marqué). Lorsque seule la torsion statique est appliquée à l'éprouvette, la direction principale est orientée dans une direction proche de 45°. Lorsque l'éprouvette est mise sous traction, l'effet de la torsion s'efface progressivement et $\vec{\sigma}^{P_1}$ se rapproche de l'axe du diabolo. La variation d'orientation du plan critique au cours du chargement montre que sa normale est plus proche de l'axe de l'éprouvette en position déformée qu'en position non-déformée. De plus, l'orientation de la fissure donnée par le critère C_{CPA}, correspond bien à celle observée expérimentalement.

c) Conclusions sur l'orientation des fissures

Nous voyons que, dans quasiment tous les cas de chargements étudiés ici, le critère permet de décrire correctement l'orientation des fissures de fatigue. Seuls les essais où il apparaît des processus de bifurcation et de coalescence à l'échelle sub-millimétrique sont mal pris en compte. L'orientation de la fissure avant bifurcation est cependant bien déterminée. Nous allons maintenant nous intéresser à la localisation de l'amorçage prévue par le critère C_{CPA}.

VI.3.3 Localisation de l'amorçage

Pour les essais de traction-compression cyclique, le critère localise l'amorçage en fond d'entaille en accord avec ce qui est observé expérimentalement. On remarquera que la variation de la durée de vie dans la direction radiale de l'éprouvette est très marquée puisque, à 1mm du fond d'entaille, dans la direction radiale, la durée de vie est multipliée par deux sur AE5 et par 5 sur l'AE2. Nous verrons que ces fortes variations ne sont pas sans conséquences sur la détermination de la durée de vie.

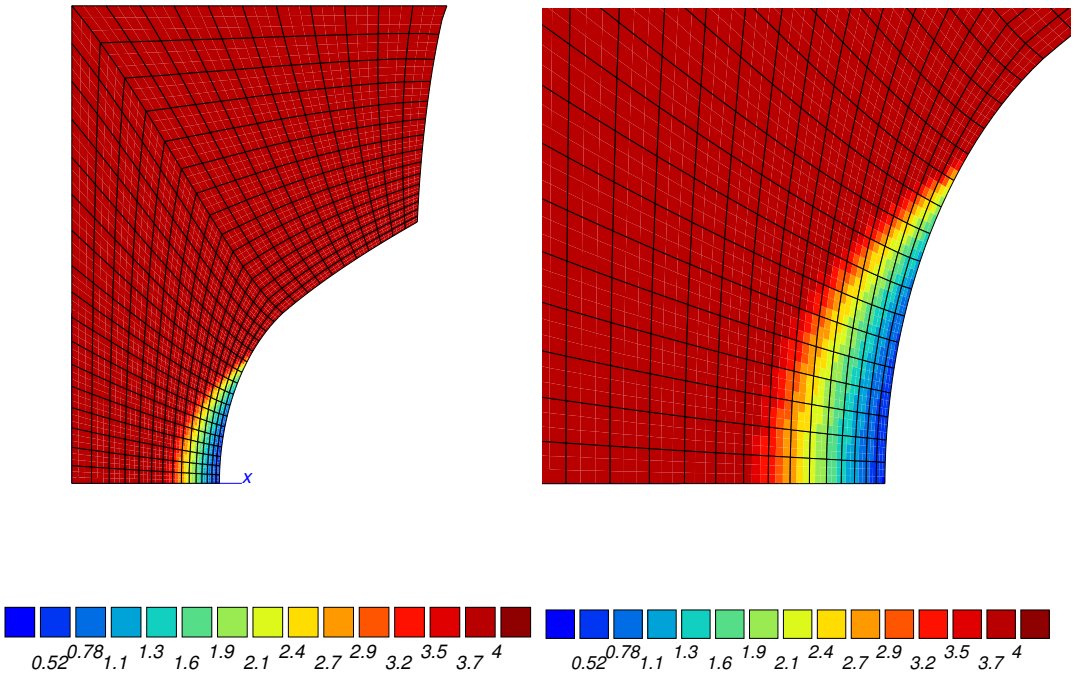


(a) (b) zoom de (a) en fond d'entaille

Figure VI.18 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE2. Essai AE2-TC-18.

Le cas des essais de torsion statique-traction compression avait été discriminant pour le critère basé sur les invariants. Qu'en est-il pour celui que nous venons d'établir ? Avant de répondre à cette question, il peut être intéressant de regarder l'évolution des termes de contrainte normale et de cisaillement sur le plan critique et en particulier de comparer ces évolutions à celles des mêmes quantités lors d'un essai de traction-compression simple. Dans ce dernier cas, le plan critique est perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette. Le cisaillement sur ce plan est donc nul, du moins avant que n'apparaisse le pli. Les résultats de calcul que nous donnerons se placent à des niveaux de compression ne faisant pas apparaître de pli. La comparaison sera faite sur des nœuds de la section médiane du Diabolo indiquée figure VI.20.

Les figures VI.21,VI.22 et VI.23, comparent l'évolution de $\sigma_{\vec{n}^{PC}}$ pour un essai de traction-compression et torsion statique (TsTC) et de traction compression simple (TC) en fonction du chargement appliqué. Ces calculs sont réalisés à différents nœuds, dont la position exacte est indiquée sur chaque figure. Nous voyons que **les contraintes normales au plan critique sont identiques pour les deux essais**. Cependant il existe une différence majeure : le cisaillement dans le plan critique. En effet, s'il n'y a pas d'influence de la torsion statique, c'est précisément parce que le plan critique est quasiment perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette, plan dans lequel agit la pré-



(a) (b) zoom de (a) en fond d'entaille

Figure VI.19 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en traction-compression sur AE5. Essais AE5s4.

torsion. Par définition le cisaillement est nul lorsque le chargement est maximal ($t = t_{max}$) puis croît progressivement. Bien entendu, le cisaillement reste nul tout au long du chargement pour les points situés sur l'axe du Diabolo (figure VI.23) et augmente avec la distance à l'axe.

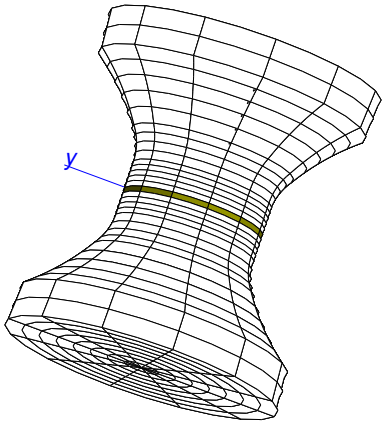


Figure VI.20 : Localisation de la section dans laquelle se situent les nœuds des figures VI.21,VI.22,VI.23 .

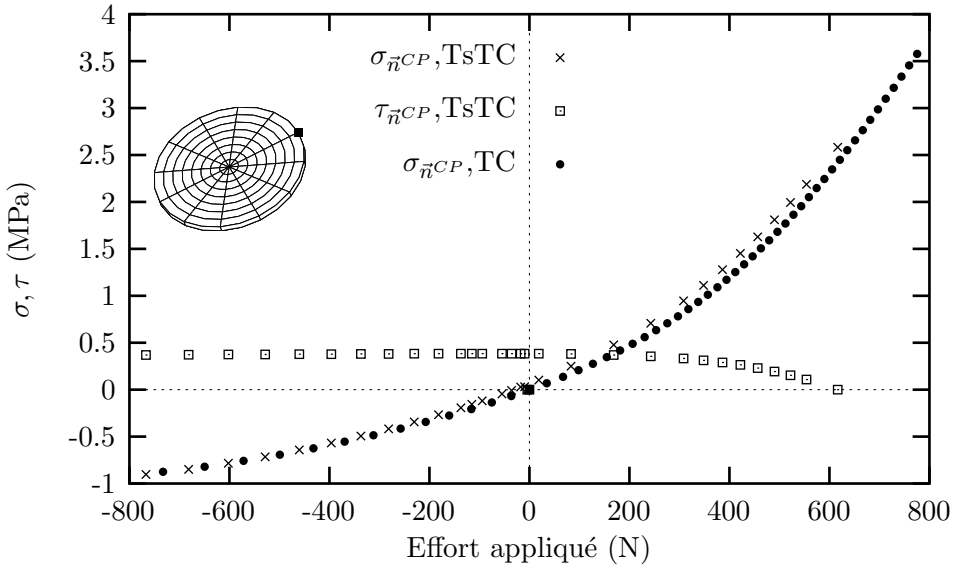


Figure VI.21 : Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 7537(3D) et 6(2D)).

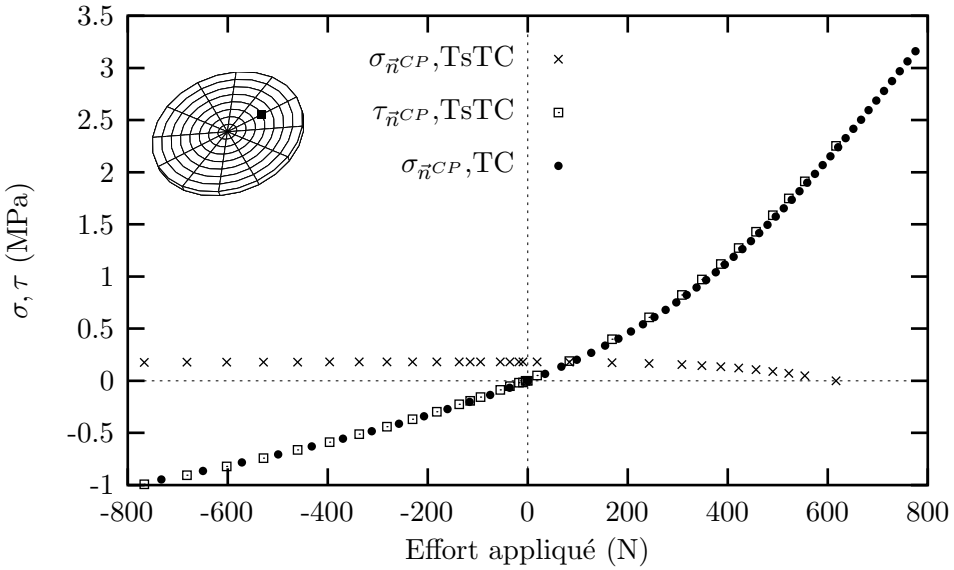


Figure VI.22 : Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 7529(3D) et 22(2D)).

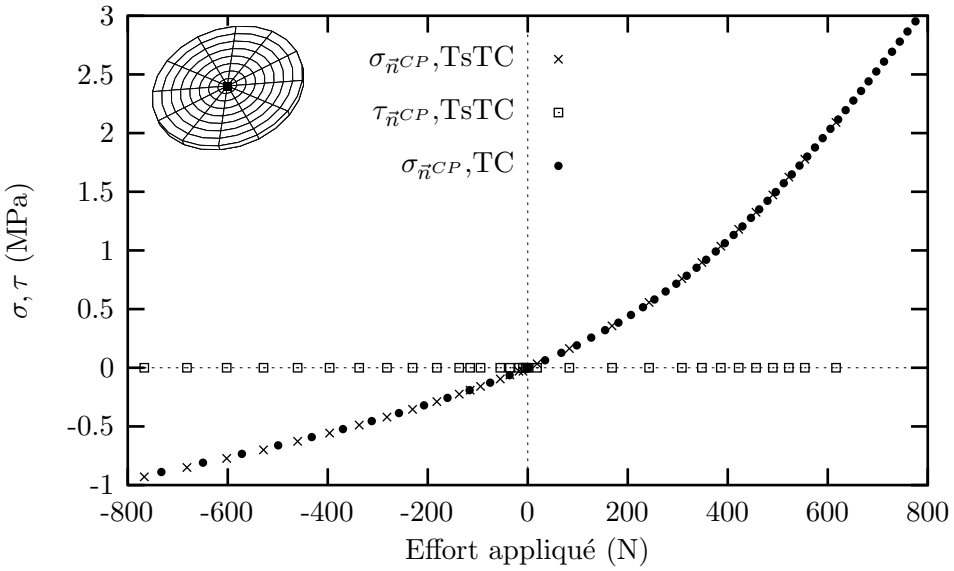


Figure VI.23 : Evolution de la contrainte normale au plan critique et du cisaillement dans ce plan pour un essai de torsion statique et traction compression et comparaison avec le cas de la traction uniaxiale. Le Schéma en haut, à gauche, positionne le nœud où est réalisé le calcul(nœuds 434(3D) et 1(2D)).

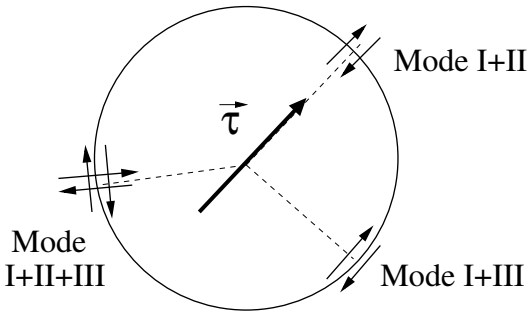


Figure VI.24 : Mixité des modes sur le contour d'une fissure circulaire lorsque le cisaillement sur le plan de la fissure est non nul.

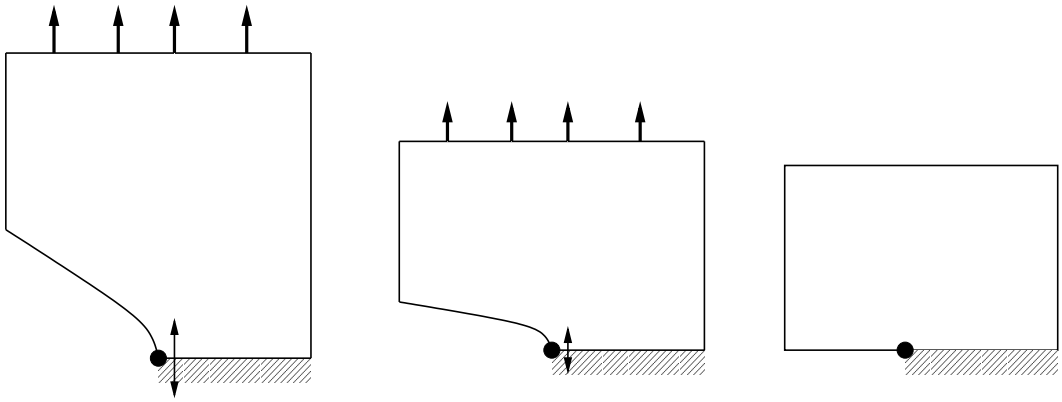


Figure VI.25 : Fermeture d'une fissure en mode I. La pointe de fissure relaxée lorsque la fissure se referme.

Quelles sont les conséquences sur l'amorçage ? Pour le comprendre, revenons au défaut de type fissure. La figure VI.24 montre que l'apparition d'une contrainte de cisaillement dans le plan critique provoque une mixité des modes de sollicitation à la pointe de fissure. Dans la direction du vecteur cisaillement, la pointe de fissure et en mode I+II. Dans la direction perpendiculaire à ce vecteur la sollicitation et de type mode I+III. Dans toutes les directions intermédiaires, la mixité du mode est triple I+II+III. Cette mixité est inexistante à $t = t_{max}$ et se développe progressivement au cours du déchargement. Le mode I s'efface progressivement par rapport au modes II et III. Dans le cas où la contrainte $\sigma_{\vec{n}^{PC}}$ s'annule, on se retrouve dans une situation où la fissure est déchargée en mode I **mais reste chargée en mode II,III ou II+III en fonction de l'endroit où l'on se place sur le front de fissure**. C'est ce qui est représenté figure VI.25 pour le mode I pur et figure VI.26 pour le mode I+II. Le mode I+III étant hors plan il est plus délicat à représenter mais le raisonnement est tout à fait similaire à celui proposé en mode I+II. Dans le cas du mode I pur, la fermeture de la fissure correspond à une relaxation complète de la pointe de la fissure. Dans le cas d'une mixité des modes (cisaillement dans le plan) la fermeture de la fissure **ne coïncide pas avec la relaxation complète de la pointe de fissure**. La conséquence est donc directe en ce qui concerne le renforcement et l'on constate qu'il peut y avoir renforcement même, lorsque $\sigma_{\vec{n}^{PC},min}$ est négatif au cours du cycle à condition que **le cisaillement à la fermeture soit non-nul**.

On notera que l'observation des faciès de rupture confirme l'existence d'un tel mécanisme. En effet, nous avions remarqué, à la fin du chapitre II, que les lignes de propagation en traction-compression et torsion-statique étaient différentes de celles observées en traction-compression simple. Dans ce dernier

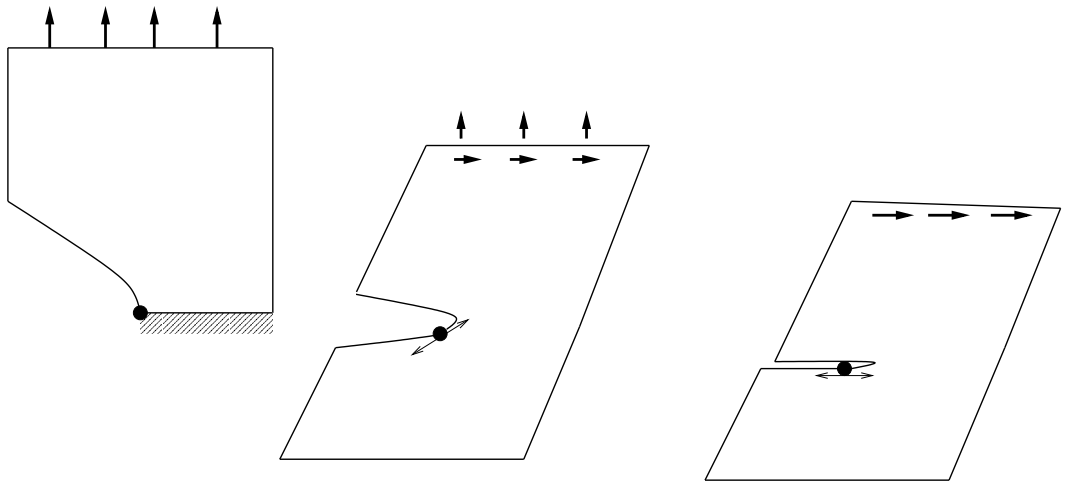


Figure VI.26 : Fermeture d'une fissure en mode I+II. La pointe de fissure n'est pas relaxée lorsque la fissure se referme.

cas, les lignes de propagation émanent radialement depuis la zone d'amorçage . Pour les essais avec pré-torsion statique les lignes de propagation indiquent que la fissure ne se propage pas de manière identique dans toutes les directions. La fissure se propage préférentiellement suivant la direction circonférencielle (mode I+II) et semble bloquée dans le direction radiale (mode I+III). Il est probable que les modes I+II et I+III ne soient pas équivalents en terme de renforcement bien que rien ne nous permette actuellement de l'affirmer catégoriquement ni de le quantifier précisément.
Du point de vue du critère, nous sommes donc amenés à modifier l'écriture de la quantité de renforcement en introduisant une nouvelle grandeur mécanique, **le cisaillement à la fermeture**,$\tau_{\vec{n},fermeture}$, et nous écrirons :

$$\sigma_{renf.} = H(\sigma_{\vec{n},min}) * \sqrt{(\sigma_{\vec{n},min})^2 + (\tau_{\vec{n},t=t_{min}})^2} + H(-\sigma_{\vec{n},min}) * \tau_{\vec{n},fermeture} \quad \text{(VI.23)}$$

$$\Phi_{renf.} = A * (1 - exp(-D < \sigma_{renf.} - \sigma_{seuil} >)) \quad \text{(VI.24)}$$

Où t_{min} est l'instant du chargement pour lequel la contrainte $\sigma_{\vec{n}}$ est minimale.

La figure VI.27 indique l'évolution de $\sigma_{eq}, \sigma_{renf.}$ et N_i dans la section de l'éprouvette et montre comment la torsion statique active le renforcement à partir d'une certaine distance d_{renf} de l'axe, ce qui a pour conséquence d'augmenter de manière très importante la durée de vie au delà de d_{renf}. De plus, d_{renf} définit la distance à l'axe pour laquelle la durée de vie est minimale. La conséquence sur la localisation est immédiate comme le montre les cartographies de durées de vies figures VI.28 (pré-torsion de 60° d'angle) et VI.29 (pré-torsion de 80° d'angle). La comparaison avec le faciès de rupture (voir figure VI.29(c)) indique que la localisation donnée par le critère est proche de celle observée expérimentalement. Le critère développé ici permet donc de localiser correctement l'amorçage dans le cas le plus critique. On remarquera que plus la prétorsion statique est importante plus la distance d_{renf} diminue.

Enfin, la localisation de l'amorçage pour les essais de torsion sur éprouvette AE2 et diabolo est correctement décrite par le critère (voir exemple VI.30).

Nous allons maintenant aborder la dernière partie de ce chapitre en analysant la capacité du critère à prévoir correctement la durée de vie pour les différents essais réalisés.

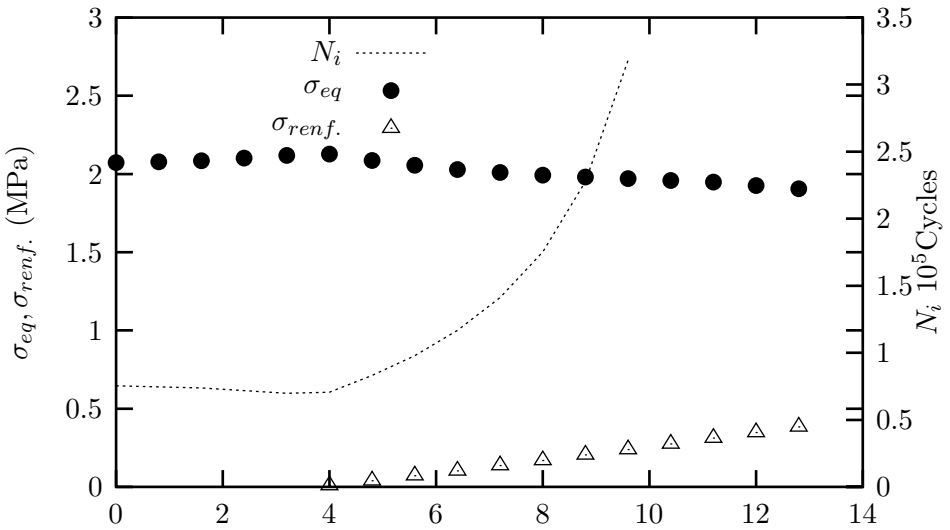
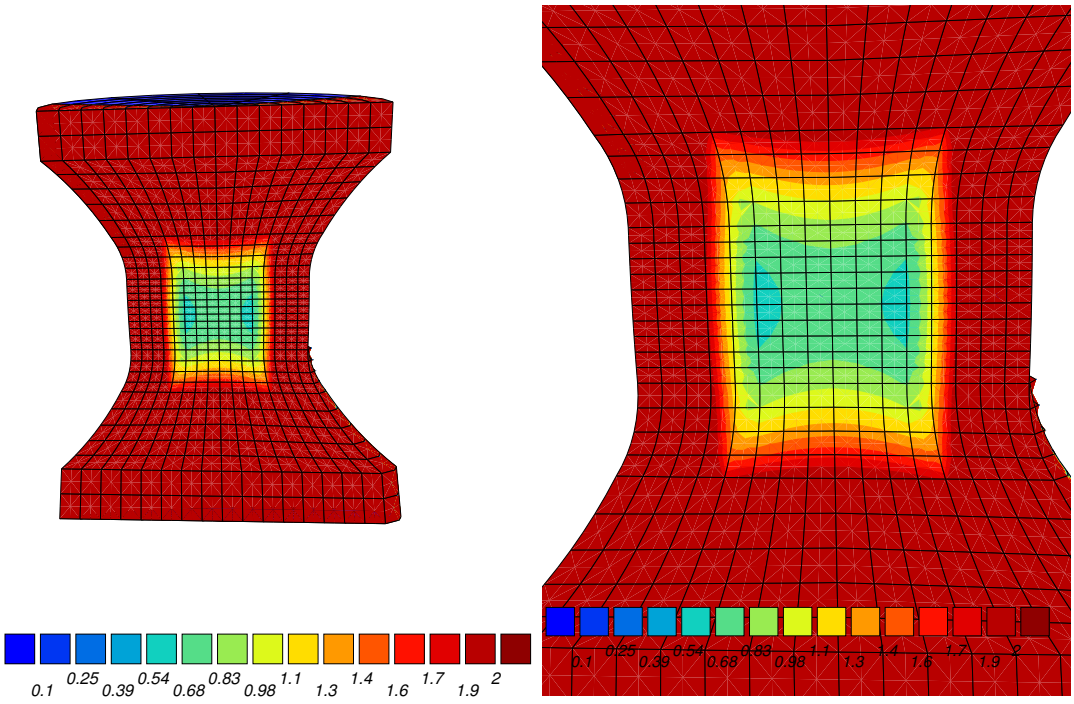
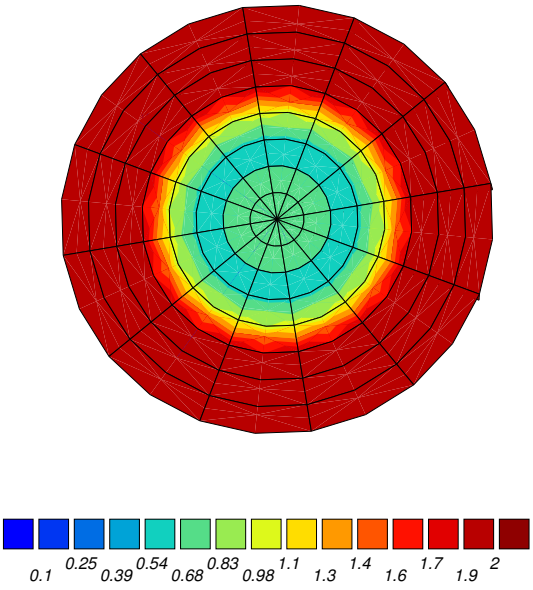


Figure VI.27 : Evolution de $\sigma_{eq}, \sigma_{renf.}$ et N_i suivant la direction radiale dans la section de l'éprouvette.

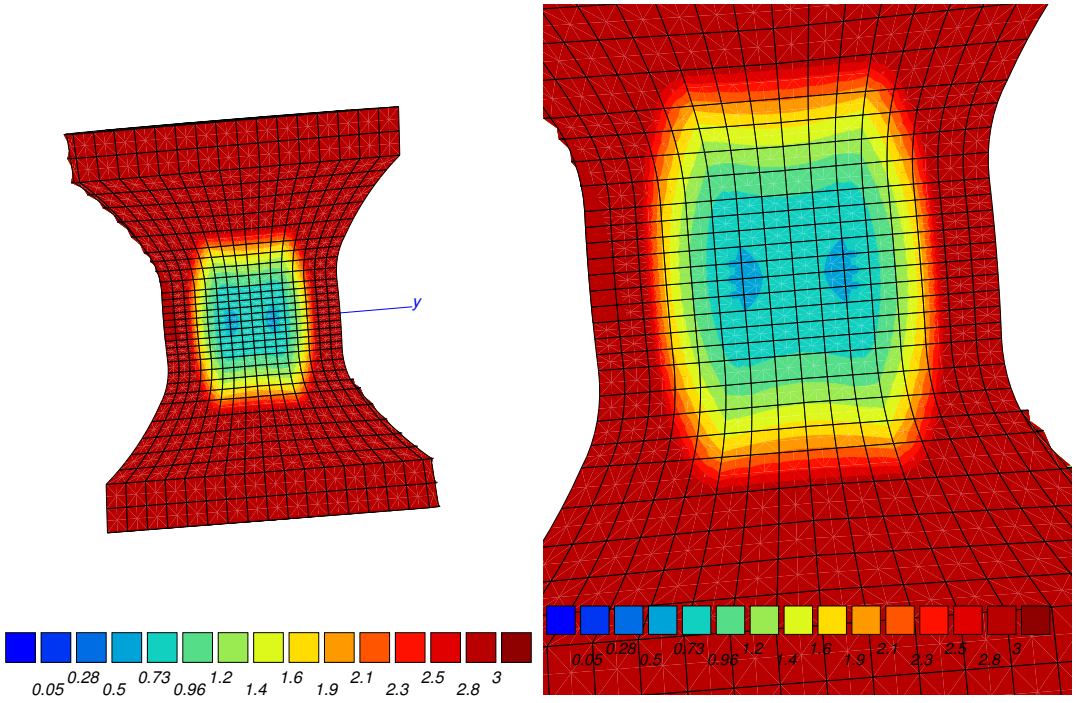


(a) (b) Zoom de (a)



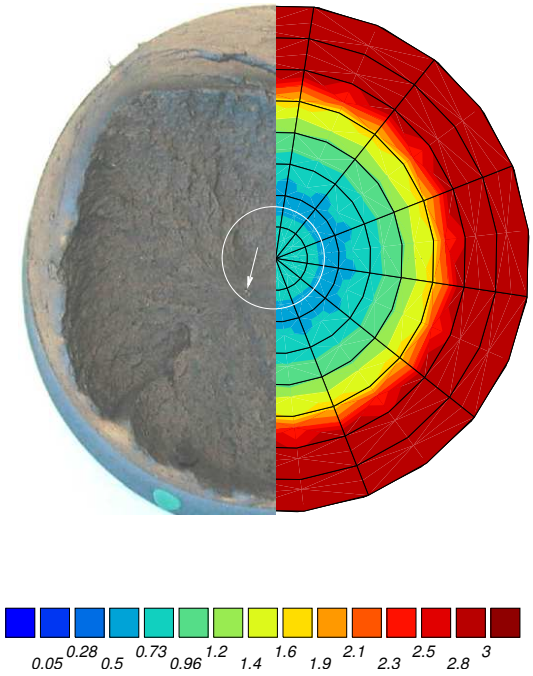
(c) Section

Figure VI.28 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en torsion statique et traction-compression. Essai DIAB-TSTTC-9 .



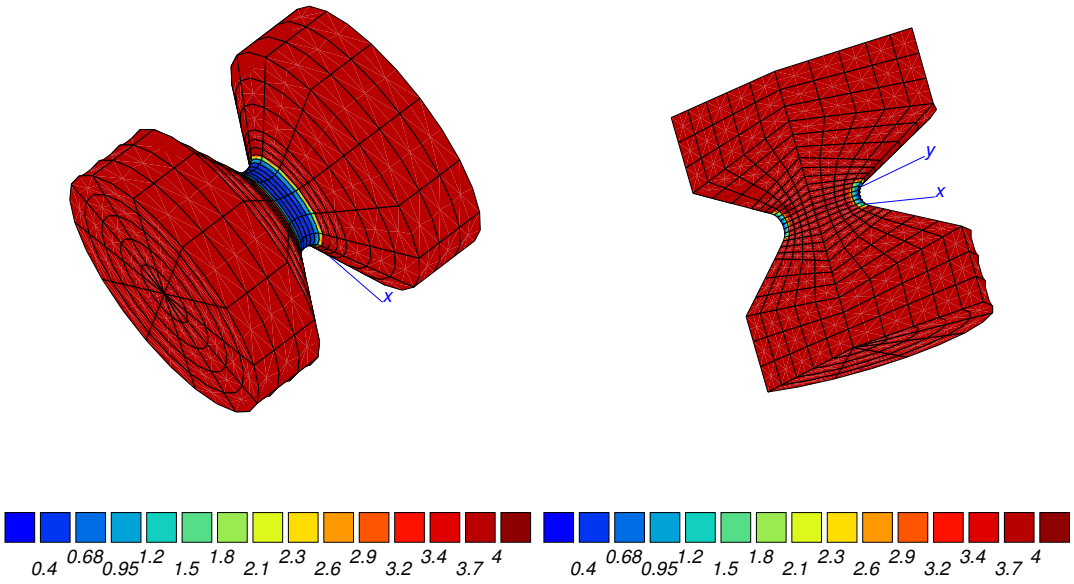
(a)

(b) Zoom de (a)

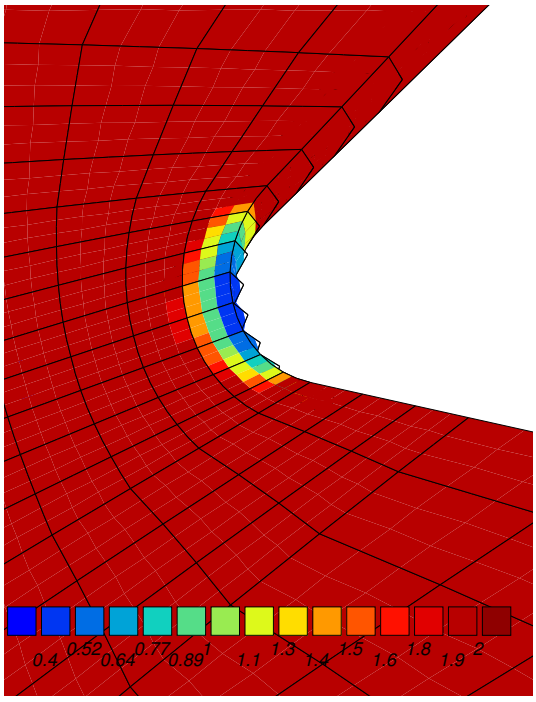


(c) Comparaison avec le faciès de rupture

Figure VI.29 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage en torsion statique et traction-compression. Essai DIAB-TSTTC-10 .



(a) (b) coupe de (a)



(c) Zoom de la coupe au niveau de l'entaille

Figure VI.30 : Cartographie du nombre de cycles à l'amorçage (calcul au points de Gauss) en torsion sur AE2. Essai AE2-TO-6 .

VI.3.4 Prévision de la durée de vie

Nous présentons ici les résultats de calculs de la durée de vie pour les différents types d'éprouvettes testées et modes de sollicitations rencontrés. Ces résultats sont présentés sous formes de tableaux récapitulatifs indiquant la référence de l'essai, le chargement appliqué, les variables mécaniques locales dans la zone d'amorçage et enfin les durées de vie expérimentales et calculées. Les dispersions obtenues sont illustrées dans des graphiques log-log comparant durées de vies expérimentales et calculées.

a) Essais de torsion sur Diabolo

Le tableau VI.3 donne les résultats d'essais de fatigue en torsion sur diabolo. La comparaison de la durée de vie des essais DIAB-TO-1* et DIAB-TO-8 indique une légère différence sur le comportement en endurance des deux lots d'éprouvettes. L'essai DIAB-TO-8 se plaçant dans la continuité des autres essais de fatigue réalisés au laboratoire, nous considèrerons que c'est cet essai qui est pertinent du point de vue du nombre de cycle à l'amorçage. Les essais DIAB-TO-1* et DIAB-TO-2* restent cependant intéressants puisqu'ils montrent que même s'il existe un léger décalage sur les durées de vie, le rapport deux entre un essai $0/+\theta$ et $-\theta/+\theta$ est conservé. Ces deux essais ne sont pas représentés sur le graphique donné figure VI.31 illustrant la dispersion obtenue. Pour les essais réalisés au laboratoire, l'accord entre la durée de vie expérimentale et la durée de vie calculée est satisfaisant.

Ref.	θ_{min} $deg.$	θ_{max} $deg.$	$\sigma_{renf.}$ MPa	$\sigma_{\vec{n}^{PC}_{t_{max}}}$ MPa	N_i $10^5 Cycles$	N_i^{CAL} $10^5 Cycles$
DIAB-TO-1*	0	200	0	2.73	1.1	0.26
DIAB-TO-2*	-200	200	0	2.73	0.6	0.26/2=0.13
DIAB-TO-3	-150	150	0	1.72	0.8	1.30/2=0.65
DIAB-TO-4	-150	150	0	1.72	0.6	1.30/2=0.65
DIAB-TO-5	0	150	0	1.72	1.7	1.30
DIAB-TO-6	0	100	0	0.96	5.8	5.90
DIAB-TO-7	0	130	0	1.39	2.7	2.28
DIAB-TO-8	0	200	0	2.73	0.3	0.26

Tableau VI.3 : Essais de torsion sur Diabolo. Les essais annotés d'une étoile sont des données d'un contrat Renault-Hutchinson-Paulstra (mélange identique à celui de notre étude).

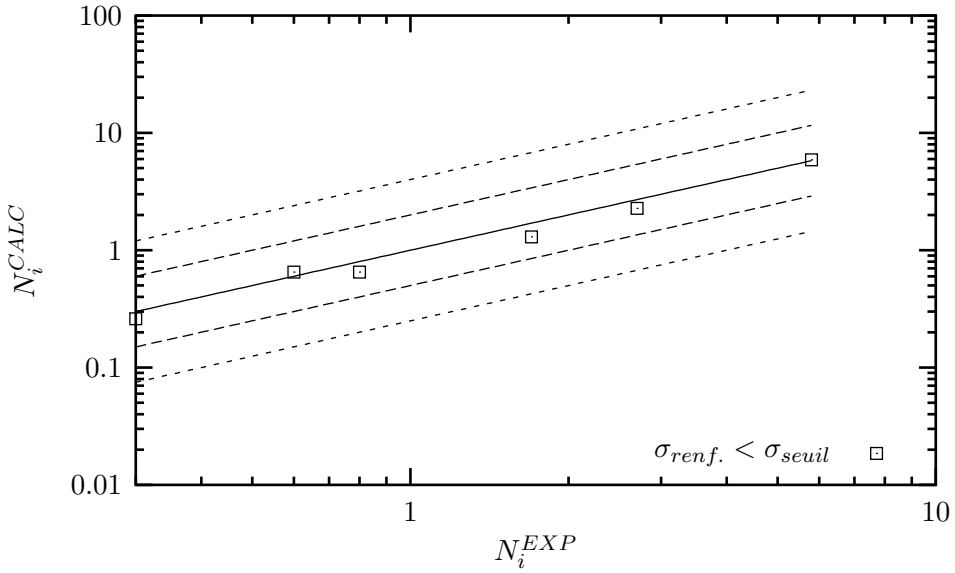


Figure VI.31 : Dispersion obtenue en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de torsion sur Diabolo. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. .

Renf.	F_{min} N	F_{max} N	σ_{min} MPa	σ_{max} MPa	N_i^{EXP} $10^5 Cycles$	N_i^{CALC} $10^5 Cycles$
AE5s1$^{N.A.}$	-4.6	236	-0.04	4.5	0.1	0.01
AE5s2$^{N.A.}$	-4	218	-0.04	4.1	0.1	0.04
AE5s3$^{N.A.}$	-4	185	-0.04	3.0	0.3	0.20
AE5s4$^{N.A.}$	-3.3	163	-0.03	2.4	0.6	0.46
AE5s5$^{N.A.}$	-7.1	146	-0.07	2.0	1.0	0.86
AE5s6$^{N.A.}$	11.5	125	0.10	1.6	2.9	5.53
AE5s7$^{N.A.}$	-44	155	-0.37	2.2	1.0	0.62
AE5s8$^{N.A.}$	-91	135	-0.77	1.8	3.0	1.29

Tableau VI.4 : Résultats de calcul pour les essais de traction-compression sur AE5 .

b) Essais de traction-compression sur éprouvettes AE5

Les résultats de calcul sont donnés tableau VI.4. La figure VI.32 indique que seuls les essais les plus chargés sortent de la bande de dispersion obtenue sur les essais de traction-compression sur diabolos. Nous reviendrons sur ce point par la suite.

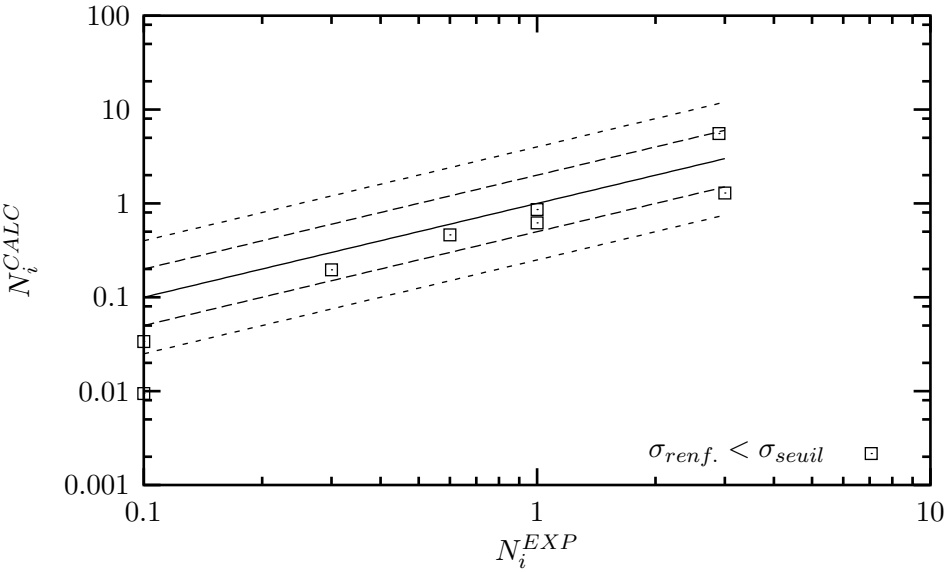


Figure VI.32 : Dispersion obtenues en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de torsion sur éprouvettes AE5. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles. .

c) Essais de traction-compression et torsion sur éprouvettes AE2

Les tableaux VI.5 et VI.6 donnent les résultats de calculs, la figure VI.33 offrant une meilleure lisibilité de la dispersion associée à ces essais.

Ref.	F_{min} N	F_{max} N	σ_{min} MPa	σ_{max} MPa	N_i^{EXP} $10^5 Cycles$	N_i^{CALC} $10^5 Cycles$
AE2-TC-1	-0.5	69	-0.01	2.67	0.85	0.31
AE2-TC-2	-4.6	76	-0.11	3.18	0.6	0.15
AE2-TC-3	-14.3	14.3	-0.34	0.36	20	1004
AE2-TC-4	-13.2	44	-0.32	1.34	6	3.06
AE2-TC-5	4	49	0.1	1.56	5.5	1.91
AE2-TC-6	5.9	68	0.14	2.60	1.2	0.35
AE2-TC-7	10	75	0.25	3.10	1.2	0.42
AE2-TC-8	8	63.5	0.20	2.32	2.5	0.84
AE2-TC-9	-22.5	63	-0.54	2.29	2.3	0.54
AE2-TC-10	0.9	59	0.02	2.06	2.1	0.77
AE2-TC-11	8	64	0.20	2.35	1.9	0.80
AE2-TC-12	7	58	0.17	2.01	2.6	1.13
AE2-TC-13	-50.6	62.6	-1.33	2.26	2.2	0.56
AE2-TC-14	-42	69	-1.06	2.67	0.84	0.31
AE2-TC-15	-42	69	-1.06	2.67	0.87	0.31
AE2-TC-17	-42	69	-1.06	2.67	1.12	0.31
AE2-TC-18	-42	69	-1.06	2.67	0.50	0.31
AE2-TC-19	-42	69	-1.06	2.67	0.97	0.31
AE2-TC-20	-42	69	-1.06	2.67	1.13	0.31
AE2-TC-21	-42	69	-1.06	2.67	0.86	0.31
AE2-TC-22	-42	69	-1.06	2.67	0.86	0.31
AE2-TC-23	-42	69	-1.06	2.67	0.81	0.31
AE2-TC-24	-42	69	-1.06	2.67	1.1	0.31

Tableau VI.5 : Résultats de calcul pour les essais de traction-compression sur AE2 .

Deux points sont à souligner au niveau des résultats sur éprouvettes AE2:

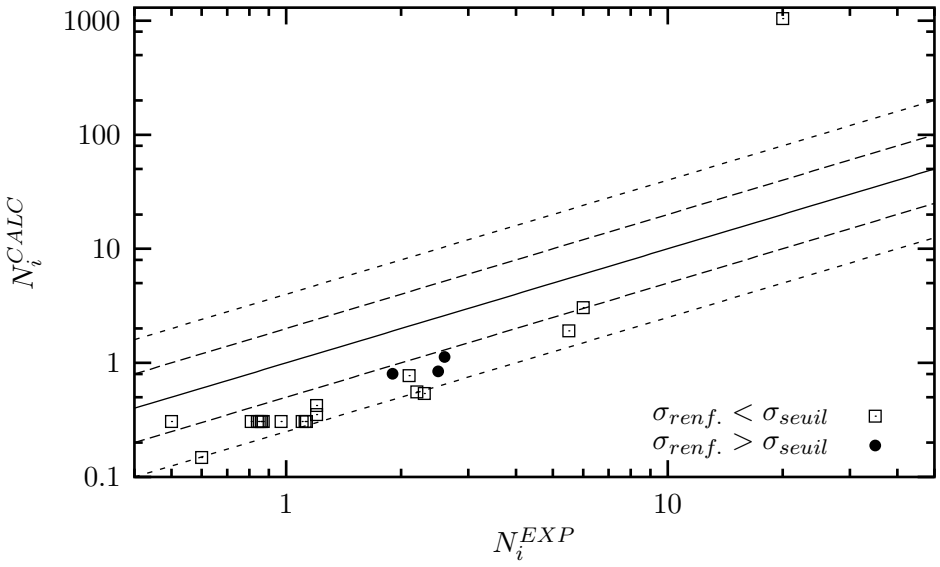
- une augmentation de la dispersion expérimentale,
- La durée de vie expérimentale est approximativement trois fois supérieure à celle calculée.

Le critère que nous avons établi est exprimé à partir des valeurs de contraintes aux noeuds. L'observation des mécanismes d'amorçage a montré que les fissures s'initient à partir d'inclusions dont la taille est de l'ordre de cent à deux cents micromètres. Nous avons vu précédemment que les géométries entaillées présentaient de forts gradients (voir partie IV.4.4). La figure VI.34 indique l'évolution de la contrainte équivalente dans le cas de la traction-compression et torsion sur AE2. La contrainte équivalente chute de plus de 70% sur les premiers 200 micromètres depuis le fond d'entaille. Une telle variation de contrainte implique un fort gradient de durée de vie. La sensibilité de N_i^{CALC} à la variation de contrainte est illustrée figure VI.35. Nous constatons que N_i^{CALC} est d'autant plus sensible à la variation de contrainte équivalente que σ_{eq} se rapproche de $\sigma_u^\star$ (faible durée de vie) et $\sigma_l^\star$ (grande durée de vie). Cette forte non-linéarité est à l'origine du décalage observé aux faibles durées de vie en traction-compression sur AE5. De plus, dans la gamme de durée de vie explorée sur AE2,

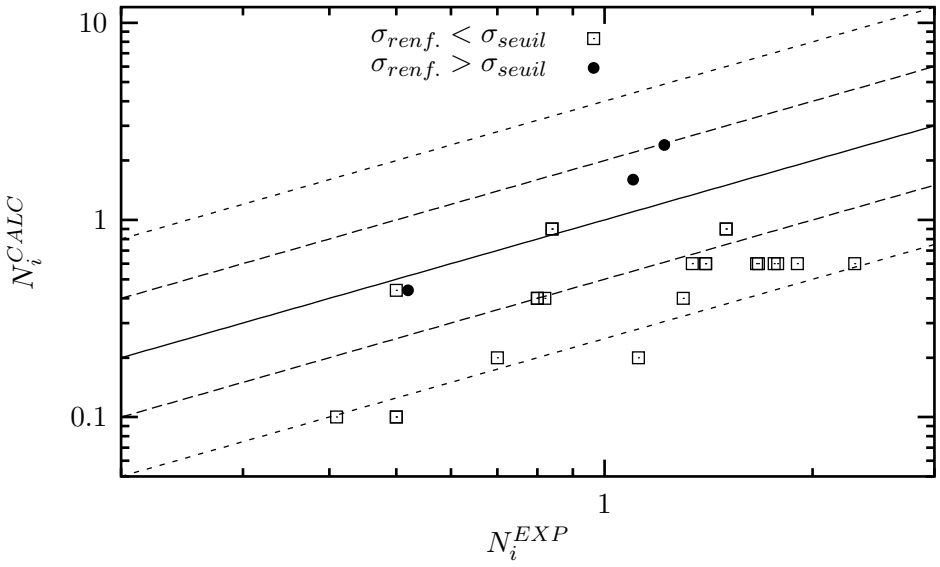
une chute de σ_{eq} de l'ordre de 70% équivaut à multiplier par trois la durée de vie calculée. Ainsi, la variation de durée de vie N_i^{CALC} sur une distance proche de la taille caractéristique des défauts, correspond approximativement au décalage entre N_i^{CALC} et N_i^{EXP}. Il semble donc que le décalage observé puisse en partie être attribué à l'existence de gradients qui ne peuvent être pris en compte puisque le critère C_{CPA} établit une relation entre l'histoire du chargement local (aux nœuds ou aux points de Gauss) et la durée de vie.
Cependant, les gradients ne sont pas l'unique cause de ce décalage. En effet, pour qu'il y ait amorçage à un nombre de cycle donné, il faut que, d'une part, le niveau de contrainte équivalente soit suffisant, et que d'autre part, il existe une particule dans la zone correspondante, en d'autres termes **que la taille du volume sollicité soit suffisante**. La figure VI.36 compare les volumes où la durée de vie est inférieure à trois fois la durée de vie minimale de la structure, dans le cas d'un essai de torsion sur éprouvette AE2 et Diabolo. En assimilant chacun de ces volumes à des cylindres, on obtient un volume deux cents fois supérieur sur le diabolo que sur l'AE2 et deux fois supérieur sur l'AE5 ($22mm^3$ en traction, non illustré) que sur l'AE2. Ainsi, la probabilité de trouver une inclusion dans la zone sollicitée est bien plus grande sur le diabolo que sur l'AE2. Le décalage observé, plus qu'un effet de gradient, corespond à un "effet d'échelle" et s'inscrit dans le cadre plus global du passage d'un modèle déterministe à un modèle probabiliste. L'approche probabiliste n'a pu être abordée au cours de cette thèse mais devrait pouvoir corriger le décalage observé.

Ref.	C_{min} N.m	C_{max} N.m	θ_{min} *deg.*	θ_{max} *deg.*	$\sigma_{renf.}$ MPa	$\sigma_{\vec{n}_{t_{max}}^{PC}}$ MPa	N_i^{EXP} $10^5 Cycles$	N_i^{CALC} $10^5 Cycles$
AE2-TO-1*	0.	0.222	0	100	0	3.69	0.5	0.1
AE2-TO-2*	0	0.184	0	80	0	2.47	1.3	0.4
AE2-TO-3	0	0.202	0	90	0	3.04	0.7	0.2
AE2-TO-4	0	0.164	0	70	0	1.97	1.5	0.9
AE2-TO-5	0	0.164	0	70	0	1.97	0.84	0.9
AE2-TO-6	0	0.184	0	80	0.8	0	2.47	0.4
AE2-TO-7	0	0.202	0	90	0	3.04	1.12	0.2
AE2-TO-8	0	0.104	0	40	0	0.86	10.0	9.0
AE2-TO-9	0	0.164	0	70	0	1.97	0.84	0.9
AE2-TO-10	0	0.184	0	80	0	2.47	0.82	0.4
AE2-TO-11	0	0.202	0	90	0	3.04	< 2.23	0.2
AE2-TO-12	0	0.164	0	70	0	1.97	1.5	0.9
AE2-TO-13	0	0.084	0	35	0	0.73	>55.0	14
AE2-TO-14	0	0.222	0	100	0	3.69	0.4	0.1
AE2-TO-15	0	0.222	0	100	0	3.69	0.5	0.1
AE2-TO-16	0	0.176	0	75	0	2.22	1.4	0.6
AE2-TO-17	0	0.176	0	75	0	2.22	< 1.54	0.6
AE2-TO-18	0	0.176	0	75	0	2.22	1.67	0.6
AE2-TO-19	0	0.176	0	75	0	2.22	1.66	0.6
AE2-TO-20	0	0.176	0	75	0	2.22	1.78	0.6
AE2-TO-21	0	0.176	0	75	0	2.22	1.76	0.6
AE2-TO-22	0	0.176	0	75	0	2.22	≤ 3	0.6
AE2-TO-23	0	0.176	0	75	0	2.22	1.9	0.6
AE2-TO-24	0	0.176	0	75	0	2.22	$1.7 < n < 3.2$	0.6
AE2-TO-25	0	0 0.176		75	0	2.22	1.34	0.6
AE2-TO-26	0	0.176	0	75	0	2.22	1.4	0.6
AE2-TO-27	0.056	0.202	20	90	0.49	3.04	1.22	2.3
AE2-TO-28	0	0.184	0	80	0	2.47	2.3	0.6
AE2-TO-29	0.028	0.176	10	75	0.23	2.22	1.1	1.6
AE2-TO-30	0.0	0.222	0	100	0	3.69	0.8	0.4
AE2-TO-31	0.028	0.222	10	100	0.21	3.69	0.5	0.44
AE2-TO-32	0.028	0.222	10	100	0.21	3.69	0.52	0.44

Tableau VI.6 : Résultats de calcul pour les essais de torsion sur AE2. .



(a) Traction-compression



(b) Torsion

Figure VI.33 : Dispersion obtenue en appliquant le critère C_{CPA} aux essais de traction-compression et de torsion sur AE2. Durée de vie indiquée en 10^5 cycles..

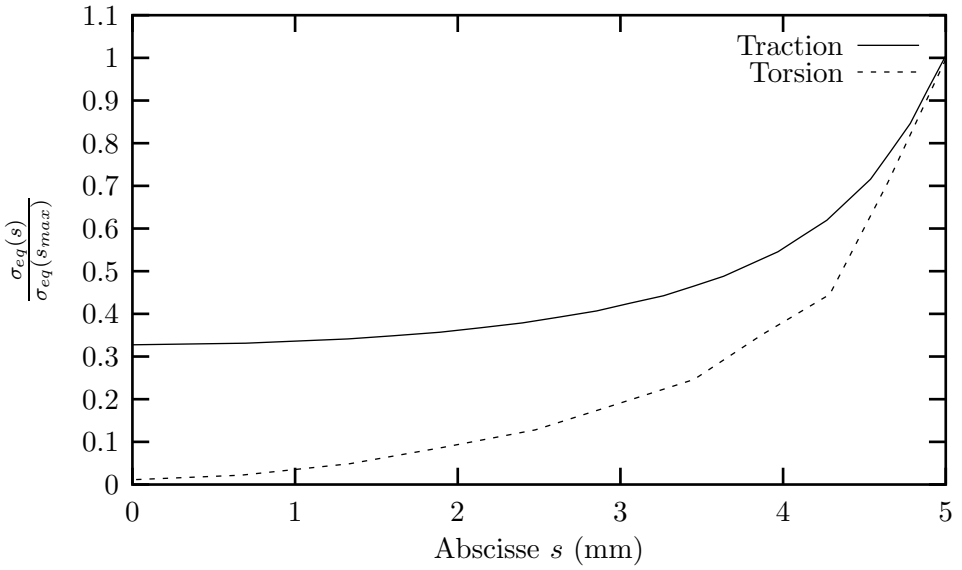


Figure VI.34 : Evolution du rapport $\sigma_{eq}(s)/\sigma_{eq}(s_{max})$ sur le liset lbas pour une éprouvette AE2 et torsion et traction-compression à même niveau de $\sigma_{eq}(s_{max})$.

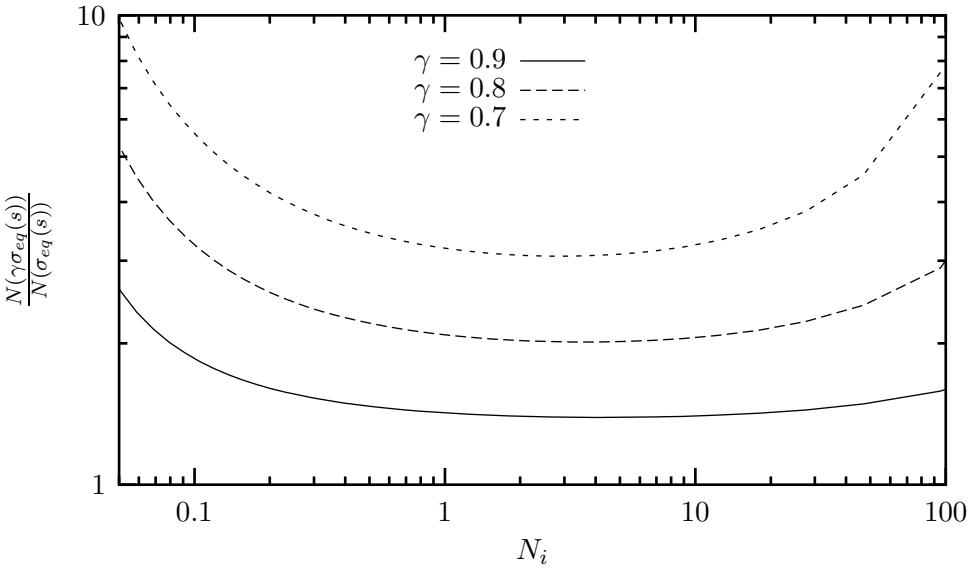
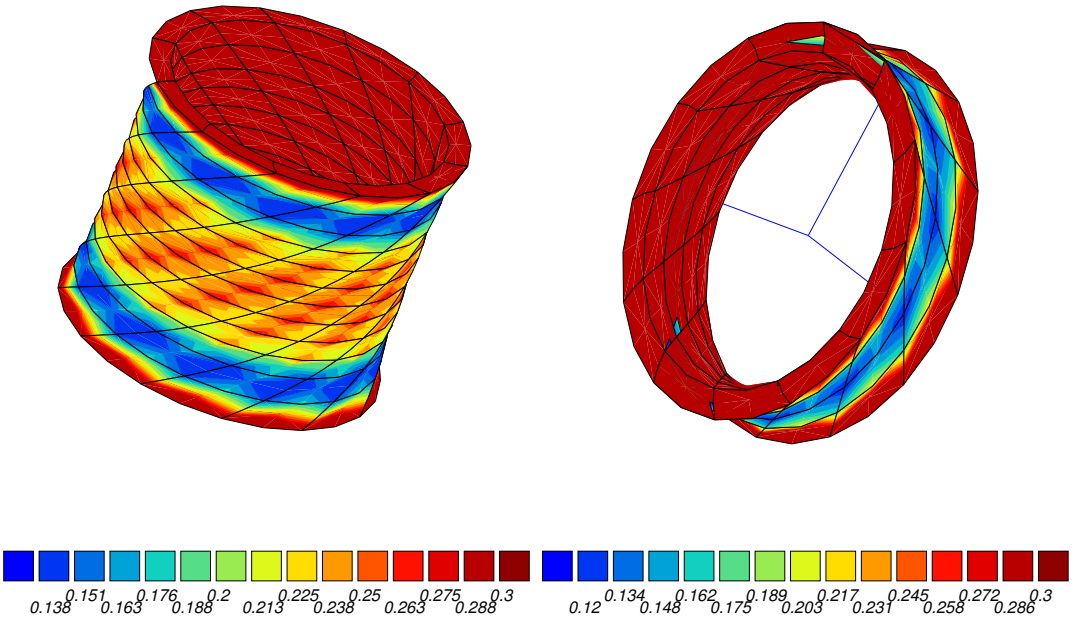


Figure VI.35 : Sensibilité de la durée de vie calculée à la variation de contrainte équivalente pour des essais sans renforcement.



(a) Diabolo, V=$2cm^3$

(b) AE2, V=$10mm^3$

Figure VI.36 : Volumes où la durée de vie est inférieure à trois fois la durée de vie minimale de la structure. La durée de vie minimale de la structure est identique dans les deux cas.

Bibliographie

[1] J. Lemaitre and J.L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 1988.

[2] A. N. Gent and P. B. Lindley. Internal rupture of bonded rubber cylenders in tension. *Proc. Roy. Soc. A*, 246:195–205, 1958.

[3] J. Besson and R. Foerch. Object–oriented programming applied to the finite element method. part i. general concepts. *Revue Européenne des éléments finis*, 7(5):535–566, 1998.

[4] J. Besson and R. Foerch. Object–oriented programming applied to the finite element method. part ii. application to material behavior. *Revue Européenne des éléments finis*, 7(5):567–588, 1998.

Chapitre -VII-

Conclusions et perspectives

La cristallisation du NR

La première partie de ce travail concerne l'étude d'un phénomène déjà reporté dans la littérature : la cristallisation du NR sous déformation. Nous avons dans un premier temps étudié la cristallisation en traction monotone en utilisant la diffraction des rayons X. La création de la phase cristalline au cours de la déformation provoque l'apparition de pics caractéristiques de cette phase, visibles sur un diffractogramme $\theta/2\theta$, dans une fenêtre d'angle $2\theta \ \epsilon$ [10:40] degrés. La déconvolution des diffractogrammes permet de réaliser une étude semi-quantitative de l'évolution de la cristallisation en fonction de l'élongation appliquée à travers la définition d'un index de cristallinité noté X_c.
Les premiers pic apparaissent pour une élongation de $\lambda_{seuil} = 2.3$. Puis X_c augmente rapidement jusqu'à une élongation de $\lambda = 4$ pour se stabiliser progressivement à une valeur de l'ordre de 26%. Cette valeur correspond à celle obtenue par la même technique par d'autres auteurs sur du NR.
Les figures de pôle indiquent que la phase cristalline présente une forte texture de fibre. La structure de la maille cristalline est orthorombique, l'axe c (direction des chaînes) étant aligné avec la direction de traction.
Ces mesures ont été réalisées à une élongation donnée, le temps d'acquisition d'un balayage $\theta/2\theta$ étant de l'ordre de 45 minutes.
L'effet de sollicitations cycliques sur la cristallisation est apparu à travers des essais de traction cyclique sur lanière avec décharges partielles et niveau de déformation maximal constant. Au cours de ces essais, il apparaît une augmentation du niveau de contrainte maximale atteint à chaque cycle bien que l'élongation maximale soit maintenue constante. Ce phénomène est observable dès lors que le niveau minimal d'élongation du cycle est supérieur à $\lambda = 1.9$. De plus, cette augmentation de contrainte est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est faible. L'interprétation de cette forme de renforcement a été faite en terme de cumul de cristallisation. En effet, des mesures réalisées par Toki et al. [1] lors d'un cycle de charge/décharge montrent que , pour une même élongation, le taux de cristallisation à la décharge est supérieur à celui mesuré à la charge. Ainsi, si l'on considère un cycle de charge, décharge partielle puis charge, les cristaux qui apparaissent à la seconde mise en charge s'ajoutent à ceux qui n'ont pas disparu lors de la décharge partielle. Par conséquent, pour une même élongation, l'index de cristallinité à la seconde mise en charge est supérieur à celui atteint à la première mise en charge. Il faut naturellement que la décristallisation, suite à la première mise en charge, ne soit pas totale. Il existe donc un effet de seuil, et ce phénomène n'est observé que lorsque le niveau

de déformation minimale du cycle est supérieur à $\lambda = 1.9$.
Des mesures comparables à celles proposées par Toki et al.[1] pour le type de chargement que nous venons d'évoquer pourraient confimer ou infirmer cette interprétation et apporteraient dans tous les cas des informations intéressantes sur ce sujet.

Mécanismes d'endommagement

La cavitation et la décohésion apparaissent comme les deux mécanismes principaux d'endommagement observés sur notre matériau. Tous deux agissent à différents stades et notamment à celui de l'amorçage des fissures. Les observations au M.E.B des surfaces de rupture indiquent que les fissures s'initient à partir d'hétérogénéités dont la taille varie entre 100 et 500 micromètres. Les observations mettent en évidence une grande diversité des inclusions, tant par leur composition (analyses microsonde de Castaing), leur taille que par leur état de surface. Pour cette raison il a été difficile d'associer un des deux mécanismes à chaque type d'inclusion. De plus, même lorsqu'il y a decohésion, une proportion non négligeable de la surface de la particule reste recouverte d'élastomère, ce qui laisse penser à un double processus de cavitation/décohésion. Ces deux mécanismes ne sont pas caractéristiques du mode de sollicitation et se retrouvent sous traction monotone comme sous sollicitation cyclique. Les fissures s'initient ensuite depuis ces zones endommagées pour se propager dans le reste de l'éprouvette et éventuellement provoquer sa rupture.

D'autre part, l'observation des fonds de fissures indique que la cavitation joue de nouveau un rôle privilégié dans le processus de propagation. La décohésion semble moins présente en fond de fissure. En effet, dans le cas de la propagation, la taille des hétérogénéités en fond de fissure est beaucoup moins élevée que celle des particules à l'origine de l'amorçage . Elle varie d'une dizaine de micromètres pour les plus importantes (ZnO) à des tailles sub-micrométriques pour les plus petites (NdC). Or, la contrainte critique de décohésion est inversement proportionnelle à la taille de l'inclusion (voir eq. III.1). De plus, les observations M.E.B. indiquent que la cavitation peut avoir lieu de manière spontanée, en absence de particules, les tailles minimales de vides étant de l'ordre 80nm.

Outre les mécanismes d'endommagement, l'observation des fonds de fissures en position non déformée a mis en évidence l'existence de déformations d'origine visqueuses en pointe de fissure, bien que le matériau soit globalement considéré comme hyperélastique. Ce point est important à souligner, en particulier si l'on souhaite aborder le problème de la propagation de fissures dans les élastomères chargés. En effet, il sera alors nécessaire de décrire correctement le champ de contrainte et de déformation en pointe de fissure, ce qui ne pourra être le cas qu'à condition de prendre en compte ces déformations d'origine visqueuse. On notera que l'utilisation de micro-grilles d'or deviendra alors un outil précieux pour la détermination expérimentale du champ de déformation en présence de singularités fortes comme en pointe de fissure.

Cette étude nous a également permis de mieux comprendre l'origine du renforcement observé à rapport de charge positif, notamment à travers les observations en coupe des fissures de fatigue. Ces coupes mettent en évidence un phénomène de bifurcation et de branchement des fissures propagées à rapport de charge positif, ce qui n'est pas observé à rapport de charge négatif. Le branchement des fissures a pour effet d'augmenter l'énergie dissipée dans le processus de propagation et donc de diminuer la cinétique globale de croissance de fissure.
Les observations M.E.B. indiquent la présence d'une structure fibrillaire intense en pointe de fissure. La conséquence est une forte anisotropie de comportement vis à vis de l'endommagement qui apparaît

préférentiellement dans l'espace interfibrillaire, suivant la direction de traction. Cette forte anisotropie semble être à l'origine du phénomène de bifurcation. Par conséquent, plus le chargement appliqué permet le développement d'une zone fortement anisotrope en pointe de fissure, plus le phénomène de renforcement sera marqué. Le phénomène de renforcement doit donc être mis en relation directe avec le processus de cumul de cristallisation observé au premier chapitre. En résumé :

- propagation à rapport de charge négatif : le phénomène de cumul est inexistant, il n'y a pas de renforcement.
- propagation à rapport de charge positif : le cumul de cristallisation agit en pointe de fissure, une forte anisotropie se développe, le renforcement est marqué.

Enfin, quel que soit le type de sollicitation, la comparaison de l'orientation des fissures avec le chargement local indique que les fissures se propagent en mode d'ouverture.

Modélisation de la durée de vie

Le point de départ de cette étude a été le modèle de prévision de durée de vie proposé par N.André [2]. Ce modèle est basé sur une représentation graphique de type diagramme de Haigh à deux paramètres : l'amplitude de contrainte et la contrainte moyenne. Dans un premier temps, nous avons repris ce critère, d'une part en ajoutant notre base de donnée expérimentale à celle établie par le précédent auteur afin d'identifier l'éventuel rôle des fortes compressions, et d'autre part en proposant une méthode robuste d'optimisation des différents paramètres du critère. Les algorithmes génétiques ont été un atout certain dans la résolution de notre problème d'optimisation. Les résultats indiquent que, lors d'essais de traction-compression, la partie du cycle en compression n'a pas d'influence sur la durée de vie.

Le modèle a ensuite été étendu aux essais multiaxiaux. Les fortes rotations du repère des contraintes principales dans la majeure partie de nos essais, nous a amenés à exprimer le critère uniaxial à partir d'invariants du tenseur des contraintes. Le critère ainsi obtenu est équivalent au critère uniaxial lorsqu'il est appliqué aux essais de traction-compression sur Diabolo. Le terme d'amplitude est alors calculé à partir du déviateur alors que le terme de moyenne dépend de la partie hydrostatique. L'application de ce critère aux essais multiaxiaux indique qu'il ne permet ni de localiser correctement dans le cas des essais de traction-compression, ni de fournir une prévision de la durée de vie correcte dans le cas de forts taux de triaxialité. Ces résultats ont montré que la dissociation entre la partie déviatorique et la partie hydrostatique n'est pas souhaitable pour l'écriture d'un critère de fatigue pour les matériaux élastomères.

Nous avons donc été amenés à développer une approche tout à fait différente de celle menée précédemment. Un critère de fatigue a été établi, sur la base des observations faites sur l'endommagement et le renforcement, à savoir :

- quel que soit le mode de sollicitation, la fissure est orientée dans la direction de la plus grande contrainte principale atteinte au cours du cycle,
- le renforcement est associé au cumul de cristallisation,
- il y a cumul lorsque la pointe de fissure n'est pas relaxée au cours du cyle,
- il existe de très fortes rotations matérielles qu'il est nécessaire de prendre en considération.

L'écriture du critère traite séparément l'endommagement et le renforcement. De plus les rotations matérielles sont prises en compte de manière explicite dans l'écriture du modèle. Ce critère a été implémenté dans le code de calcul ZeBuLoN (C++), identifié sur les essais uniaxiaux puis appliqué aux différents essais multiaxiaux. Il permet d'obtenir plusieurs informations sur l'amorçage en fatigue:

- l'orientation des fissures,
- la localisation de l'amorçage ,
- le nombre de cycles à l'amorçage .

En ce qui concerne l'orientation des fissures, la comparaison avec les orientations de fissures mesurées au M.E.B. donne des résultats tout à fait satisfaisants même dans le cas de la torsion sur éprouvettes entaillées où il existe de fortes rotations matérielles.
Le critère appliqué aux essais de traction-compression et torsion statique rend compte de l'amorçage interne observé expérimentalement. Ces essais ont également permis de mettre en évidence la nécessité de prendre en compte la mixité du mode de sollicitation dans le terme de renforcement.
Enfin, seuls les essais sur éprouvettes AE2 posent des problèmes du point de vue de la prévision de la durée de vie. Quel que soit le mode de sollicitation (torsion ou traction-compression), la durée de vie expérimentale est approximativement trois fois supérieure à celle calculée. Il semble que ce décalage puisse être associé à un effet d'échelle. Notre critère étant purement déterministe, il ne permet pas de prendre en compte ce type de situations. Par conséquent il serait souhaitable de développer une approche probabiliste, à partir du critère que nous venons d'établir.

Bibliographie

[1] S. Toki, T. Fujimaki, and M. Okuyama. Strain-induced crystallization of natural rubber as detected real-time by wide-angle x-ray diffraction technique. *Polymer*, 41:5423–5429, 2000.

[2] N. André. Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type nr. *Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 1998.

Annexe -A-I-

Résultats de déconvolution des diffractogrammes

Nous présentons ici l'ensemble des résultats de la déconvolution des spectres. Le tableau A-I.1 regoupe, pour chaque pic, la position en 2θ du maximum, l'aire du pic (intensité diffractée, l'unité étant arbitraire), la largeur à mi-hauteur (FWMH) et le paramètre (m) de forme de part et d'autre du maximum. Chaque paramètre est représenté figure A-I.1.

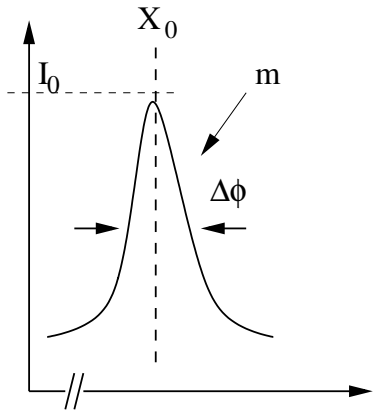


Figure A-I.1 : Paramètres de la déconvolution.

position $2\theta^\circ$	Intensité Arbitraire	$FWMH_{gauche}$ $2\theta^\circ$	$FWMH_{droit}$ $2\theta^\circ$	m_{gauche}	m_{droit}
		λ=1			
22.03	13916	5.16	6.05	13.91	29.54
± 0.33	± 532.7	± 0.18	± 0.25	± 3.22	± 3.42
37.01	2531.5	0.22	0.15	2.38	1.54
± 0.01	± 32.4	± 0.01	± 0.01	± 0.33	± 0.15
		λ=1.62			
22.04	12264.2	1.45	5.22	1.58	28.21
± 0.26	± 649.6	± 0.55	± 0.17	± 1.27	± 2.27
36.91	2562.7	0.21	0.16	2.18	1.72
± 0.01	± 33.4	± 0.01	± 0.01	± 0.26	± 0.20
		λ=1.98			
22.47	11158.0	2.08	5.18	1.26	24.10
± 0.37	± 596.2	± 0.66	± 0.25	± 0.45	± 2.44
36.89	2479.6	0.201	0.142	2.064	1.418
± 0.01	± 33.8	± 0.01	± 0.01	± 0.24	± 0.13
		λ=2.65			
16.07	225.5	0.35	0.68	2.26	4.98
± 0.13	± 40.8	± 0.13	± 0.19	± 0.36	± 0.98
22.44	12730.3	3.82	6.59	15.32	29.98
± 0.88	± 1790.7	± 0.11	± 0.62	± 5.76	± 5.83
24.24	22.7	0.13	0.02	2.26	4.98
± 0.20	± 27.1	± 0.22	± 0.22	± 0.36	± 0.98
36.91	2505.1	0.21	0.15	2.69	1.63
± 0.01	± 35.9	± 0.01	± 0.01	± 0.46	± 0.21
		λ=3.			
16.08	509.3	0.34	0.45	2.26	4.98
± 0.03	± 25.9	± 0.03	± 0.04	± 0.36	± 0.98
21.87	12988.4	3.97	5.05	7.97	3.70
± 0.11	± 94.7	± 0.07	± 0.17	± 1.03	± 0.49
24.15	975.6	1.00	0.56	2.26	4.98
± 0.07	± 96.1	± 0.11	± 0.07	± 0.36	± 0.98
36.88	2632.9	0.20	0.15	2.05	1.52
± 0.01	± 29.9	± 0.01	± 0.01	± 0.19	± 0.13
		λ=3.3			
16.13	548.2	0.37	0.43	2.26	4.98
± 0.04	± 35.7	± 0.05	± 0.05	± 0.36	± 0.97
20.67	10800.0	3.83	7.80	3.54	22.14
± 0.18	± 240.7	± 0.18	± 0.23	± 0.91	± 1.74
24.19	2917.0	2.37	0.85	2.26	4.98
± 0.08	± 199.1	± 0.15	± 0.08	± 0.36	± 0.97
36.90	2367.0	0.19	0.15	1.99	1.69
± 0.01	± 32.4	± 0.02	± 0.00	± 0.26	± 0.19

Suite page suivante...

position $2\theta^\circ$	Intensité Arbitraire	$FWMH_{gauche}$ $2\theta^\circ$	$FWMH_{droit}$ $2\theta^\circ$	m_{gauche}	m_{droit}
			λ=3.8		
16.39	1514.2	0.40	0.60	2.26	4.98
± 0.03	± 567.5	± 0.04	± 0.04	± 0.36	± 0.98
21.91	11720.3	3.58	5.62	5.74	15.14
± 0.10	± 584.6	± 0.14	± 0.11	± 0.98	± 1.16
24.38	4273.6	0.99	0.83	2.26	4.98
± 0.02	± 82.5	± 0.03	± 0.02	± 0.36	± 0.98
37.03	2686.0	0.21	0.16	2.31	1.78
± 0.01	± 22.1	± 0.01	± 0.01	± 0.20	± 0.12
			λ=4.2		
16.15	1373.0	0.38	0.48	2.261	4.98
± 0.02	± 41.2	± 0.02	± 0.03	± 0.36	± 0.97
21.81	10795.8	3.76	5.19	12.981	25.28
± 0.12	± 140.1	± 0.09	± 0.14	± 2.92	± 3.01
24.10	3754.7	1.05	0.86	2.261	4.98
± 0.04	± 148.7	± 0.05	± 0.04	± 0.36	± 0.97
			λ=5.3		
16.16	1554.4	0.35	0.48	2.261	4.98
± 0.02	± 38.4	± 0.02	± 0.02	± 0.36	± 0.97
23.10	10119.0	4.62	2.88	1.993	2.71
± 0.40	± 190.2	± 0.21	± 0.41	± 0.31	± 0.67
24.08	3686.4	0.85	0.93	2.261	4.98
± 0.04	± 320.1	± 0.05	± 0.05	± 0.36	± 0.97
36.93	2478.6	0.20	0.15	2.135	1.53
± 0.01	± 32.1	± 0.01	± 0.01	± 0.25	± 0.16
36.91	2522.8	0.19	0.16	1.942	2.04
± 0.01	± 32.4	± 0.01	± 0.01	± 0.20	± 0.28

Tableau A-I.1 : Résultats de la déconvolution des difractogrammes.

Annexe -A-II-

Dépôts de microgrilles d'or

L'objectif est de mesurer les champs de déformations en présence d'hétérogénéités (inclusions) ou de fortes singularités (pointes de fissure). L'idée est de mesurer le champ de déplacement via le déplacement des noeuds d'une grille déposée sur le matériau. La taille des pas de la grille dépend entièrement des gradients de contraintes que l'on désire mesurer et peut varier de 5 à 30μm. La technique employée est celle utilisée dans la fabrication des composants pour la microéléctronique. Cette technique a été utilisée et étudiée par Attwood et Hazzledine [1], Allais et al. [2]. Cette technique a été développée pour les matériaux métalliques. Nous en rappelons les grandes étapes tout en précisant les modifications apportées pour la rendre applicable à nos matériaux.

A-II.1 Technique de dépôt

La technique se résume en six grandes étapes, résumées figure A-II.1. Le principe est de déposer un film mince et électro-sensible à la surface de l'échantillon. Ce film est obtenu par centrifugation d'une goutte de PMMA puis polymérisation. Le film est ensuite irradié par le passage d'un faisceau électronique. Le faisceau a pour effet de réduire la longueur des chaînes. Les zones irradiées deviennent alors plus facile à dissoudre. Nous utilisons le M.E.B. pour obtenir le faisceau d'électrons. Un seul passage suffit pour créer un barreau. L'écart entre les barreaux est contrôlé par le nombre de ligne pour le balayage complet de l'écran et le grandissement auquel on travail :

$$pas = \frac{\text{Grandissement}}{\text{Largeur écran * Nombre de lignes de balayage}} \tag{A-II.1}$$

La seconde série de barreau est obtenue en faisant tourner électroniquement le faisceau de 90°. Enfin, on dépose sur l'ensemble de la surface une couche d'or de 15 à 30nm. La grille est obtenue en dissolvant le PMMA restant.

A-II.2 Difficultés et application aux élastomères

Cette technique, simple sur le principe pose un certain nombre de problèmes pratiques. La qualité de la grille (définition des barreaux) dépend de la focalisation du faisceau. La mise au point doit donc

être faite à fort grossissement sans pour autant irradier l'ensemble de l'échantillon. Puis il faut être capable de déterminer, en aveugle, la position où l'on souhaite déposer la grille.

L'application de cette technique à des matériaux élastomères pose des problèmes supplémentaires. Les premières tentatives de grille en suivant la technique décrite précédemment n'ont pas donné de résultats. Nous obtenions systématiquement un moucheté d'or à la place de la grille souhaitée. La raison de cet echec trouve son explication à travers la différence d'énergie de surface entre le NR et les matériaux métalliques. La mouillabilité du PMMA sur le NR n'est pas suffisante pour permettre l'obtention d'une fine couche de PMMA (étape 2, figure A-II.1). Ce problème a été résolu en déposant une fine couche d'or sur la surface de l'échantillon avant de commencer la réalisation de la grille.
L'homogénéité de la couche de PMMA dépend de la vitesse de rotation lors de l'opération de centrifugation. La vitesse de rotation avoisine les 2000 tr/mn. A cette vitesse, il est fort probable que l'échantillon se déforme et donc que le PMMA ne s'écoule pas uniformément. Il est nécessaire de brider au maximum l'échantillon lors de cette opération.
La dernière difficulté vient de la rugosité des surfaces. Dans le cas des métaux, le polissage des surfaces permet d'avoir un faisceau correctement focalisé sur toute la surface irradiée. Dans notre cas les échantillons sont simplement nettoyés à l'alcool. Aucune préparation particulière n'est possible. La focalisation n'étant pas parfaite, les grilles sont souvent imparfaites et partielles.

Après optimisation, les paramètres de dépôt sont les suivants:

- Taille de sonde = 500
- Nombre de ligne de balayage = 125
- Intensité 80 mA
- Grossissement = 40
- Vitesse de balayage = 0.5 s/ligne

La couche d'or initiale a une épaisseur de 5 nm. Les paramètres de dépôt de la couche d'or finale sont :

- Courant transmis : 28 mA,
- Distance cathode/échantillon : 50 mm,
- Temps d'exposition : 3 à 4 min,
- Epaisseur du dépôt : 15 à 30 nm.

A-II.3 Résultats

Les grilles obtenues sont données figure A-II.2, pour deux pas de grille différents, 10 et 30 μm.

La définition de la grille de pas $20\mu m$ est bien meilleure que celle de pas $10\mu m$ bien que les conditions de dépôt soient identiques. Le résultat n'étant que faiblement reproductible, il est difficile d'optimiser les conditions de dépôt pour chaque pas. De plus, ces grilles ne sont pas parfaitement régulières. Ceci vient d'une part de l'astigmatisme du MEB et d'autre part des phénomènes de charges qui peuvent provoquer une dérive du faisceau. Si l'on souhaite réaliser des calculs de déformation, il est nécessaire de quantifier l'écart entre la grille réelle et une grille idéale constituée de cellules toutes identiques, caractérisées par un pas en X, un pas en Y et un cisaillement γ. On utilise pour cela un processus

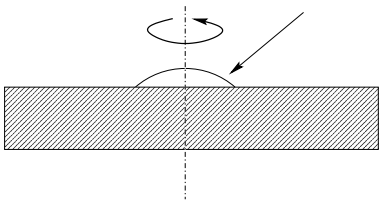
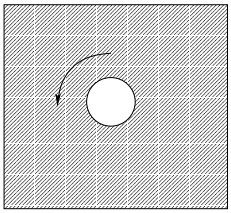
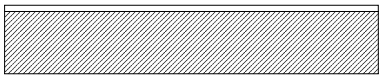
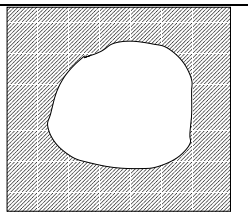
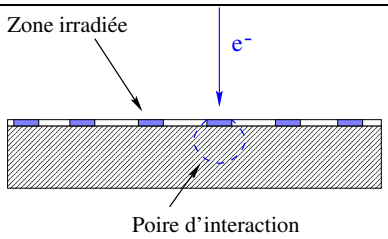
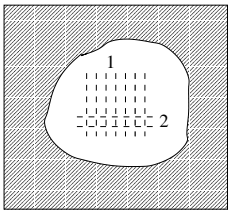
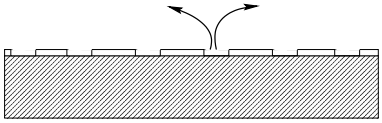
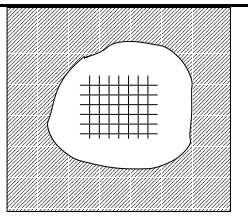
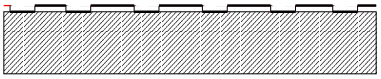
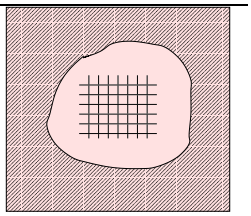
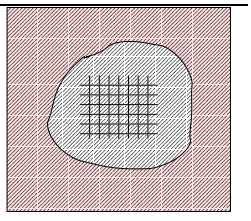
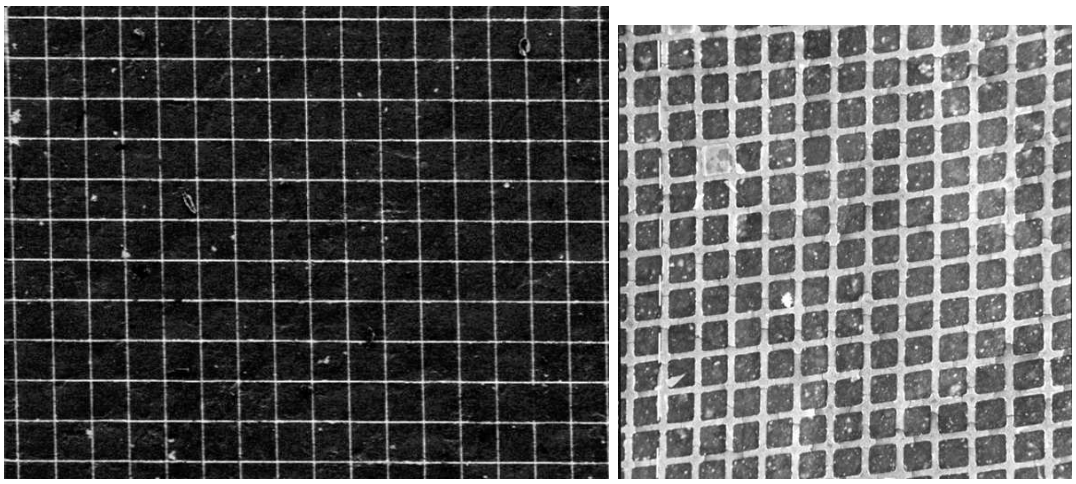
1	Dépôt de la goutte PMMA+solvant. Obtention d'une couche fine par centrifugation(2000tr/mn).		
2	Polymérisation du PMMA $90°C$+60mn		
3	Irradiation du PMMA par passage du faisceau éléctronique. Première série de barreaux. Puis rotation électronique du faisceau à 90°. Seconde série de barreaux.		
4	Suppression du PMMA irradié dans un bain Propanol2, alcool isopropylique + méthyléthylcétone		
5	Dépot d'or par évaporateur		
6	Dissolution de la résine restante (éthylacétate)		

Figure A-II.1 : Technique de dépôt des microgrilles d'or.



(a) pas = $30\mu m$ (b) pas = $10\mu m$

Figure A-II.2 : Micro-grilles d'or.

d'optimisation. La première étape consiste à extraire la grille réelle à partir de l'image M.E.B. et d'un système d'analyse d'image adéquat. Une fois l'image binaire obtenue, chaque noeud est identifié et la grille est transformée en maillage de type éléments finis. Cette grille, irrégulière, va être considérée comme la position déformée d'une grille idéale, régulière. Le processus d'optimisation va avoir pour but d'identifier, (X,Y,γ) tel que :

$$< \underset{\sim}{\mathbf{E}}_{\text{Grille expérimentale}} >= \underset{\sim}{\mathbf{0}}$$

E représente le tenseur des déformations. Cette identification est réalisée à différents endroits de la grille et pour chaque grossissement utilisé (la déformation induite par le MEB dépend du grossissement). Une fois les paramètres de la grille identifiés, il est possible de calculer le champ de déformation en considérant la grille idéale comme l'état non déformé. Le calcul des déformations se fait à partir de la détermination du champ de déplacements, en utilisant le formalisme des grandes déformations. Ces étapes sont résumées figure A-II.3. De par les grandes déformations, la grille d'or se disloque mais reste attachée au substrat. On peut donc reconstruire la grille. Le traitement automatique en analyse d'image peut poser des problèmes et il faut parfois retoucher manuellement les images prises au M.E.B. pour obtenir l'image binaire.

A-II.4 Conclusions

La technique des micro-grilles originellement développée pour les matériaux peut, à certaines conditions, être appliquée aux matériaux élastomères. Le taux de réussite est assez faible (de l'ordre de 10%). La raison exacte est difficile à donner mais la rugosité des surfaces semble être un paramètre important. Une fois déposée, la détermination du champ de déformation ne pose pas de problèmes particuliers. La grille suit la déformation du matériau sans se décoller du substrat mais en se disloquant. Le traitement automatique des images de grilles disloquées peut poser des problèmes et des retouches manuelles sont parfois nécessaires.

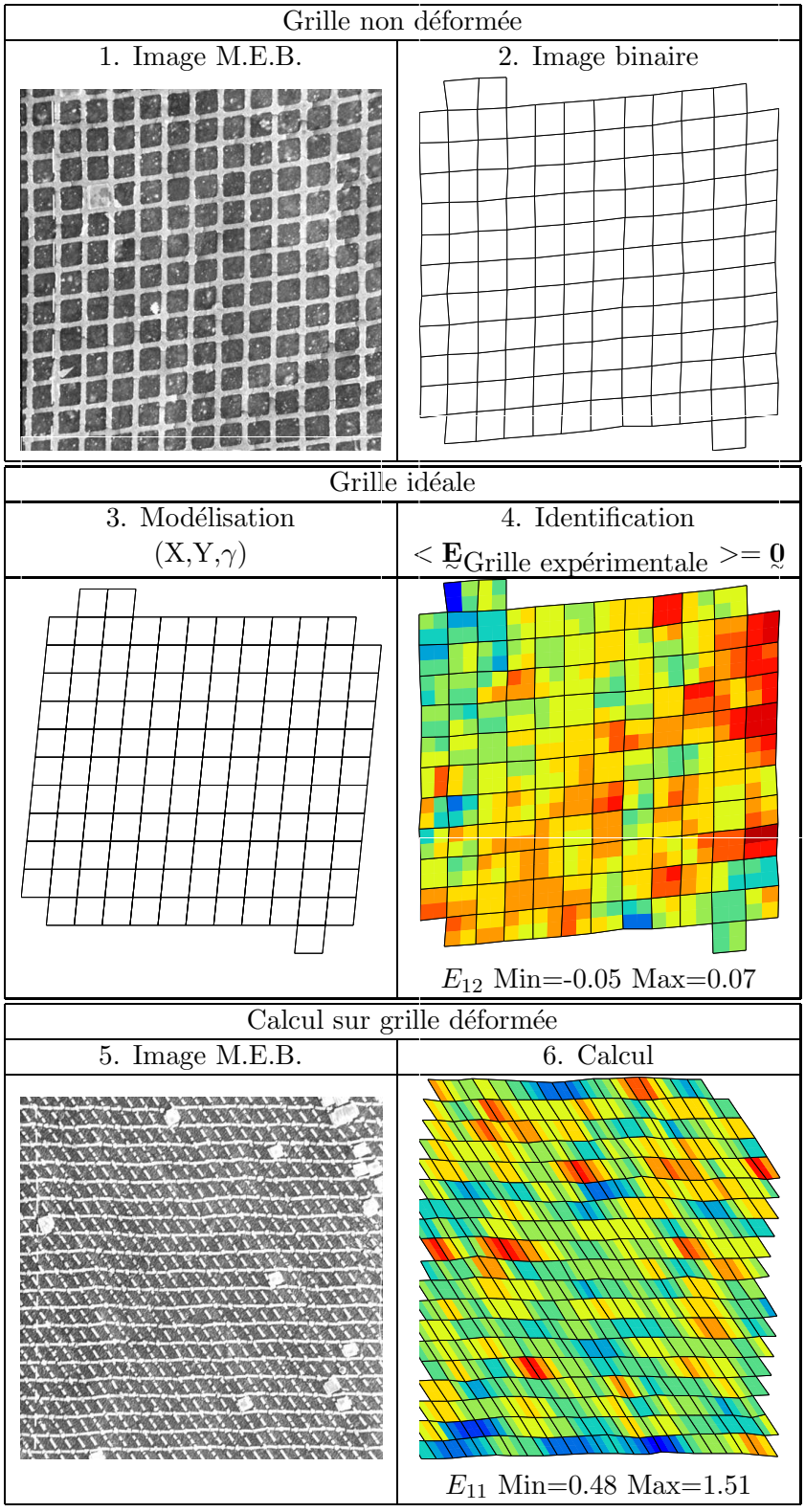


Figure A-II.3 : Etapes successives pour le calcul des déformations des grilles.

Bibliographie

[1] D.G. Attwood and Hazzledine P.M. A fiducial grid for high-resolution metallography. *Metallography*, 9:483–501, 1976.

[2] L. Allais, M. Bornert, T. Brethaud, and D. Caldemaison. Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metall. Mater.*, 49:3865–3880, 1994.

Annexe -A-III-

Calcul d'un terme d'amplitude sous sollicitation multiaxiale

Dans le cas de chargement multiaxiaux non-proportionnels, la rotation du repère des contraintes principales interdit l'utilisation d'une amplitude à partir des contraintes principales. Les travaux réalisés dans le domaine de la fatigue multiaxiale par Sines ou Crossland ont montré l'adéquation du second invariant du déviateur des contraintes pour définir une amplitude sous chargement multiaxial. Cette amplitude de contrainte, appelée ΔJ_2, représente le diamètre minimal d'une sphère contenant le trajet de chargement. Deux méthodes de calcul de ΔJ_2 sont implantées dans ZeBuLon :

- méthode de double maximisation
- méthode de mémorisation progressive

Les paragraphes suivants reprennent plus en détail les deux algorithmes implantés dans ZeBuLon (extraits de la "gazette ZeBuLon").

A-III.1 Méthode de double maximisation

Cette première méthode considère successivement tous les couples d'instant t_i et t_j du cycle et calcule l'invariant de la variation de contraintes correspondante soit:

$$\frac{\mathbf{\Delta J_2}}{\mathbf{2}} = \frac{1}{2} \underset{t_i}{Max} \left[\underset{t_j}{Max} \left[J_2 \left(\underset{\sim}{\sigma}(t_i) - \underset{\sim}{\sigma}(t_j) \right) \right] \right] \tag{A-III.1}$$

On obtient ainsi pour chaque pas de temps l'amplitude $\mathbf{\Delta J_2/2}$ (rayon de la sphère) et les coordonnées $\underset{\sim}{\mathbf{X}}_i = \frac{1}{2} \left[\underset{\sim}{\sigma}(t_i) + \underset{\sim}{\sigma}(t_j) \right]$ (centre de la sphère) sur les deux instants t_i et t_j au cours du cycle.

Pour un chargement avec N instants de sortie, N(N-1)/2 évaluations suffisent. Le couple fournissant le plus grand écart est retenu.

Nous présentons sur la figure (A-III.2), un cas de chargement dans le plan $\sigma_{22},\ \sigma_{12}$.
On observe cependant que cette méthode peut être mise en échec. Ainsi, sur la figure (A-III.3(b)) une partie du cycle n'est pas contenue dans la sphère finale.

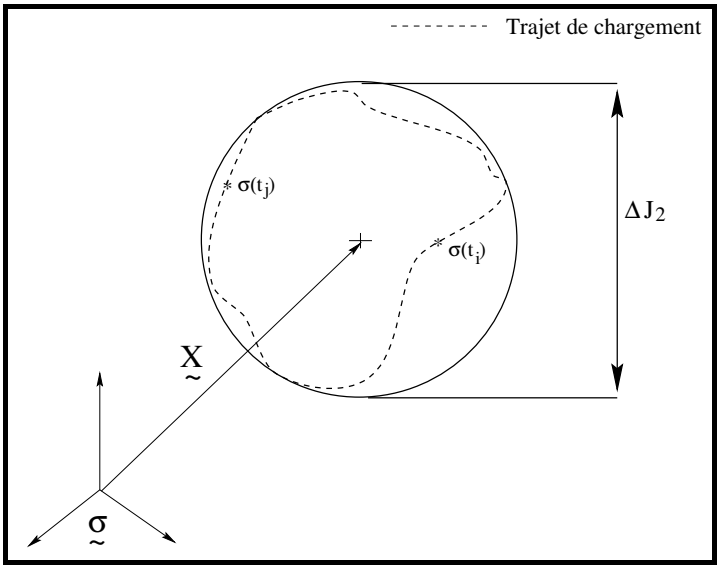


Figure A-III.1 : Amplitude du cycle

Géométriquement, l'équation (A-III.1) impose au centre de la sphère de se "caler" sur le segment de plus grande "longueur" ($Max\ J_2\left[\underset{\sim}{\sigma}(t_i) - \underset{\sim}{\sigma}(t_j)\right]$), mais oublie une partie du chargement.

A-III.2 Méthode de mémorisation progressive

La deuxième méthode, plus performante, utilise des notions de mémorisation issues de la plasticité. Elle consiste à suivre le chargement au cours du cycle jusqu'à ce que le trajet soit entièrement contenu dans la sphère (plusieurs parcours si nécessaire).

L'algorithme utilisé est le suivant:

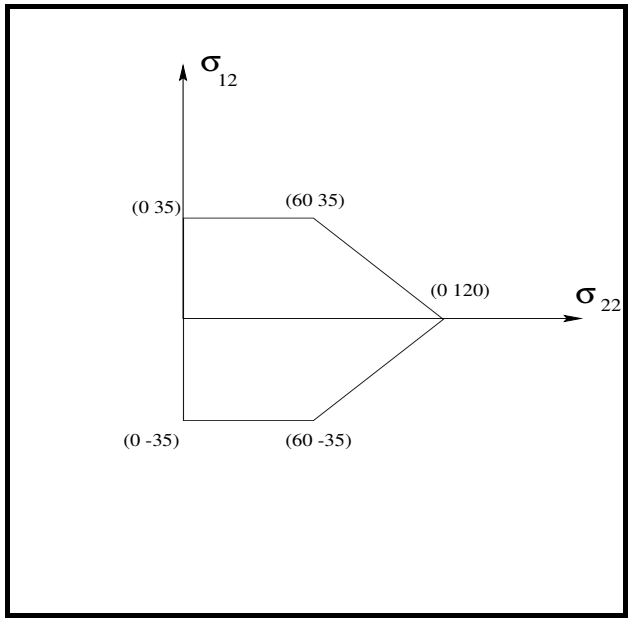


Figure A-III.2 : Chargement imposé

Soient $\underset{\sim}{\mathbf{X}}_i$ et R_i le centre et le rayon de la sphère à l'instant i.

A t=0, $\underset{\sim}{\mathbf{X}}_0 = \underset{\sim}{\sigma}_0$ et $R_0 = 0$

On calcule la différence $E = J_2(\underset{\sim}{\sigma}_i - \underset{\sim}{\mathbf{X}}_{i-1}) - R_{i-1}$ qui représente l'écart du point $\underset{\sim}{\sigma}_i$ considéré au bord du cercle de rayon R_{i-1},

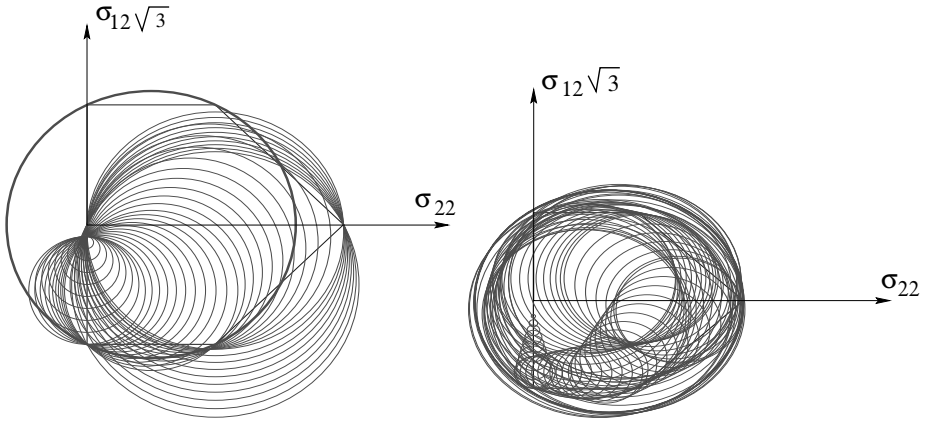
- si $E < 0$, le point $\underset{\sim}{\sigma}_i$ appartient à la sphère de rayon R_{i-1},
- si $E > 0$, le point $\underset{\sim}{\sigma}_i$ n'appartient pas à la sphère. On va alors déplacer le centre du cercle suivant la normale $\underset{\sim}{\mathbf{n}} = \frac{\underset{\sim}{\sigma}_i - \underset{\sim}{\sigma}_{i-1}}{J_2(\underset{\sim}{\sigma}_i - \underset{\sim}{\sigma}_{i-1})}$ et augmenter le rayon R_i en pondérant les deux opérations à l'aide d'un coefficient α caractérisant la mémorisation ($\alpha = 0$, pas de mémorisation; $\alpha = 1$, mémorisation totale).
  $R_i = \alpha E + R_{i-1}$
  $X_i = (1-\alpha) E \underset{\sim}{\mathbf{n}} + X_{i-1}$

  Le coefficient α a pour rôle de distribuer E sur les deux variables $\underset{\sim}{\mathbf{X}}$ et R.

Pratiquement, nous avons utilisé un coefficient α de 0,2. Si ce coefficient est trop grand, la croissance du rayon se fait rapidement et l'on court le risque de dépasser le chargement limite d'un incrément à l'autre.

La figure A-III.3(a) montre dans notre exemple, que le trajet de chargement est entièrement inscrit dans la sphère si bien que celle-ci n'évolue plus au bout de plusieurs parcours du cycle.

Alors que la première méthode est mise en échec, la seconde semble convenir pour tout type de chargement. On choisira donc dans un premier temps d'effectuer l'analyse à partir de la première



(a) Première méthode (b) Seconde méthode

Figure A-III.3 : Premier chargement : résultats

méthode et, lorsque celle-ci est en échec de lancer la deuxième procédure.

Nous présentons sur la figure A-III.4 un cas de chargement en "étoile", toujours dans le plan $\sigma_{22},\ \sigma_{12}$.

Nous présentons sur la figure A-III.5 les résultats obtenus par les deux méthodes.

Le calcul est effectué avec $\alpha = 0,2$. La convergence est établie après avoir parcouru 13 cycles de chargement.

Afin de montrer l'influence du paramètre α, nous avons utilisé sur ce même chargement $\alpha = 0,1$ et $\alpha = 0,7$. Pour $\alpha = 0,1$, la convergence est obtenue après 25 cycles alors que pour $\alpha = 0,7$, 5 tours suffisent. On constate cependant que le trajet de chargement est surestimé. Un fort coefficient α entraîne une forte augmentation du rayon alors que le centre évolue peu, d'où un mauvais calage de la sphère. De plus, α influe sur le temps du calcul : plus α est petit et plus le nombre d'itérations pour obtenir le bon rayon est important et pour r cycles de chargement parcourus on a N×r évaluations.

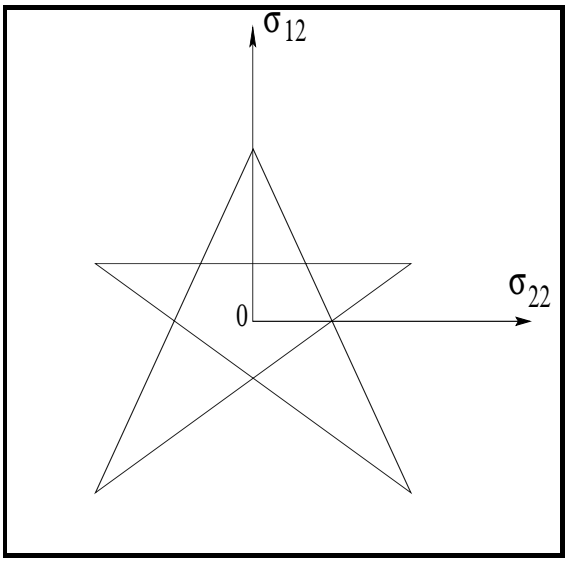
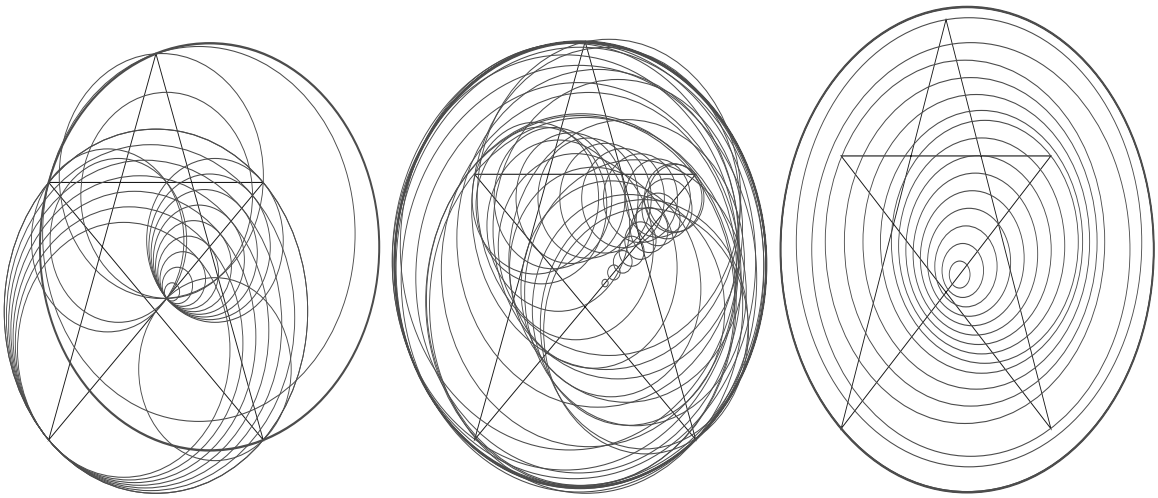


Figure A-III.4 : Deuxième cas de chargement



(a) Première méthode (b) Seconde méthode, $\alpha = 0.2$ (c) Seconde méthode, $\alpha = 0.7$

Figure A-III.5 : Chargement en étoile : résultats

Annexe -A-IV-

Application des critères uniaxiaux aux essais sur Diabolos

Cette annexe regroupe les résultats de calculs de durée de vie en traction-compression sur Diabolo, pour les différents critères abordés au cours de cette étude. Les notations utilisées dans les tableaux pour identifier les différents critères sont les suivantes :

- Le critère initial en amplitude de contrainte et contrainte moyenne : $C_{(\Delta\sigma,\overline{\sigma})}$,
- Le critère basé sur une approche par plan critique sans prise en compte de la contrainte ultime et de la contrainte limite : C^0_{CPA},
- Le critère basé sur une approche par plan critique avec prise en compte de la contrainte ultime et de la contrainte limite : C_{CPA}.

Seuls les essais où l'amorçage n'a pas été clairement identifié (essais sans amorçage constaté ou constaté trop tardivement par l'expérimentateur) n'ont pas été pris en compte dans l'optimisation. Ils sont regroupés tableau A-IV.3.

Ref.	Fmin N	Fmax N	σ_{min} MPa	σ_{max} MPa	N_i^{exp} MPa	$C_{(\Delta\sigma,\overline{\sigma})}$ 10^5 cycles	C^0_{CPA} 10^5 cycles	C_{CPA} 10^5 cycles
DIAB-TC-2	-1348.00	405.00	-1.00	1.72	1.76	1.44	1.56	1.46
DIAB-TC-3	-1348.00	405.00	-2.70	1.45	3.60	2.19	2.57	2.52
DIAB-TC-6	-1426.00	498.00	-2.85	1.99	1.30	1.37	1.46	0.91
DIAB-TC-7	0.00	405.00	-0.02	1.45	3.70	2.31	2.57	2.52
DIAB-TC-8	-1362.00	464.00	-1.63	1.94	1.60	1.05	1.11	0.99
DIAB-TC-10	-1243.00	375.00	-2.48	1.29	10.78	2.94	3.56	3.59
DIAB-TC-12n	0.00	375.00	-0.02	1.29	0.76	3.10	3.56	3.59
DIAB-TC-13n	-850.00	490.00	-2.73	1.78	1.60	1.29	1.42	1.31
DIAB-TC-14n	-460.00	490.00	-0.89	1.94	1.10	1.68	1.81	0.99
DIAB-TC-15n	-522.00	454.00	-1.00	1.72	2.90	1.44	1.56	1.46
DIAB-TC-16n	-522.00	454.00	0.43	3.39	1.50	0.66	2.06	1.26
DIAB-TC-16n	-522.00	454.00	-2.70	1.45	1.76	2.19	2.57	2.52
DIAB-TC-16n	-522.00	454.00	-1.00	1.72	2.01	1.44	1.56	1.46
DIAB-TC-17n	-883.00	460.00	-1.70	1.76	1.47	0.96	1.01	1.37
DIAB-TC-18n	-883.00	460.00	-1.70	1.76	1.26	1.35	1.47	1.37
DIAB-TC-19n	-883.00	460.00	-1.70	1.76	2.00	2.56	2.86	1.37
DIAB-TC-20n	-883.00	460.00	-1.70	1.76	1.55	1.35	1.47	1.37
DIAB-TC-21n	-1000.00	500.00	-1.95	2.00	1.10	0.95	1.63	0.89
DIAB-TC-22n	-995.00	500.00	-1.94	2.00	1.47	1.35	1.47	0.89
DIAB-TC-23n	-1000.00	300.00	-1.95	0.95	4.86	6.63	8.74	9.64
DIAB-TC-24n	-1205.00	458.00	-2.40	1.74	1.80	2.19	2.44	1.39
DIAB-TC-25n	-840.00	407.00	-1.61	1.46	2.77	2.19	2.52	2.46
DIAB-TC-26n	-1140.00	555.00	-2.26	2.38	0.73	0.61	0.62	0.49
DIAB-TC-27n	-1300.00	560.00	-2.60	2.41	0.65	0.59	0.59	0.47
DIAB-TC-28n	-1300.00	560.00	-2.60	2.41	0.50	0.59	0.59	0.47
DIAB-TC-29n	-650.00	318.00	-1.78	0.99	6.00	6.00	7.77	8.46
DIAB-TC-30n	-920.00	309.00	-1.23	1.03	6.00	5.50	6.94	7.46
DIAB-TC-31n	-634.00	313.00	-1.20	1.01	7.40	5.83	7.39	8.00
DIAB-TC-34n	61.00	562.00	0.14	2.43	0.90	0.89	0.58	0.46
DIAB-TC-35n	61.00	562.00	-0.08	1.65	0.90	1.63	1.76	1.66
DIAB-TC-36n	118.00	633.00	0.30	2.98	0.40	0.47	0.46	0.77
DIAB-TC-37n	69.00	624.00	-0.07	2.26	0.60	1.79	0.99	0.59
DIAB-TC-38n	69.00	624.00	0.16	2.90	0.16	0.55	0.34	0.13
DIAB-TC-39n	118.00	629.00	0.30	2.94	0.46	0.76	1.25	0.82

Tableau A-IV.1 : Essais de fatigue pris en compte pour l'optimisation du critère

Ref.	Fmin N	Fmax N	σ_{min} MPa	σ_{max} MPa	N_i^{exp} MPa	$C_{(\Delta\sigma,\overline{\sigma})}$ 10^5 cycles	C^0_{CPA} 10^5 cycles	C_{CPA} 10^5 cycles
I2sD16	-221.00	571.00	-0.47	2.49	0.35	0.55	0.54	0.42
I2sD7	-489.00	593.00	-0.94	2.66	0.15	0.46	0.45	0.33
l0sD1	38.00	577.00	0.08	2.54	0.70	0.65	0.51	0.39
l0sD3	-330.00	463.00	-0.67	1.77	2.30	1.34	1.43	1.32
l0sD4	123.00	611.00	-0.10	1.63	1.10	0.96	1.01	1.72
l0sD6	29.00	576.00	0.06	2.53	0.50	0.62	0.51	0.39
l0sD7	99.00	513.00	0.24	2.09	3.00	2.00	2.27	2.94
l1sD1	-24.00	539.00	0.16	2.90	0.60	1.00	0.63	0.13
l1sD2	-360.00	380.00	-0.72	1.32	5.50	2.90	3.36	3.38
l1sD3	106.00	696.00	0.27	3.54	0.30	0.38	0.54	0.19
l2sD10	141.00	561.00	0.37	2.42	10.00	2.05	3.77	5.59
l2sD11	-18.00	585.00	-0.52	1.78	1.70	1.33	1.42	1.31
l2sD12	140.00	563.00	0.37	2.43	6.50	1.97	3.60	5.10
l2sD13	-866.00	417.00	-1.66	1.51	3.00	2.14	1.99	2.20
l2sD15	-480.00	504.00	-0.93	2.03	1.00	1.38	1.46	0.85
l2sD17	66.00	421.00	0.15	1.53	3.50	2.29	2.63	4.91
l2sD18	92.00	472.00	0.23	1.83	5.00	2.21	2.52	5.30
l2sD19	-119.00	376.00	-0.28	1.30	3.40	3.05	3.52	3.55
l2sD2	-18.00	438.00	-0.06	1.63	1.20	1.69	1.83	1.74
l2sD20	75.00	534.00	0.19	2.27	0.70	1.29	0.81	0.89
l2sD21	119.00	503.00	0.30	2.02	14.00	3.18	3.80	9.06
l2sD22	-63.00	400.00	-0.16	1.42	2.00	2.41	2.71	2.67
l2sD23	-48.00	410.00	-0.13	1.47	1.80	1.36	1.50	2.38
l2sD25	160.00	680.00	-1.00	1.72	1.50	1.44	1.56	1.46
l2sD26	-248.00	464.00	-0.06	2.60	1.70	0.50	0.48	0.36
l2sD27	-22.00	461.00	-0.07	1.76	1.00	0.94	0.97	1.35
l2sD28	-192.00	461.00	-0.51	1.39	1.30	0.96	1.03	2.86
l2sD29	-303.00	467.00	0.31	2.80	1.10	1.30	1.38	1.25
l2sD30	-710.00	403.00	-1.35	1.44	3.50	4.11	2.18	2.58
l2sD31	-700.00	407.00	-1.33	1.46	5.00	3.19	2.35	2.46
l2sD32	-730.00	452.00	-0.42	1.76	1.30	2.54	2.89	1.35
l2sD5	65.00	552.00	0.15	2.35	0.60	0.55	0.34	0.40
l2sD6	65.00	552.00	0.15	2.35	0.50	1.00	0.63	0.40
l2sD8	73.00	502.00	0.17	2.02	0.60	0.71	0.71	1.30
l2sD9	7.00	395.00	0.00	1.40	2.00	1.35	1.47	2.83
l49sD2	-28.00	442.00	0.14	2.43	0.90	0.89	0.58	0.46
l49sD3	-34.00	439.00	-0.62	1.80	1.10	1.06	1.11	1.27
l49sD5	-525.00	590.00	-1.00	2.63	0.40	0.73	1.21	0.34

Tableau A-IV.2 : Essais de fatigue pris en compte pour l'optimisation du critère

Ref.	Fmin N	Fmax N	σ_{min} MPa	σ_{max} MPa	N_i^{exp} 10^5 cycles
DIAB-TC-1	-967.00	449.00	-1.88	1.69	<1.5
DIAB-TC-5	-1430.00	244.00	-2.85	0.72	>8.30
DIAB-TC-11n	154.00	454.00	0.41	1.72	> 8.10
DIAB-TC-32n	-915.00	310.00	-1.76	0.99	> 9.00
DIAB-TC-33n	-1100.00	310.00	-2.17	0.99	>16.60
l0sD5	241.00	668.00	0.71	3.28	> 40.00
l2sD4	-485.00	157.00	-0.93	0.42	> 40.00
l2sD14	-400.00	220.00	-0.79	0.64	>40.00
l2sD24	-991.00	27.00	-1.93	0.05	> 40.00

Tableau A-IV.3 : Essais de fatigue non pris en compte pour l'optimisation : leur durée de vie expérimentale est indéterminée