HAL
open science

Cavitation et rupture du Polyamide 6 sous état de contrainte multiaxial en traction monotone, fluage et fatigue. Dialogue entre imagerie 3D et modélisation par éléments finis.

Nathan Selles

To cite this version:

Nathan Selles. Cavitation et rupture du Polyamide 6 sous état de contrainte multiaxial en traction monotone, fluage et fatigue. Dialogue entre imagerie 3D et modélisation par éléments finis.. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2017. Français. NNT : 2017PSLEM038 . tel-01778515

HAL Id: tel-01778515

https://pastel.hal.science/tel-01778515

Submitted on 25 Apr 2018

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.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Cavitation et rupture du Polyamide 6 sous état de contrainte multiaxial en traction monotone, fluage et fatigue. Dialogue entre imagerie 3D et modélisation par éléments finis.

Ecole doctorale n°432

SCIENCES ET METIERS DE L'INGENIEUR

Spécialité SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

Soutenue par **Nathan SELLES**
le 22 décembre 2017

Dirigée par **Nicolas SAINTIER**
et **Lucien LAIARINANDRASANA**

COMPOSITION DU JURY :

Rafael ESTEVEZ
Rapporteur, UJF Grenoble

Frédéric ADDIEGO
Rapporteur, LIST Luxembourg

Isabelle ROYAUD
Présidente, IJL Nancy

Christopher PLUMMER
Examinateur, LMOM Lausanne

Marc PONCOT
Examinateur, IJL Nancy

Nicolas SAINTIER
Examinateur, I2M Bordeaux

Lucien LAIARINANDRASANA
Examinateur, Mines ParisTech

REMERCIEMENTS

Je tiens dans un premier temps à remercier les membres de mon jury pour le temps qu'ils ont passé à lire, évaluer, rapporter et proposer des corrections à mon manuscrit et pour les échanges très instructifs que nous avons pu partager au cours de la soutenance. Je remercie donc Isabelle Royaud qui a accepté de présider ce jury, Frédéric Addiego et Rafael Estevez qui ont rapporté de manière très précise et très constructive mon manuscrit ainsi que Christopher Plummer et Marc Ponçot d'avoir examiné mon travail. Enfin, j'ai une pensée pour Bertrand Huneau, mon ancien professeur à l'Ecole Centrale de Nantes qui m'a donné le goût de la science des matériaux et qui n'a pas pu assister à ma soutenance.

Je souhaite ensuite adresser mes plus sincères remerciements à mes directeurs de thèse, Nicolas Saintier et Lucien Laiarinandrasana, qui m'ont accompagné, conseillé, aiguillé, soutenu et encouragé au cours de ces trois belles années. Ce fut un réel plaisir de travailler à vos côtés, dans la joie et la bonne humeur et d'apprendre et de me former en profitant de vos connaissances. Nicolas, même si tu es difficile à attraper, à chaque fois que j'avais la chance de discuter avec toi, c'était toujours très positif, constructif et précis. Tu m'as permis d'aller encore un peu plus loin à chaque fois. Lucien, je ne te remercierai jamais assez pour ta disponibilité, pour la confiance que tu as su m'accorder, pour ton empathie et ta sympathie qui sont des qualités qui complètent parfaitement tes compétences scientifiques et techniques que tu sais et aimes transmettre à tes thésards.

Il me semble aussi important de remercier l'ensemble du personnel du Centre Des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieures des Mines de Paris et l'équipe DUMAS des Arts et Métiers qui m'a accompagné lors de mon séjour à Bordeaux. Je pense particulièrement aux personnes, toutes très compétentes, souriantes et disponibles avec lesquelles j'ai eu l'occasion et le plaisir de travailler : Stéphanie Dang, toute l'équipe de l'atelier que j'ai mise à rude épreuve, l'équipe de microscopie qui m'a permis d'obtenir des images MEB de grande qualité (Anne, Maria, Fabrice, Antoine et Kevin), les insomniaques de la tomographie Thilo Morgeneyer, Yin Cheng et Henry Proudhon pour les nuits blanches à Anka et Soleil. Je remercie aussi Jacques Besson qui a développé le modèle 2M2C et qui a pris de son temps pour me le présenter, me l'expliquer et m'accompagner dans son utilisation.

Enfin, je termine par mes collègues thésards et stagiaires que j'ai croisé au cours de ces trois années. Privilège de l'âge oblige, je commence par les « vieux » qui nous ont montré un exemple, je ne saurai dire encore aujourd'hui si c'était le bon… Merci à Thibault, Nico le costaud, François le caresseur, PAP le rigolo golfeur pétomane et Quentin R. alias Mr PNG-EPS-JPG. Je remercie aussi les moins vieux : Juan (même si tu es vieux finalement), Pierre Emmanuel, Manon, Julien, Sicong, Clément D., Mariem, Tom (pour Rhodes…) et Karim. Je pense aussi aux nouveaux arrivants Cristian et Yannick qui ont intérêt à bien s'occuper de Lucien ainsi qu'aux habitants successifs du B106 : PAP (encore!), Guillaume, Davide, Maxime, Anna, Clément B. et Hayat (par passages!). Et enfin, je termine par le noyau dur que quelques mots ne suffiront pas à qualifier et à remercier à la hauteur de ce que je pense : Hayat, Quentin T. et Ronan.

Je conclue ces remerciements en évoquant ma famille et mes amis qui m'ont accompagné lors de cette belle expérience qu'est la thèse et qui seront, je l'espère et j'en suis sûr, à mes côtés pour les autres expériences que la vie me réserve. Vieillissons ensemble…

A mes grands-pères et à mes grands-mères.

Papa et Maman, merci pour tout et pour tout ce qui vient,
Hugo, Anne, Nina et Robin merci de me montrer le chemin,
Marie et Rose, Noah, Ambre, Jade, Jeanne, Jules ou peu importe… j'ai hâte et je vous aime.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE **9**

Contexte et problématique de l'étude **9**

Démarche scientifique et plan du manuscrit **11**

CHAPITRE I : LE MATERIAU POLYAMIDE 6 DE L'ETUDE **13**

1. Généralités sur le Polyamide 6 (PA6) **14**

1.1. Historique 14

1.2. Utilisation 14

1.3. Synthèse 15

1.4. Mise en forme 15

2. Le Polyamide 6 : un polymère semi-cristallin **16**

2.1. La chaine macromoléculaire 16

2.2. Les lamelles cristallines et la phase amorphe inter-lamellaire 16

2.3. Les sphérolites 18

2.3.1. Un arrangement polycristallin 18

2.3.2. La phase amorphe inter-sphérolitique 18

2.4. Le taux de cristallinité 18

2.5. La température de transition vitreuse 18

3. Caractérisation expérimentale et vieillissement hydrolytique **20**

3.1. Vieillissement hydrolitique 20

3.1.1. Vieillissements physique et chimique 20

3.1.2. Prise en eau 20

3.2. Modulated Differential Scanning Calorimetry 21

3.3. Caractérisation de la microstructure au MEB 24

3.4. Taux de porosité initial estimé par cryo-fractographie 25

4. Conclusion **27**

CHAPITRE II : ESSAIS MECANIQUES DE TRACTION MONOTONE, FLUAGE ET FATIGUE SOUS DIFFERENTS ETATS DE CONTRAINTE MULTIAXIAUX **29**

1. Eprouvettes lisses **31**

1.1. Traction monotone 31

1.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales 31

1.1.2. Influence de la vitesse de déformation 31

1.1.3. Influence de la prise en eau 33

1.1.4. Phénomène de striction 34

1.2. Fluage 38

1.2.1. Dépouillement d'un essai de fluage 39

1.2.2. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps et de la contrainte 39

1.2.3. Influence de la prise en eau 42

1.2.4. Phénomène de striction 44

1.3. Fatigue 45

1.3.1. Conditions expérimentales et chargement cyclique 45

1.3.2. Durée de vie – Courbe de Wöhler 47

1.3.3. Fluage cyclique 48

1.3.4. Suivi des boucles d'hystérésis 53

1.3.5. Phénomène de striction 57

2. Eprouvettes entaillées NT4 ..... **59**

2.1. Traction monotone 59

2.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales 59

2.1.2. Mécanique des éprouvettes entaillées 60

2.1.3. Réponse mécanique en traction monotone 62

2.1.4. Localisation et phénomène de ré-entaillage 63

2.2. Fluage 66

2.2.1. Courbes de fluage à 1 ou 2 points d'inflexion 66

2.2.2. Vitesse de déplacement de fluage en fonction du temps et de la contrainte 68

2.2.3. Temps à rupture 70

3. Eprouvettes entaillées NT045 ..... **73**

3.1. Traction monotone 73

3.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales 73

3.1.2. Réponse mécanique en traction monotone 74

3.1.3. Localisation, ré-entaillage et blanchiment 74

3.2. Fluage 77
3.2.1. Courbes de fluage 77
3.2.2. Vitesse de déplacement de fluage en fonction du temps et de la contrainte 78
3.2.3. Temps à rupture 81
3.2.4. Paramètre C* de la Mécanique non linéaire de la rupture 82

4. Conclusion 85

CHAPITRE III : PHENOMENES DE CAVITATION ET MECANISMES DE RUPTURE INDUITS PAR DES CHARGEMENTS DE TRACTION MONOTONE, FLUAGE OU FATIGUE 89

1. Caractérisation expérimentale des phénomènes de cavitation 91
1.1. Mécanismes de déformation et de cavitation 91
1.2. Revue des techniques expérimentales 92
1.3. Traitement des données de tomographie et de laminographie 93
1.3.1. Seuillage et identification des cavités 94
1.3.2. Définition d'un volume élémentaire représentatif (VER) 95
1.3.3. Taux de porosité volumique (V_F) 95
1.3.4. Dimensions et facteurs de forme des cavités individuelles 96
1.3.5. Transformée de Fourier rapide (FFT) 99

2. Eprouvettes entaillées NT4 103
2.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation 103
2.1.1. Essais interrompus 103
2.1.2. Tomographie à rayonnement synchrotron 106
2.2. Etude qualitative de la cavitation – Morphologie et distribution spatiale des cavités 108
2.2.1. Au centre des éprouvettes 108
2.2.2. Distribution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette 111
2.2.3. Distribution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette 112
2.2.4. Macro-cavités : Origine de la rupture finale ? 113
2.3. Etude quantitative de la cavitation 114
2.3.1. Taux de porosité volumique 115
2.3.2. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques 117
2.3.3. Morphologie des cavités – Facteurs de forme 124
2.4. Mécanismes de rupture 130
2.4.1. Matériau sec 131

2.4.2. Matériau conditionné à HR50 132

3. Eprouvettes entaillées NT045 135

3.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation 135

3.1.1. Eprouvettes doublement entaillées 135

3.1.2. Essais de traction monotone et de fluage 136

3.1.3. Tomographie à rayonnement synchrotron 138

3.2. Etude qualitative de la cavitation – Morphologie et distribution spatiale des cavités 139

3.2.1. Zone proche de la surface d'entaille 139

3.2.2. Symétrie de la cavitation par rapport à l'axe de révolution 141

3.2.3. Macro-cavités : Origine de la rupture finale ? 142

3.3. Etude quantitative de la cavitation 142

3.3.1. Taux de porosité volumique 143

3.3.2. Morphologie des cavités – Facteurs de forme 146

3.4. Mécanismes de rupture 150

4. Eprouvettes « Compact Tension » CT 151

4.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation 151

4.1.1. Essais de traction monotone *in-situ* et *ex-situ* 151

4.1.2. Essais de fluage *ex-situ* 153

4.1.3. Laminographie à rayonnement X synchrotron 154

4.2. Etude qualitative – Distribution spatiale des cavités et phénomène de striction 157

4.2.1. Etat de cavitation à mi-épaisseur : Plan (pz) 157

4.2.2. Etat de cavitation dans la section nette et phénomène de striction : Plan (pe) 159

4.2.3. Phénomène de striction : Plan (ez) 160

4.3. Etude quantitative 161

4.3.1. Géométrie de l'éprouvette et phénomène de striction 161

4.3.2. Taux de porosité volumique (V_F) 163

4.3.3. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques 166

4.3.4. Morphologie des cavités – Facteurs de forme 169

4.4. Mécanismes de rupture – Déchirure ductile 171

4.4.1. Essais de traction monotone *in-situ* 171

4.4.2. Essais de fluage 173

4.5. Ouverture vers les chargements en fatigue 174

5. Eprouvettes lisses 178

5.1. Phénomènes de cavitation 178
5.1.1. Cavitation en traction monotone observée à haute résolution 178
5.1.2. Cavitation en fatigue 191
5.2. Mécanismes de rupture 191
5.2.1. Traction monotone et fluage 191
5.2.2. Fatigue 193

6. Conclusion 197

CHAPITRE IV : SIMULATION NUMERIQUE : COURBES DE CHARGEMENT, ENDOMMAGEMENT ET RUPTURE 201

1. Loi de comportement multi-mécanismes couplée à l'endommagement (Modèle 2M2C) 203
1.1. Elasto – Visco - Plasticité 203
1.1.1. Tenseurs des déformations 203
1.1.2. Loi de localisation des contraintes 204
1.1.3. Fonctions de charge et écrouissages 204
1.1.4. Lois d'écoulement de Norton 205
1.1.5. Rhéo-durcissement 206
1.2. Comportement endommageable : Couplage au modèle Gurson – Tvergaard – Needleman (GTN) 206
1.2.1. Contrainte scalaire effective 207
1.2.2. Critère de plasticité du modèle GTN 208
1.2.3. Réécriture des fonctions de charge et des lois d'évolution 208
1.2.4. Evolution de la porosité 209
1.3. Stratégie d'identification et traitement des résultats 210
1.3.1. Optimisation des coefficients du modèle 210
1.3.2. Exploitation et comparaison des résultats numériques et expérimentaux 212

2. Eprouvettes entaillées NT4 216
2.1. Maillage et conditions aux limites 216
2.2. Comportement mécanique macroscopique 216
2.2.1. Traction monotone 217
2.2.2. Fluage 219
2.3. Taux de porosité volumique 221
2.3.1. Iso-valeurs 221

2.3.2. Procédure de normalisation 221
2.3.3. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette 222
2.3.4. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette 223
2.3.5. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique 224
2.4. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques 228
2.4.1. Iso-valeurs 228
2.4.2. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette 230
2.4.3. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette 234
2.5. Morphologie des cavités – Facteurs de forme 237
2.5.1. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette 237
2.5.2. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette 240
2.6. Rupture 242
2.6.1. Traction monotone 242
2.6.2. Fluage 243

3. Eprouvettes entaillées NT045 245
3.1. Maillage et conditions aux limites 245
3.2. Comportement mécanique macroscopique 246
3.2.1. Traction monotone 246
3.2.2. Fluage 247
3.3. Taux de porosité volumique 250
3.3.1. Iso-valeurs 250
3.3.2. Procédure de normalisation 252
3.3.3. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette 253
3.3.4. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique 254
3.4. Morphologie des cavités et état de contrainte 257
3.4.1. Etat de contrainte : Iso-valeurs 258
3.4.2. Evolution radiale des dimensions caractéristiques des cavités 259
3.4.3. Evolution radiale des facteurs de forme des cavités 260
3.5. Rupture 263
3.5.1. Traction monotone 263
3.5.2. Fluage 264

4. Eprouvettes « Compact Tensile » (CT) 266
4.1. Maillage et conditions aux limites 266

4.2. Comportement mécanique macroscopique 268
4.2.1. Traction monotone 268
4.2.2. Fluage 271
4.3. Taux de porosité volumique 275
4.3.1. Traction monotone 275
4.3.2. Fluage 275
4.3.3. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique 277
4.4. Morphologie des cavités et état de contrainte 280
4.4.1. Evolution longitudinale des dimensions caractéristiques des cavités 281
4.4.2. Evolution transversale des dimensions caractéristiques des cavités 282
4.4.3. Considérations de Mécanique Non Linéaire de la Rupture en fluage 282
4.5. Rupture 284
4.5.1. Traction monotone 284
4.5.2. Fluage 285

5. Conclusion 287

CONCLUSION GENERALE 291

PERSPECTIVES 297

ANNEXES 301

Annexe 1 : Coefficients du modèle 301

A1.1 Eprouvettes entaillées NT4 301
A1.2 Eprouvettes entaillées NT045 303
A1.3 Validation des coefficients sur une autre géométrie 305
A1.4 Eprouvettes « Compact Tensile » CT 307

Annexe 2 : Iso-valeurs de contraintes 309

Annexe 3 : Résultats complémentaires sur éprouvettes NT045 en traction monotone 311

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 315

INTRODUCTION GENERALE

Contexte et problématique de l'étude

Les contraintes environnementales provenant de législations nationales, européennes ou mondiales font maintenant partie intégrante des problématiques industrielles. L'allègement des structures est donc considéré depuis plusieurs années comme un axe de recherche majeur. Dans le domaine des transports par exemple, il est motivé par des objectifs de réduction de consommation de carburant et d'émissions polluantes. Dans d'autres domaines, les motivations peuvent aussi être d'ordre esthétique. La recherche de structures plus fines, plus légères et plus élancées est aujourd'hui courante lors de la conception de structures industrielles et d'ouvrages d'art. Et ces structures de forme complexe peuvent être soumises à des sollicitations monotones ou à des chargements cycliques ou statiques à long terme. La substitution des matériaux métalliques par des matériaux plus légers mais conservant de bonnes propriétés mécaniques comme les matériaux polymères et composites représente donc une stratégie d'avenir.

La recyclabilité des matériaux est aussi devenue un enjeu écologique et de société de premier plan. L'exploitation des matières premières doit être limitée et le recyclage des pièces industrielles considérées comme des déchets après leur fin de vie doit devenir systématique et plus performant. Les matériaux polymères thermoplastiques sont recyclables par rapport notamment aux thermodurs. En effet, un thermoplastique possède un point de fusion alors qu'un thermodur est réticulé en 3 dimensions et ne présente pas de température de fusion, on parle plutôt de température de dégradation. Au-dessus de cette température de fusion, le polymère thermoplastique peut être mis en forme facilement. La forme donnée est figée après refroidissement et ces opérations peuvent être répétées. Finalement ces considérations de recyclabilité expliquent en partie l'essor de l'utilisation des matériaux thermoplastiques dans de nombreuses applications. Ils sont notamment privilégiés par rapport aux matériaux thermodurcissables en tant que matrice polymère au sein des matériaux composites. C'est le cas du matériau Polyamide 6 (PA6) de l'étude qui est un polymère thermoplastique semi-cristallin largement utilisé comme matrice pour composites à fibres de verre courtes, longues ou continues. Il faut néanmoins garder à l'esprit que les thermoplastiques présentent une viscosité importante qui est un inconvénient lors de la mise en œuvre puisqu'il est nécessaire de mettre d'utiliser des pressions et des températures élevées.

La durabilité des matériaux est un aspect important de ces problématiques de recyclabilité. En effet, il est nécessaire de prédire ou de contrôler la fin de vie d'une structure et les questions de durabilité ne doivent plus aujourd'hui être limitées à des considérations environnementales et écologiques. Il est primordial d'accorder de l'importance au cycle et durée de vie des

structures et à leur comportement mécanique en service. En effet, les ruptures en service prématurées sont toujours préjudiciables et les couts de maintenance, s'ils ne sont maitrisés, peuvent devenir faramineux. Et prédire les durées de vie permet d'anticiper ces ruptures voire de prolonger l'utilisation en service. Plus particulièrement, le cas de la durabilité des matériaux polymères semi-cristallins représente une préoccupation majeure pour l'industrie et même un enjeu sociétal d'envergure. Ces matériaux, comme les polyamides ou les polyéthylènes sont utilisés par exemple au sein des réseaux de tuyauterie et des réservoirs sous pression. Et il est essentiel, dans nos sociétés contemporaines, que les systèmes de stockage et d'approvisionnement en énergie et donc en fluides soient performants et fiables.

Le cadre général de ce travail de thèse est donc celui de la durabilité des polymères semi-cristallins et plus particulièrement du Polyamide 6 dont la microstructure est sphérolitique. L'étude de la durée de vie en service d'une structure revient à l'étude de son comportement et de sa rupture aux temps longs. Ce comportement peut être caractérisé en laboratoire à partir d'essais cycliques de fatigue et d'essais quasi-statiques de fluage. De plus, ces structures ou pièces industrielles peuvent présenter des géométries complexes induisant des concentrations et gradients de contraintes. Il sera donc particulièrement important d'étudier l'influence de la multiaxialité de l'état de contrainte sur le comportement du matériau. Ce comportement mécanique est la plupart du temps uniquement caractérisé à l'échelle globale. Des courbes maitresses sont élaborées à partir des résultats d'essais mécaniques faits en laboratoire (et ne durant souvent pas plus de quelques mois dans le cas du fluage) et sont extrapolées pour connaître le comportement aux temps très longs. En effet, des durées de vie en fluage de plus de 50 ans sont visées dans le cas des réseaux de canalisations sous pression. Cependant cette approche proposée par la norme ASTM D2990-01 semble limitée. Premièrement car elle repose sur l'extrapolation linéaire très ambitieuse de la courbe représentant l'évolution de la contrainte de fluage en fonction du temps à rupture dans un diagramme logarithmique pour des éprouvettes lisses en traction uniaxiale. Deuxièmement car les micro-mécanismes de déformation et notamment les phénomènes cavitation et donc le comportement à l'échelle locale ne sont pas pris en compte alors qu'ils sont à l'origine de nombreux phénomènes mécaniques macroscopiques. Troisièmement car l'influence de la multiaxialité de l'état de contrainte n'est pas non plus pris en compte alors que les structures industrielles présentent des formes complexes. Il est donc essentiel de caractériser ces micro-mécanismes de déformation dont la cavitation induisant la rupture aux temps longs, pour des sollicitations de fluage et de fatigue, afin de traiter la question de la durabilité des matériaux polymères semi-cristallins. Enfin, la comparaison des comportements mécaniques et des phénomènes de cavitation entre traction monotone, fluage et fatigue est un axe de recherche important. En effet, établir une équivalence ces différents types de sollicitations permettraient de réduire le nombre d'essais de fluage et de fatigue, longs et couteux en se concentrant sur les essais de traction monotone.

Démarche scientifique et plan du manuscrit

La démarche suivie au cours de ce travail de thèse peut être considérée comme une démarche multi-échelles. En effet, l'objectif est d'établir les liens entre comportement mécanique à l'échelle globale de l'éprouvette de laboratoire et les micro-mécanismes de déformation sous-jacents conduisant à la rupture. De plus, cet objectif principal est enrichi par l'étude de l'influence de l'état de contrainte et de sa multiaxialité mais aussi de l'influence du type de sollicitation (traction monotone, fluage et fatigue). Ces résultats mènent à l'utilisation d'un modèle permettant de rendre compte de ces interactions et phénomènes. Le but à terme est de transférer cette approche au calcul de structure ou sur pièce et de reproduire numériquement les mécanismes d'amorçage de fissure et de rupture.

Le premier chapitre est dédié à la caractérisation physico-chimique du matériau polymère semi-cristallin de l'étude : le Polyamide 6 (PA6). Les différentes propriétés présentées sont l'hydrophilie et la capacité de prise en eau, le taux de cristallinité, la température de transition vitreuse et la température de fusion. De plus, la microstructure sphérolitique est mise en évidence, de la même manière que la présence d'une porosité initiale au sein du matériau non déformé.

Le second chapitre est consacré à la caractérisation mécanique du matériau en traction monotone, fluage et fatigue à l'échelle globale, pour différents états de contraintes multiaxiaux. Ces états de contraintes sont engendrés par des géométries d'éprouvettes particulières (lisses et entaillées avec différents rayons de fond d'entaille). Et la caractérisation mécanique consiste en l'étude des courbes de chargement, des phénomènes structurels de striction et de ré-entaillage et par l'établissement de courbes maitresses en fatigue et fluage permettant d'estimer la durée de vie de structures.

Le troisième chapitre présente la caractérisation des phénomènes de cavitation et de rupture et donc du comportement du PA6 à l'échelle locale. Les mécanismes de cavitation, pour différents états de contraintes toujours, sont étudiés à partir d'observations en tomographie et laminographie à rayonnement X synchrotron. Ces techniques permettent d'étudier qualitativement et quantitativement l'état de cavitation et les distributions spatiales de taux de porosité et de morphologie des cavités. Enfin, le lien entre cavitation et rupture est établi à partir de l'observation au microscope électronique à balayage des faciès de rupture.

Le quatrième et dernier chapitre propose l'utilisation d'un modèle poro-visco-plastique afin de rendre compte des mécanismes mis en évidence dans les chapitres précédents à la fois à l'échelle globale et à l'échelle locale. En effet, ce modèle permet de prendre en compte la déformation volumique permanente et le taux de porosité est considéré comme une variable interne du modèle, la variable d'endommagement. La capacité de ce modèle à reproduire le comportement en traction monotone et en fluage du matériau PA6 de l'étude pour différents états de contraintes est évalué et les champs de contrainte correspondants sont étudiés. Enfin, nous tentons de prédire l'amorçage et la propagation de fissure en définissant un critère en taux de porosité critique.

CHAPITRE I

Le matériau Polyamide 6 de l'étude

Les matériaux polymères et plus particulièrement les polymères semi-cristallins thermoplastiques sont de plus en plus utilisés car de plus en plus performants et en adéquation avec les enjeux industriels actuels. Ils deviennent ainsi des alternatives crédibles aux matériaux métalliques. En effet, les normes et exigences environnementales font aujourd'hui partie intégrante des cahiers des charges devant être respectés lors des différentes phases de conception, fabrication, mise en service, maintenance ou fin de vie des pièces, que ce soit dans le secteur de l'automobile ou du transport, de l'énergie, de l'aéronautique… Et du fait notamment de leur recyclabilité, de leurs bonnes caractéristiques mécaniques couplées à une densité relativement faible et de leur facilité de mise en œuvre, les polymères thermoplastiques apparaissent comme de parfaits candidats pour relever ces défis techniques. Par exemple, l'allégement des structures, qui est un enjeu global et trans-disciplinaire, est de plus en plus obtenu en remplaçant les matériaux métalliques par des matériaux polymères ou matériaux composites à matrice polymère thermoplastique.

La compréhension puis la modélisation du comportement mécanique macroscopique et des micro-mécanismes de déformation de ces matériaux polymères thermoplastiques est donc devenu un axe de recherche de première importance. La caractérisation des propriétés physico-chimiques de ces matériaux constitue néanmoins une première étape indispensable puisque de nombreuses caractéristiques mécaniques des polymères semi-cristallins en dépendent.

Ce premier chapitre est donc consacré à la présentation des caractéristiques physico-chimiques du matériau de l'étude : le Polyamide 6 (PA6), un polymère semi-cristallin thermoplastique. Ainsi, l'hydrophilie et la capacité de prise en eau du PA6, son caractère semi-cristallin et son taux de cristallinité, la microstructure sphérolitique de sa phase cristalline et la présence d'une porosité initiale ont pu être étudiés et caractérisés. Des considérations générales sur les polymères semi-cristallins et sur les techniques de caractérisation mises en œuvre sont aussi proposées.

1. Généralités sur le Polyamide 6 (PA6)

1.1. Historique

Le poly(ε-caproamide) a été synthétisé pour la première fois en 1889 en chauffant de l'acide ε-aminocaproïque. Cependant, il faut attendre la fin des années 1920 pour que des groupes de recherche en chimie macromoléculaire s'intéressent aux voies de synthèse des polyamides : chez IG-Farbenindustrie en Allemagne et chez Du Pont de Nemours aux États-Unis.

Les travaux de recherche de Carothers, chimiste américain de la compagnie Du Pont de Nemours, sur l'étude systématique de la synthèse des polyamides [Carothers, 1929] aboutirent au dépôt de plusieurs brevets. En 1936, Carothers synthétisa pour la première fois le polyamide 6-6 (PA6-6) à partir d'acide adipique et d'hexaméthylène diamine.

En 1937, en Allemagne, une autre voie de synthèse basée sur la polymérisation de l'ε-caproalactame en présence d'une petite quantité d'eau est découverte par Schlack (chimiste de IG-Farbenindustrie). Il dépose en 1938 un brevet en Allemagne sur le polyamide 6 (PA6) filable.

Durant la seconde guerre mondiale, la pénurie de soie (utilisée pour la confection des toiles de parachute et dans les renforts de pneus d'avion) a entrainé le développement industriel des PA6 et des PA6-6, matières filables et résistantes. Le Nylon (appellation commerciale du PA6-6) est commercialisé dès 1939 par Du Pont de Nemours et le PA6 dès 1940 par IG-Farbenindustrie.

1.2. Utilisation

Les applications des matériaux PA6 et PA6-6 se diversifièrent après la seconde guerre mondiale et ces matériaux sont aujourd'hui utilisés dans de nombreux domaines autres que l'industrie textile [Guerin, 1994]. Ils sont par exemple utilisés pour la fabrication de :

- monofilaments pour pinceaux, brosses et filtres industriels ;
- pièces moulées en substitutions des métaux et des résines thermodurcissables ;
- pièces extrudées sous forme de films, de feuilles de tubes et de tuyaux ;
- adhésifs thermofusibles, notamment des poudres pour collage à chaud des tissus ;
- poudres pour revêtements de pièces métalliques.

Les grands secteurs industriels où l'on retrouve aujourd'hui les PA6 et PA6-6 sont l'automobile (et les transports en général), l'électricité et l'électronique, la mécanique, l'industrie alimentaire, l'électroménager ou encore les sports et loisirs.

1.3. Synthèse

Le polyamide 6, dont la formule chimique est donnée sur la Figure 1.1, peut être synthétisé par deux méthodes différentes. La première, qui est la voie de synthèse la plus utilisée aujourd'hui dans l'industrie, consiste en la polymérisation par ouverture de cycle par hydrolyse de l'ε-caproalactame qui est un monomère cyclique. Cette réaction a été décrite par Saunders [Saunders, 1973]. Une petite quantité d'eau (environ 5 à 10 % en masse) est placée en présence du monomère et d'acide acétique (environ 1 % en masse) et le mélange est porté à 250°C et mis sous une pression de 1,5 MPa. La polymérisation du PA6 passe par la formation d'un aminoacide linéaire, il s'agit de la phase d'initiation. Cet aminoacide réagit ensuite avec l'ε-caproalactame, ce qui constitue la phase de propagation et donc de construction des chaines polymériques par répétition du motif présenté sur la Figure 1.1. L'autre technique pouvant être utilisée est basée sur une réaction de polymérisation anionique. La polymérisation du PA6 s'effectue alors durant la mise en forme du matériau grâce à l'utilisation de catalyseurs anioniques qui rendent cette polymérisation rapide.

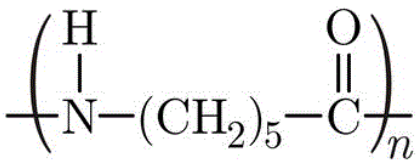


Figure 1. 1 *Formule chimique du Polyamide 6.*

1.4. Mise en forme

La majorité des procédés existant aujourd'hui peuvent être utilisés pour la mise en forme des polyamides sous forme de granulés : injection, injection-soufflage, moulage par rotation, extrusion de tubes, de profilés, de feuilles, de films, extrusion-soufflage de gaines ou de pièces diverses, usinage, thermoformage, thermorétractation [Guerin, 1994]. Les polyamides sous forme de poudre peuvent être quant à eux mis en œuvre par projection électrostatique ou en bain fluidisé pour le revêtement de pièces métalliques.

Le matériau PA6 de l'étude a été fourni en 2007 par la société Angst & Pfister dans le cadre de la thèse de Cédric Regrain [Regrain, 2009]. Il a été reçu sous forme de plaques rectangulaires de dimensions 610 mm x 1230 mm et de 10 mm d'épaisseur. Ces plaques ont été mises en forme selon le procédé de coulée monomère : le monomère fondu est versé dans les moules où le polyamide est polymérisé par une réaction chimique contrôlée. Cette technique assure un taux de cristallinité élevé, une bonne homogénéité de la microstructure et l'isotropie des propriétés mécaniques du matériau.

2. Le Polyamide 6 : un polymère semi-cristallin

Le polyamide 6 est un polymère semi-cristallin. La cristallisation d'un matériau ne pouvant être parfaite, les deux principaux états de la matière coexistent : l'état amorphe et l'état cristallin. L'état amorphe est un état désordonné au sein duquel les atomes ou molécules sont disposés de manière aléatoire. Il s'agit de l'état dans lequel se trouvent les gaz, les liquides et les solides amorphes. L'état cristallin est un état ordonné. Les éléments constitutifs (atomes, molécules ou ions…) y sont ordonnés de façon périodique, ce qui permet à des liaisons de se former entre ces éléments [Haudin et G'sell, 1995].

2.1. La chaine macromoléculaire

L'unité fondamentale constitutive des matériaux polymères est le monomère. Il s'agit de molécules organiques dont le noyau est essentiellement constitué d'un atome de carbone. La formule chimique du monomère constitutif du PA6 de l'étude est donnée en Figure 1.1. C'est la répétition en grand nombre de ces unités fondamentales qui crée les chaines macromoléculaires et leur organisation, de manière plus ou moins aléatoire, et qui confère aux polymères une structure multi-échelles [Dorlot et al., 1999].

Une chaine macromoléculaire présentant une forte régularité et une cinétique de refroidissement adaptée sont des facteurs favorisant la cristallisation du polymère. Les chaines organiques de grande taille susceptibles de cristalliser ont une configuration dite isotactique ou syndiotactique ainsi qu'une conformation globale régulière en zig-zag planaire ou à hélice [Lefebvre, 2002]. Les chaines macromoléculaires peuvent aussi être dans un état amorphe. Alors elles présentent une cconformation de pelote statistique et elles ne peuvent pas cristalliser [Haudin et G'sell, 1995].

De plus, la formulation chimique particulière des chaines macromoléculaires constitutives du PA6, et plus précisément la présence de groupement carbonyle C=O et amide N-H, permet la création d'un sous réseau d'interactions inter-chaines relativement fortes : les liaisons hydrogène (Figure 1.2). Les liaisons hydrogène sont très énergétiques. Il s'agit d'interactions électrostatiques entre un atome d'hydrogène lié à un atome fortement électronégatif (N) et un groupement polaire comportant un atome fortement électro-négatif (O). L'énergie cohésive des polyamides est ainsi beaucoup plus élevée que celle d'autres polymères du fait de ces liaisons [Guerin, 1994].

2.2. Les lamelles cristallines et la phase amorphe inter-lamellaire

Les chaines macromoléculaires régulières peuvent atteindre des longueurs de quelques micromètres. Au cours de la cristallisation, ces chaines ont la capacité de s'organiser et de se replier sur elles-mêmes pour former des lamelles cristallines [Mourglia Seignobos, 2009]. Les conditions de cristallisation ainsi que la rigidité de la chaine, des ramifications et des défauts d'enchevêtrement ont une influence importante sur l'épaisseur et la régularité de ces lamelles [Lefebvre, 2002].

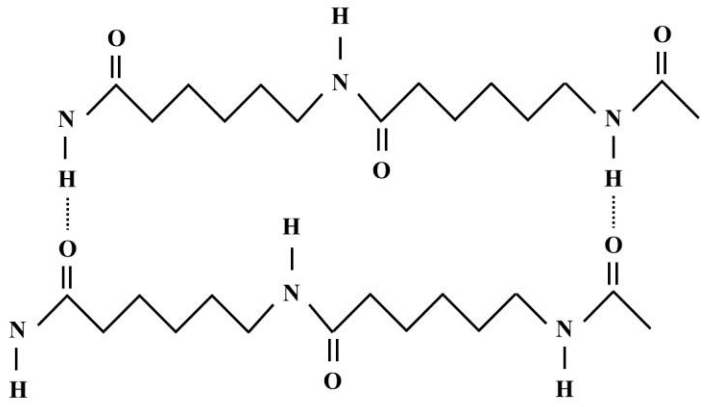


Figure 1. 2 *Liaisons hydrogène (en traits pointillés) dans le Polyamide 6.*

Dans le cas des polymères semi-cristallins, les lamelles cristallines sont arrangées de manière périodique, séparées par une phase amorphe et reliées entre elles par des molécules de liaison [Haudin et G'sell, 1995] comme présenté sur la Figure 1.3. Ces liaisons, localisées à la périphérie des lamelles, sont constituées des chaines ou des parties de chaines n'ayant pas pu cristalliser : les chaines liens, les bouts de chaines et les impuretés. Ces éléments forment ce que l'on appelle la phase amorphe inter-lamellaire. Sur la Figure 1.3, les dimensions caractéristiques suivantes peuvent être définies :

- l_c correspond à l'épaisseur d'une lamelle cristallisée ;

- l_a correspond à l'épaisseur de la phase amorphe inter-lamellaire ;

- la longue période L (de l'ordre d'une dizaine de nanomètres) correspond à la somme de ces deux épaisseurs : $L = l_c + l_a$.

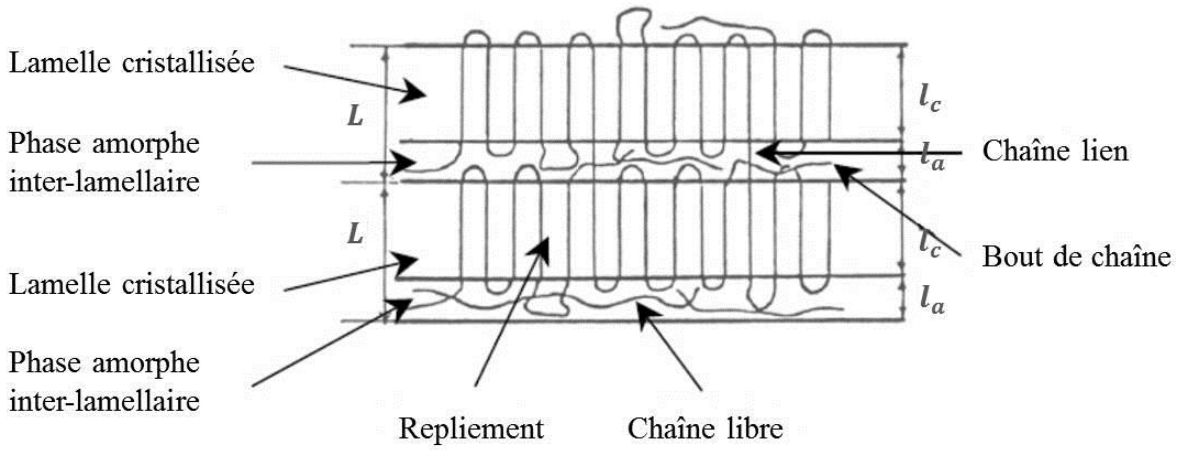


Figure 1. 3 *Organisation des lamelles cristallines dans un polymère semi-cristallin [Haudin et G'sell, 1995].*

2.3. Les sphérolites

2.3.1. Un arrangement polycristallin

La croissance radiale et l'organisation spatiale des lamelles cristallines aboutissent à la formation de structures isotropes appelées sphérolites (Figure 1.4) dont la taille peut varier du micromètre au millimètre et dépend des conditions de cristallisation. Les cristallites radiales croissent dans toutes les directions à partir d'un centre pour occuper l'ensemble de l'espace offert [Haudin et G'sell, 1995]. A la fin de la cristallisation, les sphérolites initialement sphériques rencontrent leurs voisins et adoptent un contour d'aspect polygonal [Magill, 2001].

2.3.2. La phase amorphe inter-sphérolitique

Un sphérolite est donc un globule composé de lamelles cristallines et d'une phase amorphe inter-lamellaire. Il est lui-même inclus dans une matrice de structure amorphe [Dorlot et al., 1999]. Cette phase est appelée phase amorphe inter-sphérolitique. Cet espace inter-sphérolitique contient, de la même manière que la phase amorphe inter-lamellaire, tout ce qui n'a pas pu cristalliser : chaines liens, bouts de chaine, imperfections et impuretés.

2.4. Le taux de cristallinité

Finalement, les phases amorphes et cristallines coexistent au sein d'un polymère semi-cristallin. Le taux de cristallinité, qui peut être défini en masse (χ_c) ou en volume (v_c), est la mesure de la quantité de matière cristallisée par rapport à l'ensemble de la matière. Il est défini de la façon suivante :

$$\chi_c = M_c / M_{tot} \quad \text{et} \quad v_c = V_c / V_{tot} \tag{1.1}$$

avec M_c (respectivement V_c) la masse (respectivement le volume) de la phase cristalline ;

M_{tot} (respectivement V_{tot}) la masse (respectivement le volume) totale de l'échantillon.

2.5. La température de transition vitreuse

La température de transition vitreuse (T_g) d'un matériau peut être définie comme la température (ou l'intervalle de température) qui délimite le domaine où la matière est à l'état caoutchoutique et le domaine où la matière est à l'état vitreux et rigide. Dans un polymère semi-cristallin, les segments de chaînes macromoléculaires sont plus ou moins libres suivant qu'elles sont cristallisées ou à l'état amorphe. C'est l'évolution de la mobilité de la phase amorphe avec la température qui est à l'origine du phénomène de transition vitreuse.

En dessous de T_g, l'amplitude des mouvements de la phase amorphe est faible car l'agitation thermique est insuffisante. La matière est alors à l'état vitreux. Au-dessus de T_g, le mouvement interne de la phase amorphe est rendu possible par l'agitation thermique devenue suffisante. La matière est à l'état

caoutchoutique. La température de transition vitreuse correspond donc aussi à un changement des propriétés mécaniques du matériau. En dessous, la phase amorphe ne permet pas d'accommoder de grandes déformations, elle se déforme peu et peut être plus fragile que la phase cristalline. Lorsque T_g est franchie, la capacité de déformation du matériau est accrue [Lefebvre, 2002].

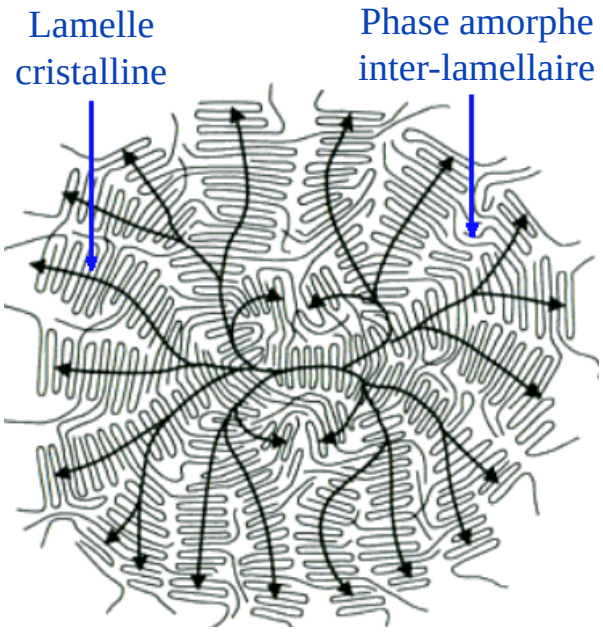


Figure 1. 4 *Structure schématique d'un sphérolite dans un polymère semi-cristallin.*

3. Caractérisation expérimentale et vieillissement hydrolytique

3.1. Vieillissement hydrolitique

3.1.1. Vieillissements physique et chimique

Les molécules d'eau ont la particularité d'être à la fois de petites tailles et d'être polaires. Ces caractéristiques leur permettent de créer des liaisons hydrogène, en particulier en présence d'atomes d'azote ou d'oxygène. Or, les polymères semi-cristallins (et comme évoqué dans la partie précédente, le PA6) contiennent ces hétéro-atomes (azote ou oxygène) et sont donc sensibles au vieillissement hydrolitique [Verdu, 1985].

Différents phénomènes peuvent être à l'origine de ce vieillissement hydrolitique du PA6 : l'hydrolyse, l'action de la température ou la diffusion d'une molécule [Verdu, 1985]. Deux mécanismes accélérés par la température et aboutissant à la modification des propriétés du PA6 en présence d'eau peuvent cependant être distingués [Lefebvre, 2002] :

- le lessivage de la microstructure sous l'action de l'eau qui est considéré comme un mécanisme physique. Il consiste en la disparition progressive d'un adjuvant [Verdu, 1990]. Alors, des liaisons hydrogène entre les chaines macromoléculaires peuvent s'établir et le matériau se rigidifie ;

- la diminution de la masse molaire et la fragilisation du polymère par hydrolyse des chaines qui est plutôt considéré comme un mécanisme chimique. En effet, on retrouve à l'origine de ce mécanisme des coupures intramoléculaires, des réactions de réticulation, des substitutions de groupes latéraux...

3.1.2. Prise en eau

La teneur en eau d'un polymère, exprimée généralement en pour-cent en masse, atteinte à l'équilibre dans un milieu isotherme à taux hygrométrique constant proche de 100 % HR (hygrométrie relative) permet d'en évaluer l'hydrophilie. La diffusion de l'eau dans le PA6 de l'étude ainsi que la prise en masse à taux hygrométrique constant proche de 100 % HR ont été étudiées dans le cadre de la thèse de Cédric Regrain [Regrain, 2009]. Pour cela, des échantillons massiques de dimensions 4 x 5 x 5 mm^3 ont été immergés dans de l'eau distillée maintenue à 40°C. L'évolution de la prise en eau a été suivie au cours du temps par pesées régulières de ces échantillons. Leur masse augmente au cours du temps et atteint une valeur maximale qui correspond à une prise de masse relative de 5,8 %, légèrement inférieure à la valeur inscrite sur la fiche fournisseur (6,5 %). Cette différence peut s'expliquer par un phénomène de lessivage dû à l'hydrolyse du polymère responsable de la rupture de certaines chaines macromoléculaires [Regrain, 2009] [Shanahan et Auriac, 1998].

Certains des essais mécaniques présentés dans cette étude ont été réalisés dans une salle à température et hygrométrie relative contrôlées, respectivement à 20°C +/- 0,2°C et 50 % +/- 0,5 % (noté HR50), sur un matériau conditionné préalablement dans cette salle. Pour cela, les plaques fournies ont été

conservées depuis 2009 dans cette salle à température et humidité contrôlées. La pesée d'échantillons issus de ces plaques, au début de l'année 2015, avant et après procédure de dessiccation a permis d'évaluer à 1,8 % la prise de masse relative pour le matériau conditionné à 20°C et à HR50. Compte tenu du temps de conditionnement extrêmement long, la prise en eau peut être raisonnablement considérée comme stabilisée. Encore une fois, cette valeur expérimentale est légèrement inférieure à la valeur inscrite sur la fiche fournisseur (2,2 %). Ce conditionnement a permis de compléter les résultats obtenus par Regrain [Regrain, 2009] et de s'assurer que la teneur en eau et donc les propriétés mécaniques du matériau ne varient pas au cours des essais de fluage, essais longs dans le temps. Ces résultats expérimentaux de prise de masse pour le PA6 saturé en humidité et conditionné à HR50 sont récapitulés dans le Tableau 1.1 avec les données de la fiche fournisseur.

	Prise de masse relative (%)	
	Données expérimentales	**Données fournisseur**
PA6 saturé en humidité	5,8	6,5
PA6 conditionné à HR50	1,8	2,2

Tableau 1. 1 *Prises de masse relatives du PA6 sous différentes conditions d'hygrométrie relative.*

3.2. Modulated Differential Scanning Calorimetry

La technique de Modulated Differential Scanning Calorimetry (MDSC) est couramment utilisée pour la caractérisation des propriétés physico-chimiques des polymères semi-cristallins. En particulier, elle permet d'estimer la température de transition vitreuse (T_g), la température de fusion (T_f), la température de cristallisation et le taux de cristallinité (χ_c) [Reading, 1993] [Hutchinson et Montserrat, 1996].

La technique de DSC (Differential Scanning Calorimetry) classique consiste à mesurer la différence des flux de chaleur à apporter à deux creusets en aluminium chauffés selon une même rampe de température. L'un des creusets est laissé vide et sert de référence tandis que l'échantillon à analyser est placé dans l'autre creuset. La DSC modulée (MDSC) reprend le même principe expérimental que la DSC conventionnelle, mais une oscillation sinusoïdale de la température (modulation) est superposée à la rampe de température conventionnelle [Lefebvre, 2002]. L'évolution de la température au cours du temps *t* est donc donnée par :

$$T(t) = T_0 + a\,t + b\,sin(wt) \tag{1.2}$$

avec T_0 qui représente la température de départ de l'essai, *a* la vitesse de chauffe, *b* l'amplitude de la modulation et *w* la fréquence des oscillations.

Dans le cadre de sa thèse, Cédric Regrain a déterminé T_g, T_f et χ_c pour le matériau sec et pour le matériau saturé en humidité [Regrain, 2009]. Ces résultats sont donnés dans le Tableau 1.2. Une étude

complémentaire a été menée pour déterminer les caractéristiques du matériau conditionné à HR50. Pour cela, les mêmes conditions expérimentales ont été adoptées : T_0 = 80°C, a = 2°C/min, b = 2°C et w = 2Π/60 s^{-1}. La technique de MDSC est utilisée ici car la transition vitreuse est très faiblement marquée et difficilement identifiable en DSC conventionnelle. Le signal obtenu est déconvolué par transformées de Fourier en un signal réversible et un signal irréversible, ce qui permet de faire la part entre le bruit et le signal lors des transitions [Lefebvre, 2002].

Trois essais ont été réalisés sur le matériau conditionné à HR50 afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. La Figure 1.5 représente l'évolution du flux de chaleur réversible en bleu sur l'axe des ordonnées de gauche et celle de la dérivée par rapport à la température de ce flux de chaleur réversible en vert sur l'axe des ordonnées de droite en fonction de la température. Le signal réversible présente un point d'inflexion qui caractérise la température de transition vitreuse T_g = 3°C. Elle peut aussi être déterminée à partir du minimum local de la dérivée de ce signal en fonction de la température.

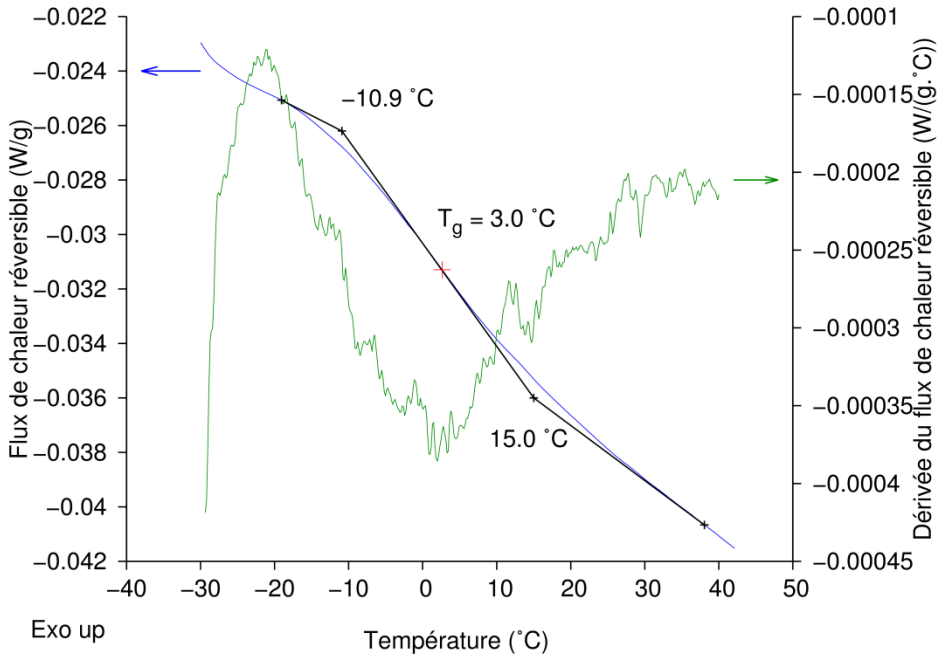


Figure 1. 5 *Mesure MDSC de la température de transition vitreuse du PA6 conditionné à HR50.*

Lors du chauffage de l'échantillon, il peut passer de l'état solide à l'état liquide : il s'agit du phénomène de fusion qui est un phénomène endothermique. Lors d'un essai d'analyse enthalpique différentielle, ce phénomène est caractérisé par un pic large s'étendant sur plusieurs dizaines de degrés et la température de fusion est donnée par l'extremum de ce pic. Par ailleurs, l'énergie engagée dans le phénomène de fusion, appelée enthalpie de fusion, notée ΔH_f et exprimée en $J.g^{-1}$, correspond à l'aire sous le pic de fusion. Le taux de cristallinité du matériau χ_c est donné par le rapport entre cette enthalpie de fusion de l'échantillon et celle du même matériau complétement cristallisé de 162 $J.g^{-1}$ [Regrain, 2009]. L'enthalpie de fusion de l'échantillon 100% cristallin est donnée dans la littérature [Kohan, 1995]. La Figure 1.6 représente l'évolution du flux de chaleur en fonction de la température dans le domaine de

température proche de T_f pour le matériau conditionné à HR50. L'extremum du pic de fusion donne une température de fusion T_f = 217°C et le taux de cristallinité est évalué à environ 44%.

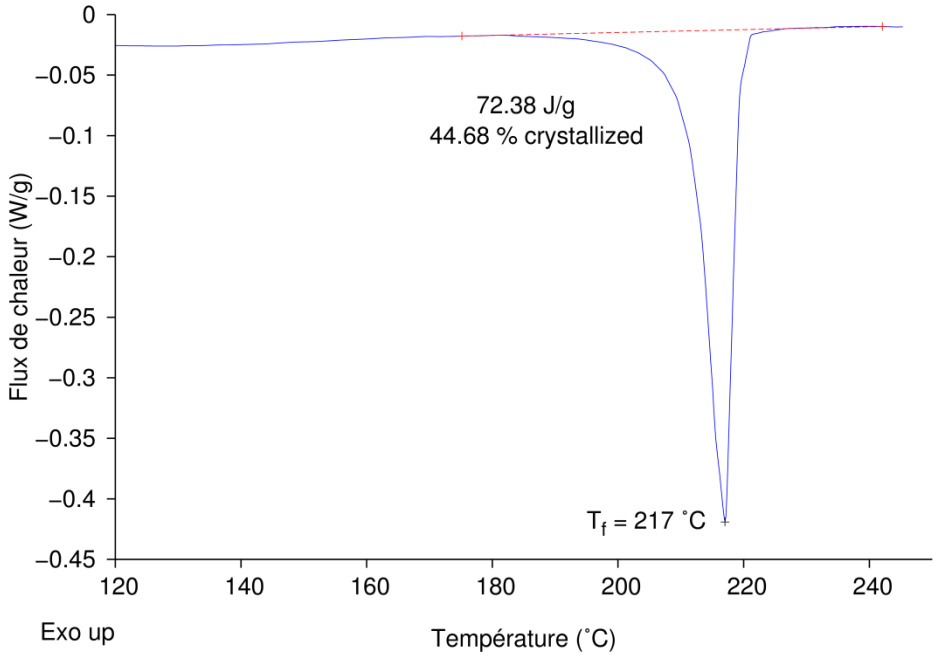


Figure 1. 6 *Mesure MDSC de la température de fusion et du taux de cristallinité du PA6 conditionné à HR50.*

Ces résultats, récapitulés dans le Tableau 1.2 permettent de mettre en évidence que la température de fusion et le taux de cristallinité du matériau ne varient pas en fonction de sa teneur en eau. En effet, les différences de T_f et χ_c pour les matériaux sec, conditionné à HR50 et saturé en humidité sont expliquées par la dispersion expérimentale et les incertitudes de mesure. En revanche, il a été largement démontré que la température de transition vitreuse des PA6 est sensible à la teneur en eau dans le matériau [Khanna et al., 1995] [Khanna et Kuhn, 1997]. Le PA6 de l'étude suit cette règle, T_g diminuant lorsque la teneur en eau du matériau augmente. Cette évolution de T_g avec la teneur en eau du matériau peut être corrélée aux différences de comportement mécanique des matériaux en fonction de leurs conditionnements qui seront présentées dans la partie suivante. En effet, à l'ambiante, le PA6 sec est en dessous de sa température de transition vitreuse alors que le PA6 saturé en humidité est au-dessus, ce qui confère à ses chaines une plus grande mobilité et la possibilité de glisser entre elles [Regrain, 2009].

Par ailleurs, des essais complémentaires de MDSC sur matériau sec, dans les mêmes conditions expérimentales que celles mises en œuvre par Regrain au cours de sa thèse ont été effectuées. Les résultats obtenus sont identiques à ceux de Regrain [Regrain, 2009], ce qui permet de conclure que les effets du vieillissement depuis la fin de ses travaux (2009) sont négligeables.

	Température de transition vitreuse (T_g)	Température de fusion (T_f)	Taux de cristallinité (χ_c)
PA6 sec	52°C ± 1°C	220°C ± 1°C	43% ± 1%
PA6 conditionné à HR50	3°C ± 1°C	217°C ± 1°C	44% ± 1%
PA6 saturé en humidité	-25°C ± 1°C	220°C ± 1°C	43% ± 1%

Tableau 1. 2 *Propriétés physico-chimique mesurées par MDSC du PA6 sous différentes conditions d'hygrométrie relative.*

3.3. Caractérisation de la microstructure au MEB

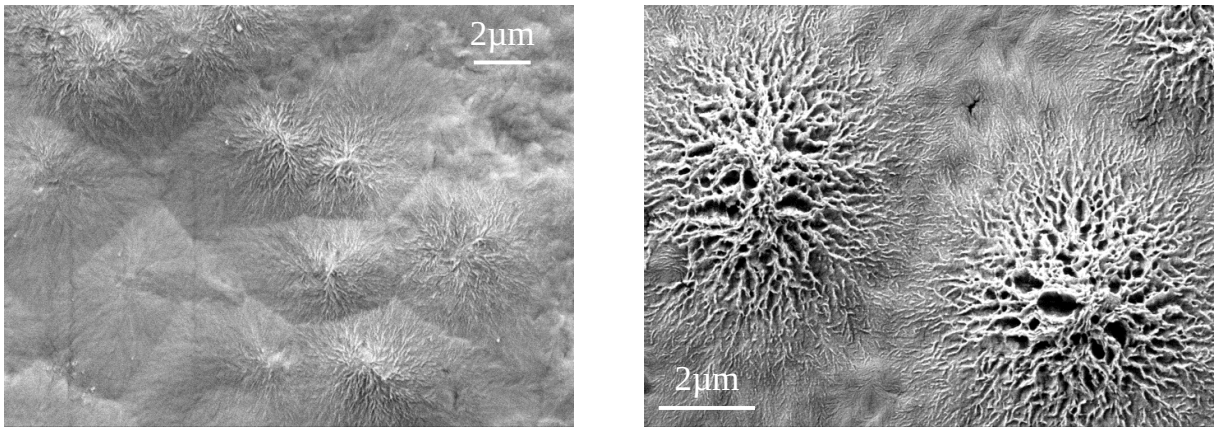
La microstructure des polymères semi-cristallins est souvent révélée en laboratoire grâce des observations de lames minces en microscopie optique. En effet, les extinctions en forme de croix de Malte alors mises en évidence sont caractéristiques de l'organisation particulière de ces matériaux à l'échelle micrométrique. La microscopie électronique à balayage (MEB) peut aussi être utilisée. Une attaque chimique est alors, la plupart du temps, nécessaire afin de faire disparaître partiellement la phase amorphe et révéler seulement la phase cristalline et donc la microstructure sphérolitique. De plus, les matériaux polymères étant très faiblement conducteurs et sensibles à l'auto-échauffement, il convient d'effectuer ensuite une métallisation des surfaces à observer afin de les rendre conductrices et permettre l'évacuation de la charge d'électrons accumulés [Plummer, 2001]. Cette étape de métallisation consiste en un dépôt d'or-palladium de quelques nanomètres d'épaisseur en surface. Cette surface doit aussi être reliée au porte-échantillon en métal par un dépôt de laque d'argent afin d'éviter tout dégazage de l'échantillon et d'en améliorer la conductivité.

La caractérisation de la microstructure sphérolitique du matériau PA6 de l'étude a été menée dans le cadre de la thèse de Regrain [Regrain, 2009]. Pour cela, une attaque chimique de type permanganique (KMnO4) a été utilisée. Sur la Figure 1.7.a, les frontières polygonales des sphérolites qui se développent jusqu'à s'interpénétrer pendant la phase de mise en forme du matériau sont mises en évidence. La Figure 1.7.b correspond à une image MEB prise à un grossissement plus important sur laquelle deux sphérolites voisins peuvent être identifiés. Les phases amorphes inter-sphérolitique et inter-lamellaire ont bien été attaquées préférentiellement ce qui permet d'observer les lamelles cristallines, qui s'organisent de manière radiale depuis le centre du sphérolite. Finalement, ces observations MEB après attaque chimique permanganique ont permis de mettre en évidence :

- la structure sphérolitique du PA6, caractérisée par un diamètre moyen des sphérolites compris entre 5 et 10 µm ;

- une phase amorphe localisée entre les sphérolites, dite phase amorphe libre ;

- une phase amorphe localisée entre les lamelles cristallines, dite phase amorphe confinée [Castagnet, 1998].



a) **b)**

Figure 1. 7 *Observations au MEB de la microstructure sphérolitique du PA6 après attaque chimique [Regrain, 2009].*

3.4. Taux de porosité initial estimé par cryo-fractographie

Il est primordial pour notre étude de connaître le taux de porosité et la morphologie des cavités au sein du matériau à l'état non déformé. En effet, la suite du manuscrit traite principalement des micro-mécanismes de déformation et de cavitation sous différents types de chargement (traction monotone, fluage et fatigue) et sous différentes conditions de triaxialité des contraintes. Du point de vue expérimental, il est donc nécessaire de connaître l'état de cavitation de la microstructure initiale pour bien traiter de son évolution au cours du chargement et discuter des phénomènes de germination, croissance et coalescence de porosités.

Il est possible d'observer au MEB la microstructure initiale d'un matériau polymère sans la déformer ni l'endommager grâce à la technique de la cryo-fractographie. Cette technique, utilisée aussi pour de nombreux polymères semi-cristallins comme le PVDF [Lafarge, 2004], le PA11 [Boisot, 2009] ou le PEHD [Devilliers, 2011] a été mise en œuvre par Regrain pour déterminer le taux de porosité initial au sein du matériau PA6 de l'étude [Regrain, 2009]. Pour cela, un échantillon est plongé dans l'azote liquide pendant plusieurs heures avant d'être fracturé, une lame de rasoir ayant été introduite préalablement afin de faciliter l'amorçage de la rupture. Cette rupture pouvant alors être considérée comme fragile et elle n'engendre que très peu de déformation plastique. La microstructure observée est donc bien représentative de la microstructure initiale du matériau.

Les images obtenues par observations au MEB à différentes échelles des faciès de rupture issus de cette procédure de cryofractographie sont présentées sur la Figure 1.8. Le faciès de rupture est bien de type fragile, il ne semble pas perturbé ou déformé (Figure 1.8.a). Les Figures 1.8.b et 1.8.c permettent de mettre en évidence un relief constitué de creux et de bosses caractéristique de la microstructure

sphérolitique présentée dans la section précédente. Enfin, les observations à grossissements importants (notamment la Figure 1.8.d) illustrent la présence de cavités sphériques ayant un diamètre moyen de 0,1 µm à la surface des sphérolites. L'analyse et la segmentation de ces images ont permis d'évaluer le taux de porosité du matériau à l'état non déformé à environ 1 %.

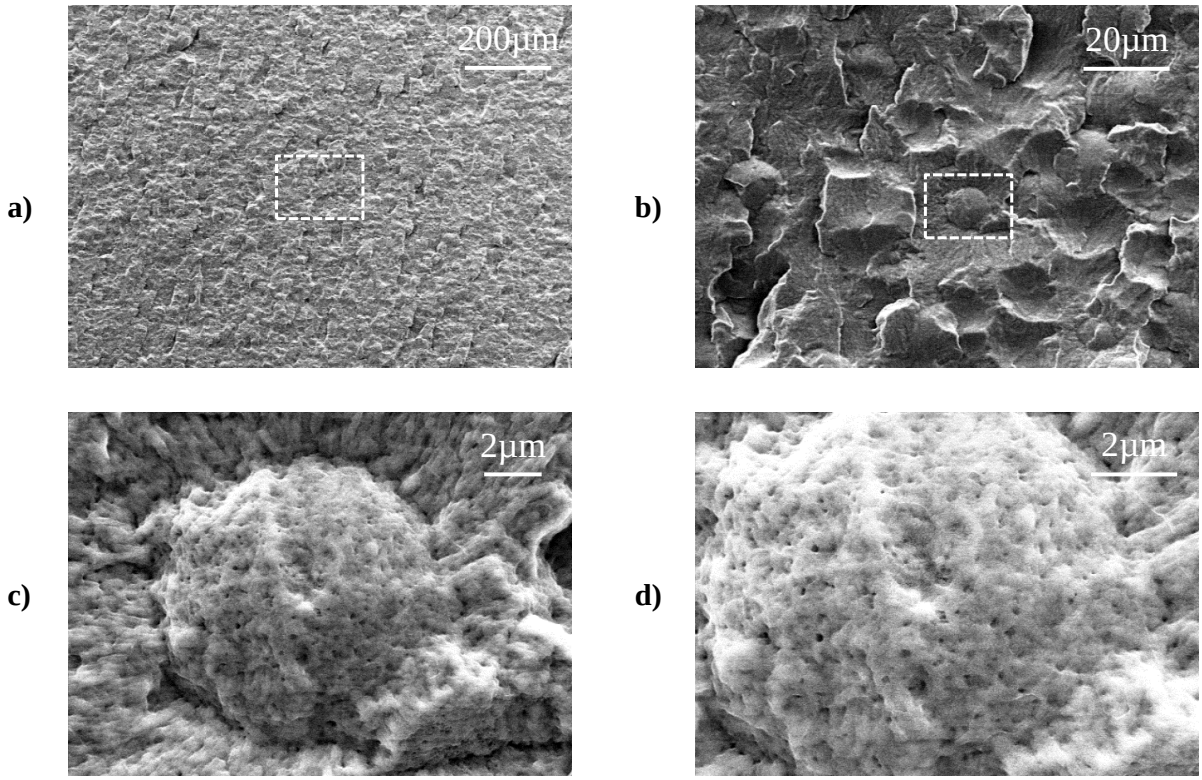


Figure 1. 8 *Observations au MEB à différentes échelles d'un faciès de rupture fragile obtenu par cryo-fractographie [Regrain, 2009].*

4. Conclusion

Le matériau Polyamide 6 de l'étude est donc un polymère thermoplastique, semi-cristallin et hydrophile. Ce caractère hydrophile se traduit par une tendance importante à la prise en eau au contact d'un environnement humide. La prise de masse relative maximale, à saturation, atteinte pour un taux hygrométrique constant de 100 % HR (humidité relative), c'est-à-dire lorsque l'échantillon est plongé dans l'eau, est de 5,8 %. La prise de masse relative stabilisée pour le matériau conditionné dans un environnement à 20°C et à un taux hygrométrique de 50 % (HR50) a été évaluée à 1,8 %. Il était primordial d'étudier l'hydrophilie de ce matériau car la grande majorité des propriétés physico-chimiques (étudiées dans ce chapitre) et des propriétés mécaniques (étudiées dans le chapitre suivant) dépendent de son état de prise en eau.

En effet, des essais d'analyse enthalpique différentielle et l'utilisation de la technique de la MDSC (de l'anglais Modulated Differential Scanning Calorimetry) ont permis de mettre en évidence que la température de transition vitreuse était dépendante de l'état de prise en eau du Polyamide 6. La température de transition vitreuse T_g permet de différencier le domaine caoutchoutique ($T > T_g$), sur lequel la phase amorphe est libre de se déformer de manière importante, du domaine vitreux ($T < T_g$), sur lequel les mouvements de la phase amorphe sont limités. Et cette température de transition vitreuse diminue lorsque la prise en eau augmente : elle vaut -25°C pour le matériau saturé en humidité et 53°C pour le matériau sec. En revanche, la température de fusion T_f, aussi déterminée par MDSC, ne dépend pas de l'état de prise en eau. Cette température, déterminée à partir de l'extremum du pic de fusion sur le thermogramme, est de 217°C.

Par ailleurs, l'analyse enthalpique différentielle a aussi mené à la mise en évidence et à la quantification du caractère semi-cristallin du Polyamide 6 de l'étude : la détermination des valeurs d'enthalpie de fusion permet d'évaluer le taux de cristallinité d'un matériau. Pour le Polyamide 6 de l'étude, ce dernier ne dépend pas de l'état de prise en eau et a été évalué à 43 %. Ce matériau Polyamide 6 est donc constitué d'une part d'une phase cristalline ordonnée, dont la microstructure est sphérolitique. Des observations en microscopie électronique à balayage après attaque chimique de la phase amorphe ont permis de révéler cette microstructure et d'établir que les sphérolites étaient sphériques et caractérisés par un diamètre moyen de l'ordre de 5 µm. D'autre part, la phase amorphe est caractérisée par un état désordonné au sein duquel les atomes ou molécules sont disposés de manière aléatoire.

Enfin, l'étude au microscope électronique à balayage de faciès de rupture fragile, obtenus par cryo-fracture (rupture après avoir plongé le matériau pendant plusieurs heures dans l'azote liquide), a permis de mettre en évidence la présence de cavités sphériques, de diamètre moyen de l'ordre de 0,1 µm, au sein du matériau Polyamide 6 dans son état non déformé. Ainsi, ce matériau est caractérisé par un taux de porosité initial d'environ 1 % : les mécanismes de cavitation pourraient donc opérer uniquement par croissance des vides déjà existants sans étape préalable de germination. Cette hypothèse sera faite dans la suite de l'étude.

CHAPITRE II

Essais mécaniques de traction monotone, fluage et fatigue sous différents états de contrainte multiaxiaux

Les applications du matériau Polyamide 6 de l'étude et plus généralement des matériaux polymères thermoplastiques sont diverses et variées du fait de leurs caractéristiques mécaniques particulières. Ils sont utilisés au sein de pièces industrielles notamment pour leur capacité à subir des déformations importantes tout en conservant une bonne résistance mécanique. Ces pièces présentent la plupart du temps des géométries complexes induisant des concentrations de contrainte. Elles sont ainsi soumises à des champs de contraintes multiaxiaux et non uniformes. La caractérisation mécanique du matériau Polyamide 6 de l'étude ne peut donc pas être limitée à des essais sur éprouvettes lisses, caractérisés par un champ de contrainte uniaxial et uniforme jusqu'à l'apparition d'une striction. L'influence de la triaxialité des contraintes sur le comportement mécanique est étudiée à partir d'éprouvettes axisymétriques entaillées. En effet, une modification du rayon en fond d'entaille permet théroiquement de modifier le champ des contraintes et donc le taux de triaxialité dans la zone entaillée. De plus, il est important de garder à l'esprit que l'un des objectifs de ce travail de thèse est l'étude des phénomènes de cavitation à l'échelle microscopique. Et l'utilisation de ces éprouvettes axisymétriques entaillées facilite cette caractérisation puisque la déformation et donc les micro-mécanismes d'endommagement sont localisés dans l'entaille et favorisés par l'état de contrainte multiaxial engendré. Finalement, les cas de triaxialité des contraintes dites « modérée » et « élevée » sont traités, à la suite de l'étude classique du comportement d'éprouvettes lisses.

Par ailleurs, la réalité industrielle des pièces en matériaux polymères thermoplastiques ne peut pas être uniquement caractérisée à partir d'essais de traction monotone. En effet, ces pièces peuvent être soumises à des sollicitations beaucoup plus complexes : des chargements statiques en fluage, des chargements cycliques en fatigue voire même des sollicitations mixtes. Et la problématique de la durabilité des structures en matériaux polymère, comme les réservoirs sous pressions ou les réseaux de tuyauterie et de canalisation, est devenue un des enjeux industriels majeurs dans nos sociétés contemporaines. La caractérisation mécanique du matériau Polyamide 6 de l'étude comprendra donc des essais de fluage et de fatigue afin d'étudier et de comprendre le comportement aux temps longs de ce matériau.

Ce deuxième chapitre est donc consacré à l'étude du comportement mécanique du Polyamide 6 en traction monotone, fluage et fatigue sous différents états de contrainte multiaxiaux grâce à la mise en place d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. C'est donc l'échelle macroscopique, l'échelle

globale de l'éprouvette (lisse ou entaillée) entière qui est considérée dans ce chapitre. Ainsi, les courbes de chargement et donc les réponses mécaniques aux sollicitations monotone, statique ou cyclique, en termes de force et de déplacement sont étudiées. Ces résultats mènent notamment à l'établissement de courbes maitresses en fluage et en fatigue destinées à la prédiction de durées de vie. L'évolution de la géométrie, de la forme des éprouvettes en cours de sollicitations est aussi analysée dans ce chapitre : les phénomènes de striction et de ré-entaillage sont observés et quantifiés. De plus, ces phénomènes sont reliés à des instants caractéristiques des essais, identifiables sur les courbes de chargement. L'influence de la prise en eau est aussi discutée.

Ces résultats en traction monotone, fluage et fatigue sont par ailleurs comparés pour les différentes géométries d'éprouvette et donc pour les différents états de contrainte multiaxiaux. Il ne s'agit pas simplement dans ce chapitre d'étudier séparément le comportement mécanique et les évolutions structurelles des éprouvettes pour les trois types de sollicitation. Il s'agit d'établir une équivalence entre ces types de sollicitation. En effet, ces campagnes d'essais de fluage et de fatigue sont longues, fastidieuses et donc onéreuses et il serait extrêmement intéressant de pouvoir en réduire la quantité au maximum en favorisant les essais monotones.

1. Eprouvettes lisses

1.1. Traction monotone

1.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales

Les éprouvettes lisses utilisées pour cette campagne sont axisymétriques (Figure 2.1). Ces éprouvettes ont été usinées au tour, prélevées au centre de la plaque afin de s'affranchir de l'effet cœur-peau de la microstructure sphérolitique et sont les mêmes que celles utilisées par Regrain pour l'étude des matériaux secs et saturés en humidité [Regrain, 2009]. De plus, l'axisymétrie est intéressante du point de vue de la simulation numérique puisque ces éprouvettes peuvent être modélisées en 2D ce qui diminue de manière significative les temps de calcul.

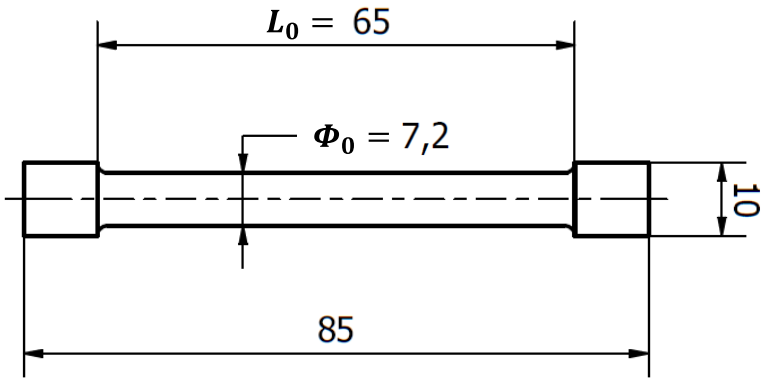


Figure 2. 1 *Géométrie des éprouvettes axisymétriques lisses (dimensions données en mm).*

Les essais de traction monotone sur éprouvettes lisses ont été réalisés dans une salle à température et humidité contrôlées (respectivement à 20°C +/- 0,2°C et 50 % +/- 0,5 %). Une machine de traction électro-mécanique a été utilisée. Elle était équipée d'une cellule de charge d'une capacité de 500 daN ainsi que d'un capteur de type LVDT (Linear Variable Differential Transducer) assurant la mesure du déplacement du mors mobile par rapport au mors fixe. Enfin, l'évolution de la forme de l'éprouvette au cours de l'essai et le phénomène de striction ont été suivis grâce à une caméra numérique.

1.1.2. Influence de la vitesse de déformation

Trois essais de traction monotone menés respectivement à 0,004 s^{-1}, 0,012 s^{-1} et 0,040 s^{-1} ont été effectués afin d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du matériau conditionné à HR50. La vitesse la plus élevée est la vitesse maximale atteignable par la machine. Les résultats de ces essais sont représentés sur la Figure 2.2. La contrainte nominale σ est définie par F / S_0 avec F la force appliquée et S_0 la section initiale de l'éprouvette (Figure 2.1). Son évolution au cours des essais est représentée en fonction de la déformation nominale ε, définie par $\Delta L / L_0$ avec ΔL l'allongement de l'éprouvette et L_0 la longueur utile initiale de l'éprouvette (Figure 2.1). Pour les 3 essais, la forme des courbes est la même. La contrainte nominale augmente

tout d'abord linéairement puis de manière non-linéaire avec la déformation jusqu'à atteindre une valeur maximale appelée pic de contrainte. Ensuite, la contrainte nominale diminue (phase dite d'adoucissement) jusqu'à atteindre un plateau sur lequel le niveau de contrainte est constant tandis que la déformation augmente jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette. La Figure 2.2.a met en évidence que la valeur du pic de contrainte augmente légèrement avec la vitesse de déformation. De plus la Figure 2.2.b permet d'observer que les comportements mécaniques sont identiques dans la partie élastique, jusqu'à une contrainte nominale de 25 MPa, puis qu'ils diffèrent lorsque la déformation augmente, jusqu'au pic de contrainte. Il est difficile d'établir une quelconque influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique après le pic de contrainte, car, comme cela sera discuté par la suite, le pic de contrainte correspond à l'apparition de la striction qui est un phénomène très aléatoire.

Finalement ces essais (qui ont été triplés pour chaque vitesse afin de s'assurer de la bonne reproductibilité du comportement mécanique jusqu'au pic de contrainte et des phénomènes observés) ont permis d'établir les grandeurs suivantes pour le matériau conditionné à HR50 :

- le module d'Young est de l'ordre 1650 MPa ;

- la limite d'élasticité est de l'ordre de 25 MPa ;

- la contrainte nominale maximale au pic, mesurée pour la vitesse maximale de déformation est de 65 MPa ;

- le seuil du plateau de contrainte est de l'ordre de 51 MPa.

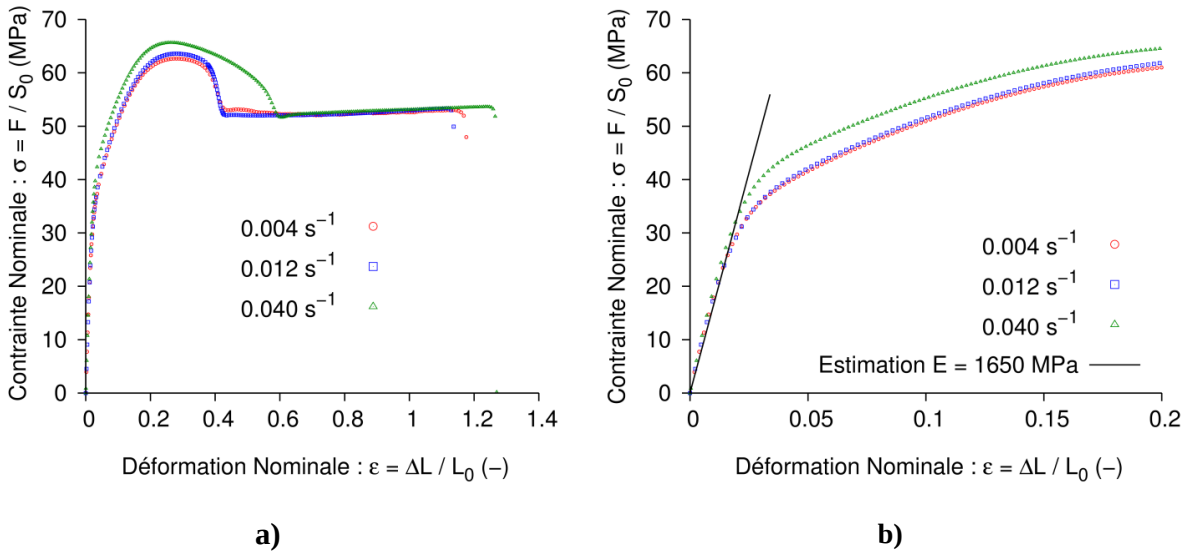


Figure 2. 2 *Courbes de traction monotone à différentes vitesses de déformation. Eprouvettes lisses.*

Ces résultats permettent par ailleurs de connaître le comportement mécanique du matériau lors de la phase de mise en charge des essais de fluage et la plage de contraintes pouvant être étudiée lors de cette campagne de fluage.

1.1.3. Influence de la prise en eau

Les résultats de traction monotone sur éprouvettes lisses pour le matériau conditionné à HR50 sont comparés avec ceux obtenus par Regrain pour les matériaux secs et saturés en humidité [Regrain, 2009]. Les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales et environnementales (même machine, même température, même humidité relative) et les vitesses de déformation sont du même ordre de grandeur. Les courbes de traction sont représentées sur la Figure 2.3. Elles illustrent le fait que le comportement mécanique d'éprouvettes lisses sollicitées en traction monotone dépend de la teneur en eau du matériau. En particulier :

- la valeur de la contrainte nominale maximale augmente lorsque la teneur en eau diminue ;

- la ductilité et la déformation à rupture augmentent lorsque la teneur en eau augmente.

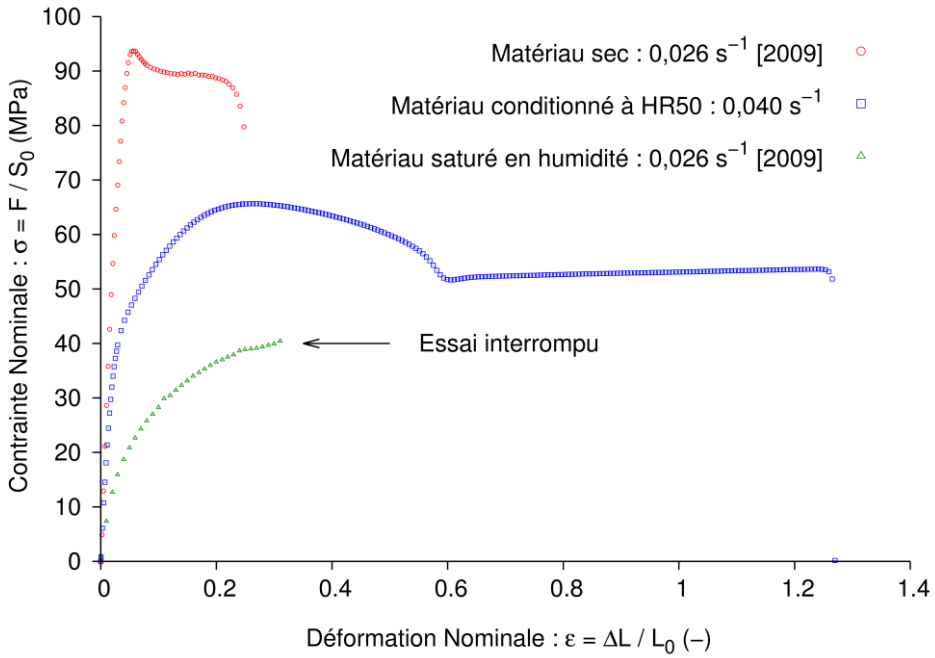


Figure 2. 3 *Influence de la prise en eau sur le comportement mécanique en traction monotone d'éprouvettes lisses.*

En revanche, la forme globale des courbes de traction est la même quelle que soit la teneur en eau du matériau. Elles sont caractérisées lorsque la déformation augmente par une augmentation de la contrainte jusqu'à une valeur maximale suivie d'une diminution, qualifiée de phase d'adoucissement, jusqu'à atteindre une valeur seuil qui correspond au plateau de contrainte. Cette forme particulière des courbes de traction est étroitement liée au phénomène de striction et à l'effet de structure qu'il provoque.

1.1.4. Phénomène de striction

Le suivi par caméra numérique des essais de traction monotone sur éprouvettes lisses et la synchronisation des clichés avec les données en force et en déplacement fournies par la machine de traction ont permis d'observer et de quantifier certaines grandeurs caractéristiques du phénomène de striction au cours de la déformation. Ce phénomène se caractérise par une réduction diamétrale localisée et parfois, dans les polymères semi-cristallins, par un blanchiment caractéristique du phénomène de cavitation [Lafarge, 2004] [Boisot, 2009]. Le lien entre ce phénomène macroscopique et structurel qu'est la striction et l'état de cavitation à l'échelle microscopique a été établi pour le polyamide 6 et pour le polypropylène [Laiarinandrasana et al., 2016]. Une partie de ces résultats publiés précédemment est présentée dans la suite de ce paragraphe.

La Figure 2.4 représente l'évolution de la forme d'une éprouvette initialement lisse au cours d'un essai de traction monotone mené à 0,012 s^{-1} pour le matériau conditionné à HR50. Avant le pic de contrainte, l'éprouvette reste lisse et les états de contrainte et de déformation peuvent toujours être considérés comme homogènes et uniaxiaux. À partir du pic de contrainte, la striction apparaît (cliché n°1). Il est difficile d'observer le début de ce phénomène à l'œil nu mais la diminution de contrainte nominale est une des conséquences de la réduction diamétrale localisée et accélérée qu'entraine la striction : il s'agit d'un effet de structure. Lors de la phase d'adoucissement, la striction se développe et un rayon de courbure apparaît (cliché n°2). Le rayon de courbure est minimal à la fin de cette phase d'adoucissement (cliché n°3). L'état de contrainte au sein de la zone strictionnée n'est alors plus homogène et uniaxial. Enfin, dès le début du plateau de contrainte, la zone de striction se déplace et la nouvelle zone cylindrique lisse s'allonge (Cliché n°4) jusqu'à rupture finale du matériau. Au centre de la zone strictionnée, l'état de contrainte est redevenu homogène puisque l'éprouvette est localement lisse.

Il est ensuite possible de quantifier le phénomène de striction et son évolution au cours de la déformation. Pour cela, 2 grandeurs caractéristiques de la zone strictionnée peuvent être définies (Figure 2.5) :

- le diamètre minimal de l'éprouvette noté Φ, permettant de définir la réduction diamétrale comme étant $\Delta\Phi / \Phi_0 = (\Phi-\Phi_0) / \Phi_0$;

- le rayon de courbure de la striction noté R_S.

Sur la Figure 2.6, la contrainte nominale et la réduction diamétrale sont représentées en fonction de la déformation nominale respectivement sur les axes des ordonnées de gauche et de droite. La réduction diamétrale présente un profil de type tangente hyperbolique. Avant le pic de contrainte, le diamètre de l'éprouvette diminue uniformément sur toute sa longueur, de manière linéaire et lente. À partir du pic de contrainte, le phénomène de striction débute et la déformation se localise. Le diamètre minimal de l'éprouvette se situe alors dans la zone strictionnée et la réduction diamétrale devient plus rapide. Enfin, à partir du début du plateau de contrainte, caractérisé par la déformation nominale ε_{DP}, la zone strictionnée s'allonge et la réduction diamétrale retrouve le même régime que celui observé avant la striction : le diamètre diminue lentement et de manière uniforme dans toute la zone strictionnée redevenue lisse localement.

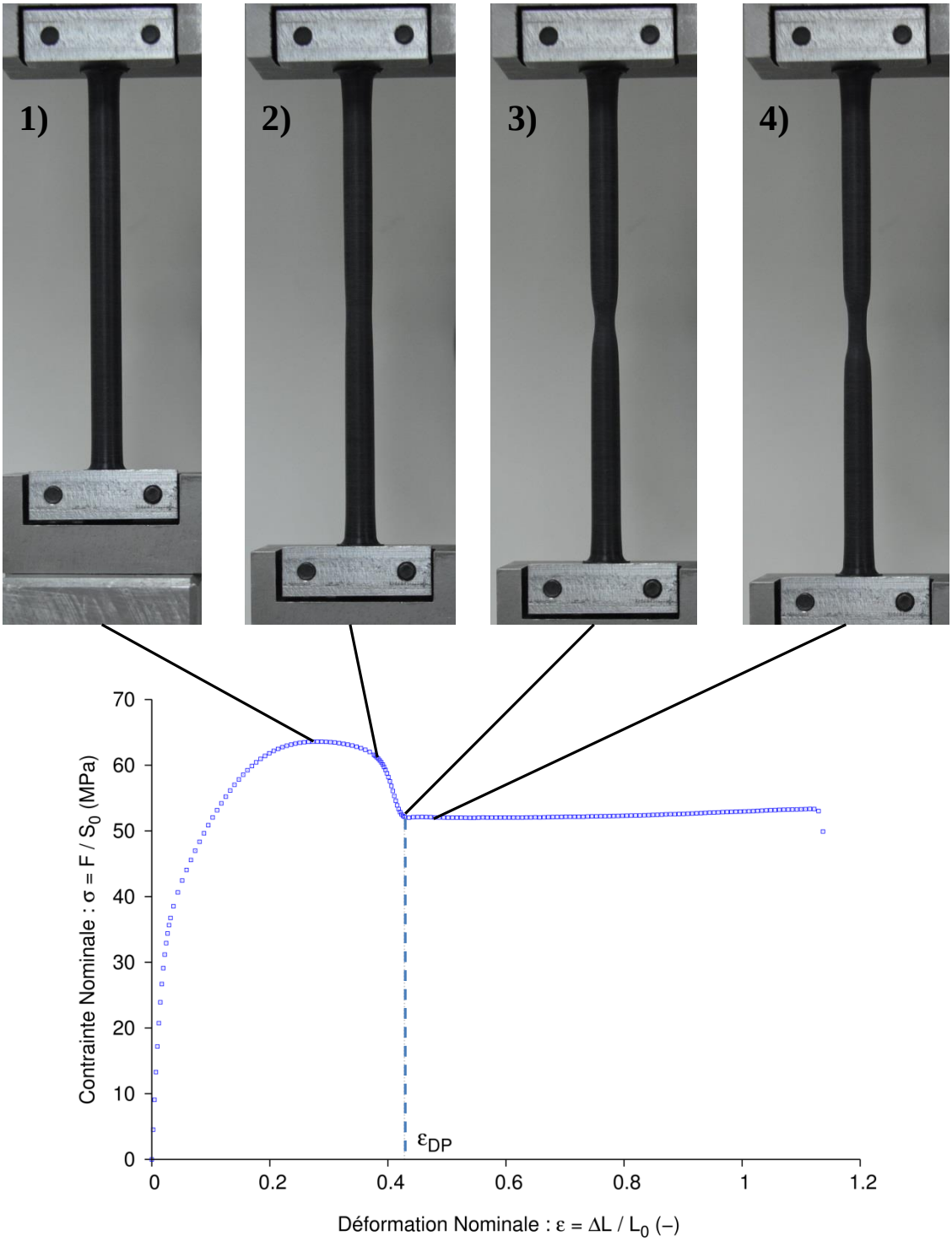


Figure 2. 4 *Phénomène de striction sur une éprouvette axisymétrique lisse au cours d'un essai de traction monotone.*

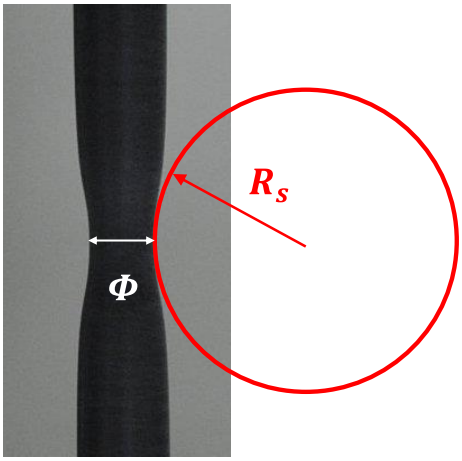
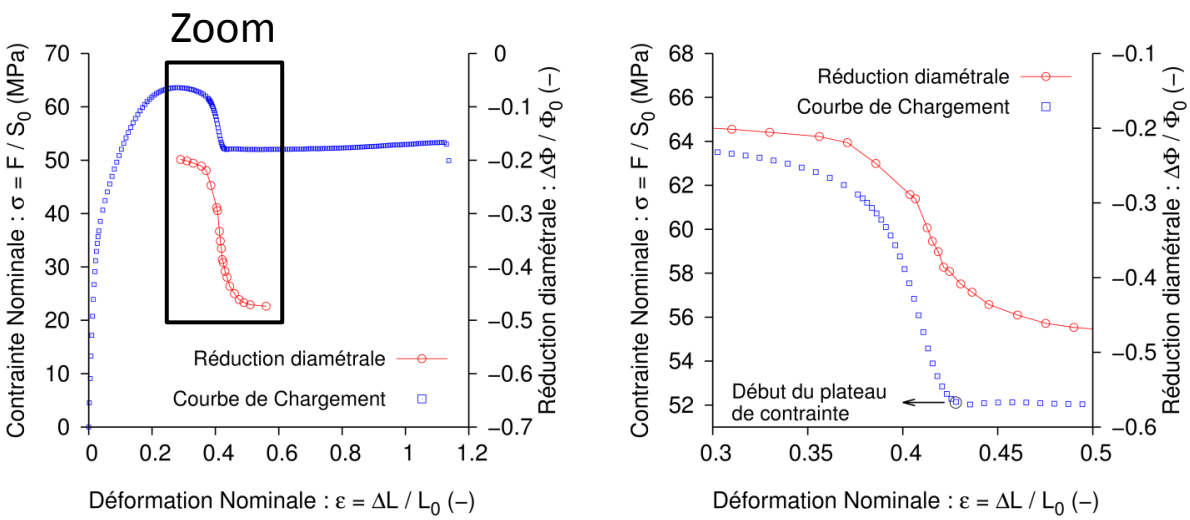


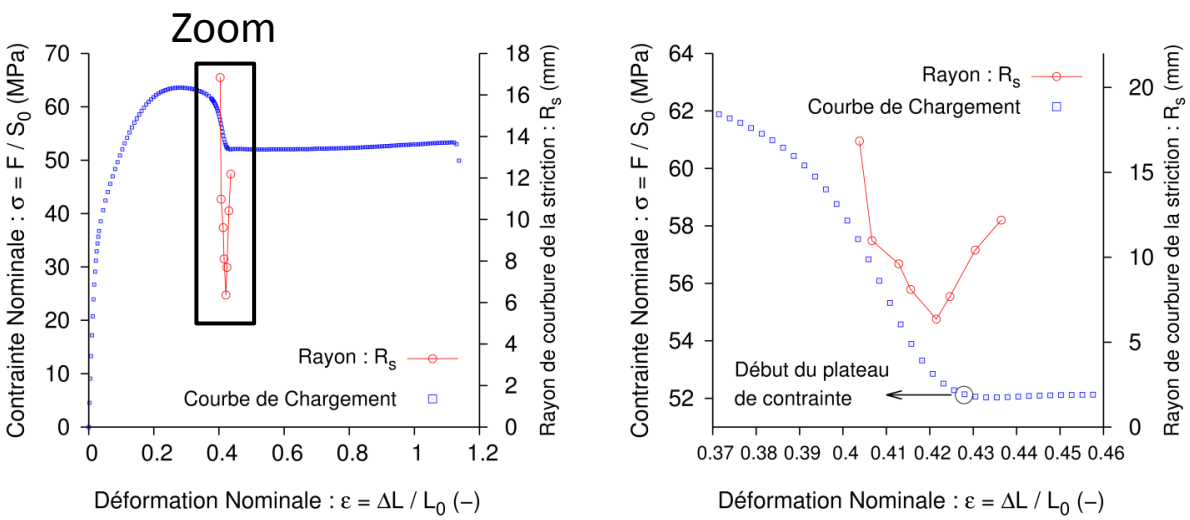
Figure 2. 5 *Définition du diamètre minimal de l'éprouvette Φ et du rayon de courbure de la striction R_S.*



a) Courbe globale **b)** Zoom

Figure 2. 6 *Evolution de la réduction diamétrale d'une éprouvette initialement lisse au cours d'un essai de traction monotone.*

De la même manière, l'évolution du rayon de courbure de la striction en fonction de la déformation nominale est superposée à celle de la contrainte nominale sur la Figure 2.7. Avant le pic de contrainte, le rayon de courbure de l'éprouvette lisse est infini. À partir du pic de contrainte, le phénomène de striction débute et le rayon de courbure de la striction devient fini et diminue. Il devient ensuite quantifiable, de l'ordre de 20 mm, et atteint sa valeur minimale au début du plateau viscoplastique. Enfin, lorsque la zone de striction se déplace, et que la réduction diamétrale retrouve son régime lent et linéaire, le rayon de courbure de la striction augmente jusqu'à atteindre à nouveau une valeur infinie, caractéristique du fait que l'éprouvette est redevenue lisse localement.



a) Courbe globale **b)** Zoom

Figure 2. 7 *Evolution du rayon de courbure de la striction d'une éprouvette initialement lisse au cours d'un essai de traction monotone.*

Le suivi par caméra numérique des essais de traction monotone sur éprouvettes lisses a été effectué pour les trois vitesses de déformation et chaque essai a été doublé. La Figure 2.8.a (respectivement la Figure 2.8.b) représente, pour ces 6 essais, l'évolution de la réduction diamétrale (respectivement du rayon de courbure de la striction) en fonction de la déformation nominale normalisée par la déformation au début du plateau viscoplastique ε_{DP}. Ainsi, la Figure 2.8.a permet de conclure que l'évolution du diamètre minimal de l'éprouvette ne dépend pas de la vitesse de déformation puisque les courbes présentent toutes le même profil et que la fin de la phase de réduction rapide du diamètre coïncide bien à chaque fois avec le début du plateau viscoplastique (caractérisé sur le graphique par la coordonnée $\varepsilon / \varepsilon_{DP} = 1$).

Du point de vue de l'évolution du rayon de courbure de la striction (Figure 2.8.b), toutes les courbes présentent le même profil en « V » et le rayon minimal est atteint aux environs du début du plateau viscoplastique. Cependant, la vitesse de déformation a une influence sur la valeur du rayon de courbure minimal atteint : plus la vitesse de déformation est élevée, plus le rayon de courbure minimal est faible. Il a été montré par ailleurs que la valeur de ce rayon minimal de striction diminue lorsque la teneur en eau du PA6 diminue mais que l'évolution de la réduction diamétrale n'était pas impactée [Laiarinandrasana et al., 2016].

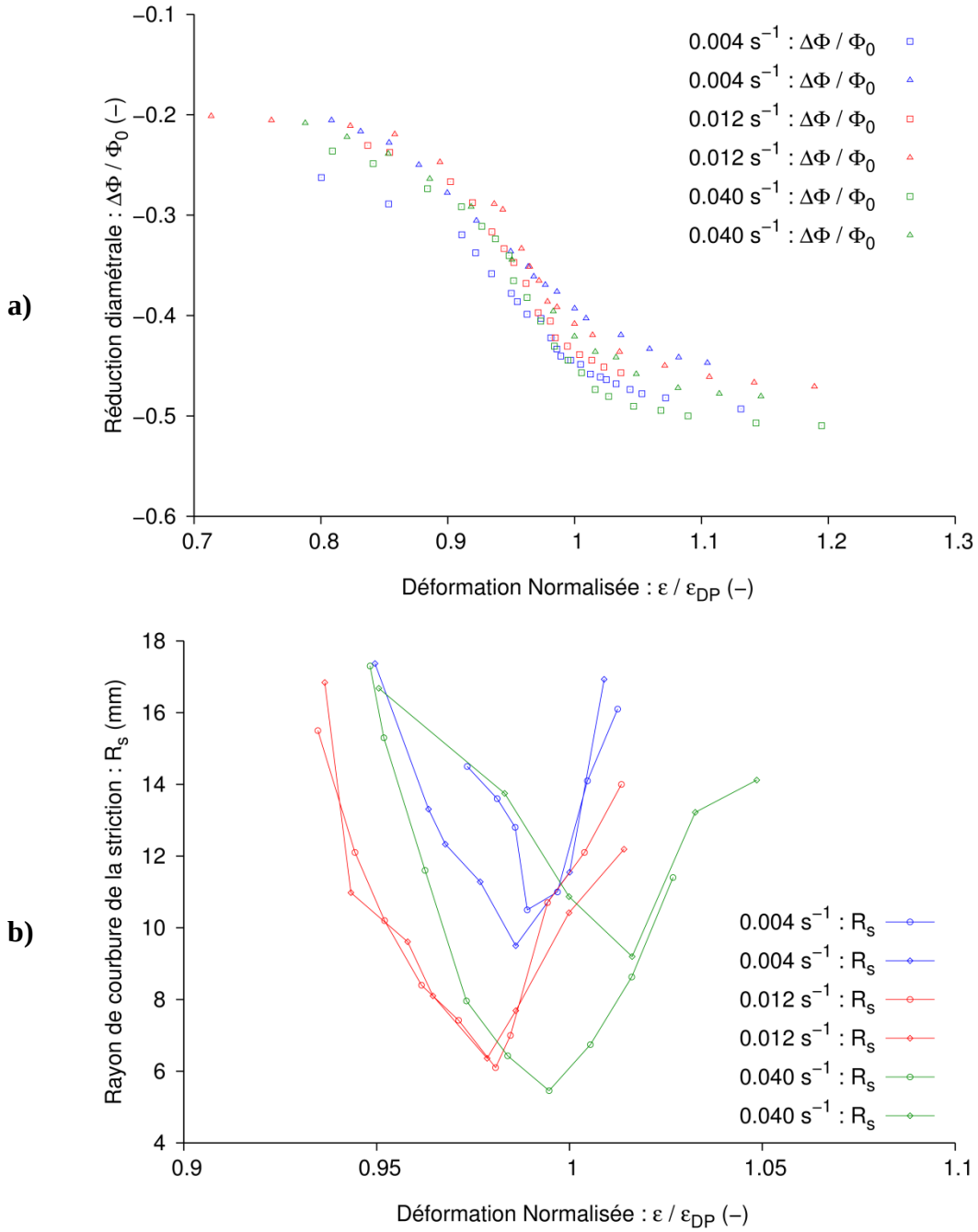


Figure 2. 8 *Influence de la vitesse de déformation sur l'évolution de la réduction diamétrale (a) et du rayon de courbure de la striction (b) d'une éprouvette initialement lisse déformée en traction monotone.*

1.2. Fluage

La géométrie des éprouvettes (axisymétriques lisses) ainsi que les conditions expérimentales sont les mêmes pour les campagnes de fluage et de traction monotone. Les résultats présentés dans la suite concernent le matériau conditionné à HR50.

1.2.1. Dépouillement d'un essai de fluage

Contrairement à un essai de traction monotone, le pilotage d'un essai de fluage se fait en force. En toute rigueur, un essai de fluage est un essai mené à contrainte vraie constante. Ici, les essais sont menés à force constante et seront appelés essais de fluage par abus de langage. La sollicitation est constituée de deux phases :

- une rampe de force à vitesse constante (ici la vitesse maximale atteignable par la machine de traction) jusqu'à atteindre la valeur de force souhaitée. Il s'agit de la phase de mise en charge. À la fin de cette phase, la longueur utile de l'éprouvette est notée L_1.

- la force est ensuite maintenue constante. Il s'agit de la phase de fluage, qui voit l'éprouvette se déformer. Le déplacement de fluage est donné par $\Delta L_f = L - L_1$ avec L la longueur utile totale de l'éprouvette. La déformation de fluage est définie par $\Delta L_f / L_1$.

La Figure 2.9 représente les résultats obtenus pour un essai mené à une contrainte nominale de 56,4 MPa. Sur la Figure 2.9.a, l'évolution de la déformation de fluage est représentée en fonction du temps de fluage tandis que sur la Figure 2.9.b, c'est l'évolution de la vitesse de déformation de fluage qui est représentée en fonction du temps de fluage. Ces courbes sont caractéristiques du comportement des polymères semi-cristallins en fluage. Les trois stades classiques du fluage peuvent être clairement identifiés :

- le stade de fluage primaire au cours duquel la vitesse de déformation de fluage diminue rapidement avec le temps ;

- le stade de fluage secondaire lorsque la vitesse de déformation a atteint une valeur quasi-constante et minimale ;

- le stade de fluage tertiaire qui correspond à une augmentation rapide de la vitesse de déformation jusqu'à la rupture finale. Cependant, la plupart des essais n'ont pas pu être menés jusqu'à rupture, la course de la machine n'étant pas suffisante. Le stade de fluage tertiaire n'a donc pas été atteint lors de tous les essais.

Ces différents stades de fluage ont aussi été observés par Regrain lorsque le PA6 sec ou saturé en humidité a été sollicité en fluage [Regrain, 2009] et cette forme particulière des courbes de fluage est obtenue quelle que soit la teneur en eau du matériau.

1.2.2. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps et de la contrainte

Les essais de fluage lors de cette étude ont été menés pour des contraintes nominales comprises entre 34,5 et 59,2 MPa. Pour chaque niveau de contrainte, la courbe représentant l'évolution de vitesse de déformation de fluage en fonction du temps est tracée sur un même graphique dont les axes sont donnés en échelle logarithmique (Figure 2.10). Ainsi la vitesse minimale de déformation de fluage, définie sur la Figure 2.9.b pour l'essai mené à 56,4 MPa, est connue pour chacun des essais. Elle correspond dans le cas des éprouvettes lisses à la valeur de la vitesse lorsque son évolution est

stabilisée au cours de la phase de fluage secondaire et permet d'étudier le fluage secondaire à partir de lois analytiques [Regrain, 2009]. De plus, cette vitesse minimale de déformation de fluage est caractéristique de la phase de fluage secondaire qui est la phase considérée comme étant liée au comportement mécanique du matériau alors que la phase tertiaire résulte plutôt d'un effet de structure lié au phénomène de striction.

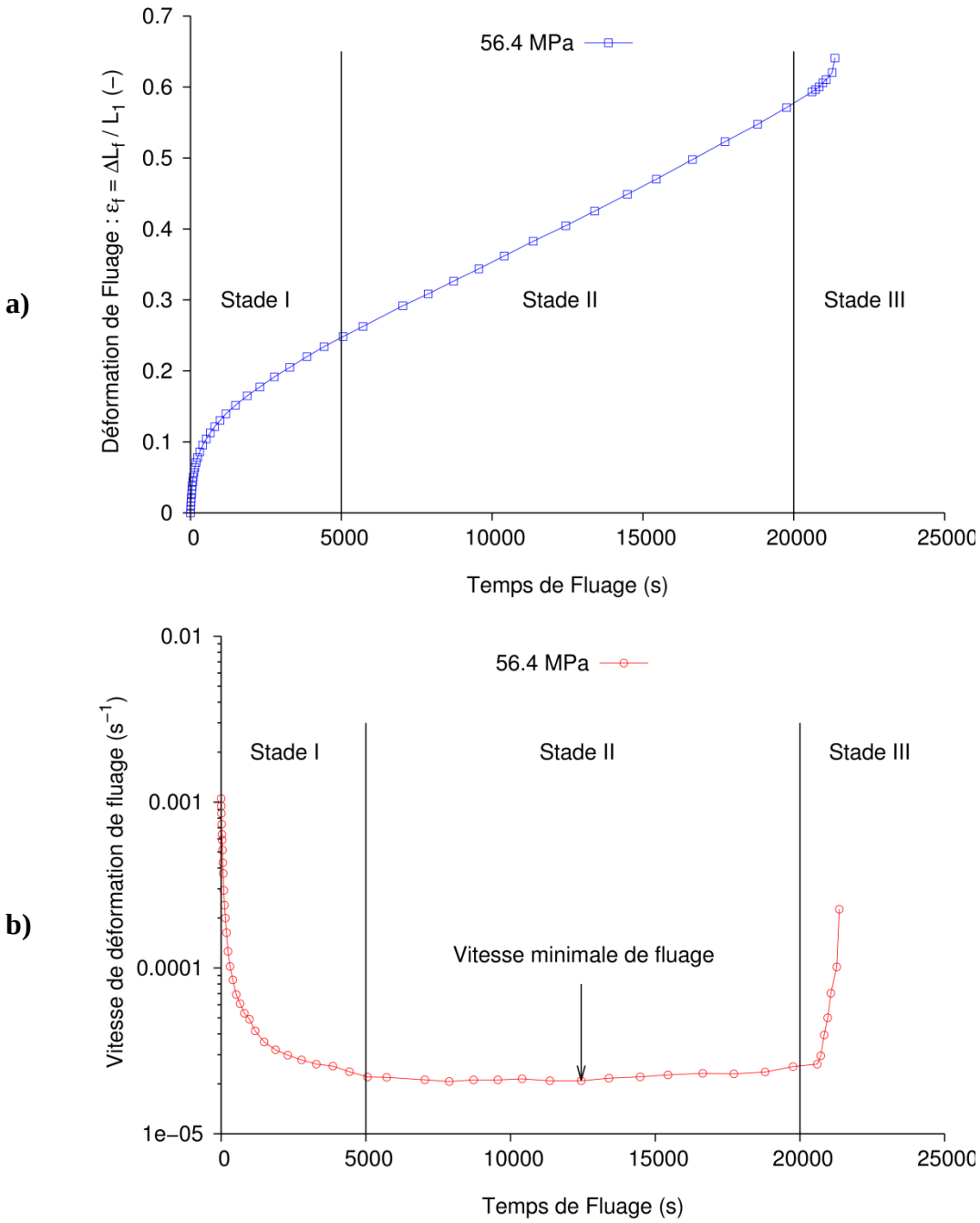


Figure 2. 9 *Essai de fluage mené à 56,4 MPa. Évolution de la déformation de fluage (a) et de la vitesse de déformation de fluage (b) en fonction du temps. Eprouvette lisse.*

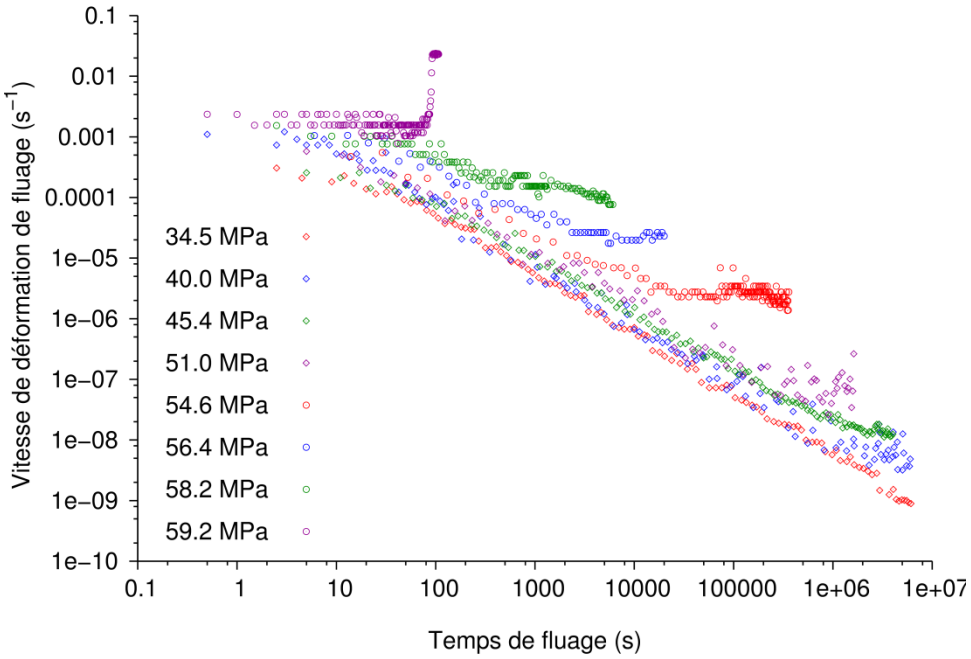


Figure 2. 10 *Évolution de la vitesse de déformation de fluage en fonction du temps pour différents niveaux de contrainte. Eprouvettes lisses.*

Les résultats en termes de vitesse minimale de déformation de fluage pour l'ensemble des essais menés dans cette campagne sont donnés dans le Tableau 2.1.

Contrainte appliquée (MPa)	Vitesse minimale de déformation de fluage (s^{-1})
59,8	7,84 E-04
58,2	6,37 E-05
56,4	8,74 E-06
54,6	1,24 E-06
51	2,63 E-08
45,5	1,02 E-08
40	3,19 E-09
34,5	8,94 E-10

Tableau 2. 1 *Vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée. Eprouvettes lisses.*

Il est possible de représenter les résultats du Tableau 2.1 dans un diagramme logarithmique (Figure 2.11). Cette représentation logarithmique permet de mettre en évidence deux régimes linéaires différents, l'un aux hautes contraintes (supérieures à 51 MPa) et l'autre aux basses contraintes (inférieures à 51 MPa). L'évolution de la vitesse minimale de déformation de fluage, notée $\dot{\varepsilon}_{min}$, peut donc être modélisée pour chacun des deux régimes par une loi de type puissance, fonction de la contrainte appliquée. Cette loi est appelée loi de Norton du fluage secondaire et est définie par :

$$\dot{\varepsilon}_{min} = B_2 \times \sigma^{n_2} \tag{2.1}$$

Les paramètres de cette loi analytique (B_2 et n_2) sont des coefficients matériaux et ont été identifiés pour chacun des deux régimes. Ils ont permis le tracé des deux portions de droite sur la Figure 2.11 et sont donnés dans le Tableau 2.2.

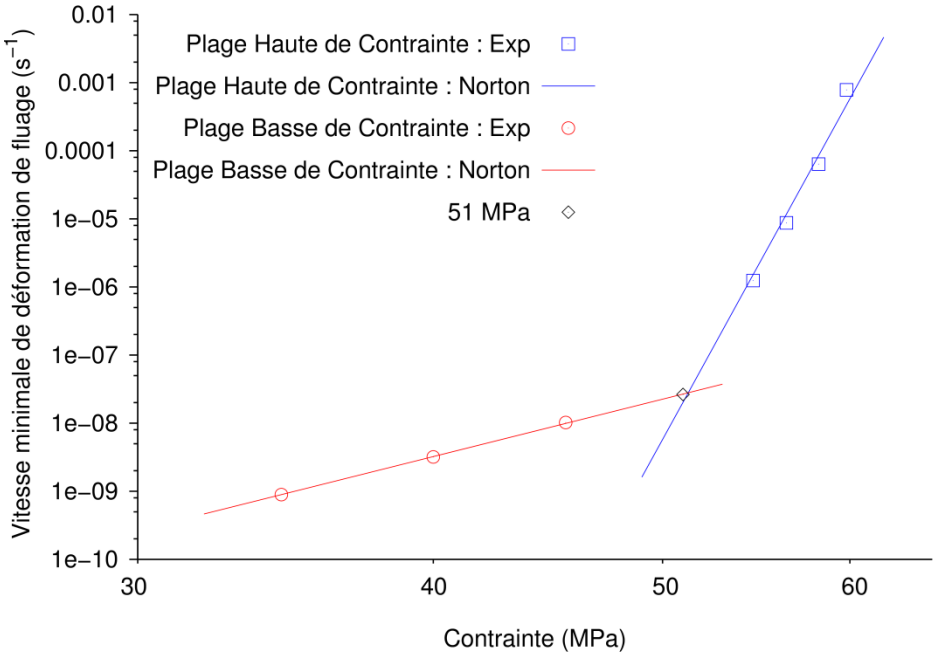


Figure 2. 11 *Vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée. Eprouvettes lisses.*

1.2.3. Influence de la prise en eau

La même procédure expérimentale pour les matériaux sec et saturé en humidité a été suivie par Regrain dans le cadre de sa thèse [Regrain, 2009]. La Figure 2.12 représente sur un même diagramme logarithmique l'évolution de la vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour les 3 teneurs en eau différentes (matériau sec, conditionné à HR50 et saturé en humidité). Les résultats concernant le matériau saturé en humidité sont donnés à titre indicatif et ne seront pas commentés. En effet, la procédure expérimentale, notamment le fait d'assurer une teneur en eau constante et à saturation tout au long des essais, a été difficile à mettre en place, ce qui remet en question la pertinence des résultats obtenus.

	Matériau Sec		Matériau conditionné à HR50	
	$\sigma > 70$ MPa	$\sigma < 70$ MPa	$\sigma > 51$ MPa	$\sigma < 51$ MPa
B_2	7,82 E-75	7,06 E-16	2,48 E-116	3,75 E-23
n_2	36,5	4,53	63,2	8,70
σ_{seuil} (MPa)	70		51	
σ_{max} (MPa)	94		65	
$\sigma_{seuil} / \sigma_{max}$	0,75		0,78	

Tableau 2. 2 *Paramètres de la loi de Norton du fluage secondaire pour les deux régimes linéaires. Éprouvettes lisses.*

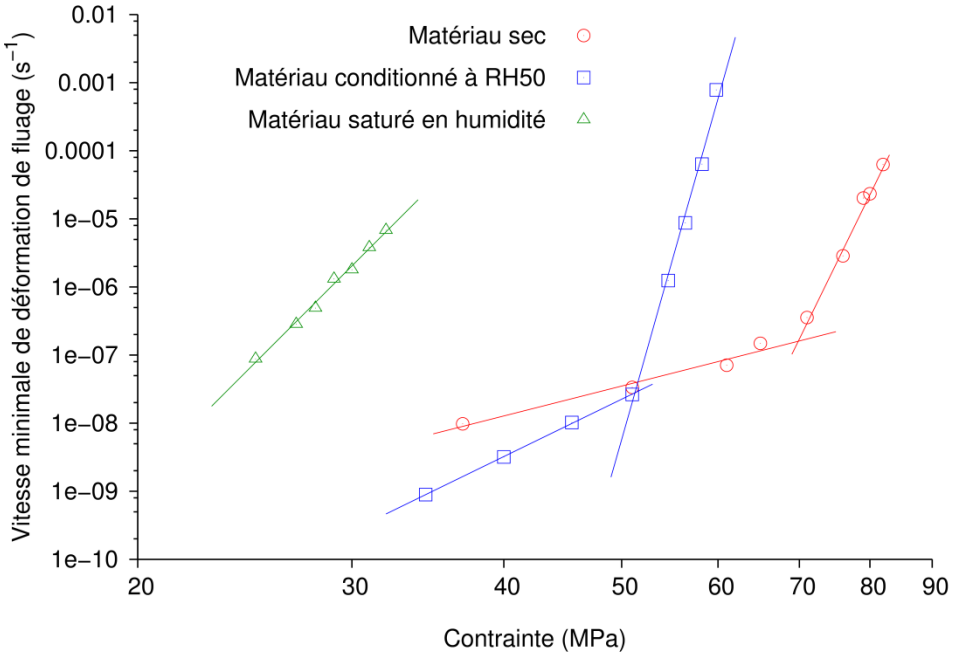


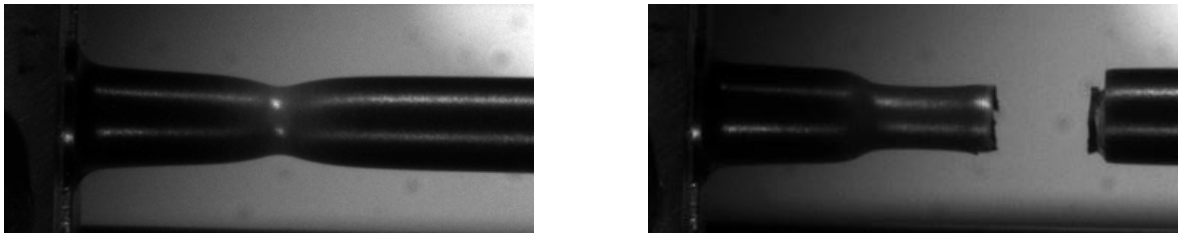
Figure 2. 12 *Vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour les 3 teneurs en eau considérées. Eprouvettes lisses.*

Pour le matériau sec, l'évolution de la vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée peut aussi être représentée par deux régimes de loi de Norton. Les paramètres de cette loi sont aussi donnés dans le Tableau 2.2 pour le matériau sec, et il est possible de remarquer que, pour les deux régimes, le coefficient n_2 est plus faible dans le cas du matériau sec que dans le cas du matériau conditionné à HR50. Par ailleurs, il est intéressant de noter que la contrainte seuil σ_{seuil} qui délimite les deux régimes (respectivement 51 et 70 MPa pour les matériaux conditionné à HR50 et sec) vaut à peu près 75% de la valeur de la contrainte nominale maximale atteinte en traction monotone (σ_{max}) dans les deux cas (Tableau 2.2).

Enfin, cette bilinéarité de la représentation de Norton du fluage secondaire a également été mise en évidence par Devilliers dans son travail de thèse sur le comportement en fluage d'un matériau PEHD [Devilliers, 2011]. Ces résultats remettent donc en cause la pratique expérimentale qui consiste en l'accélération du fluage lors des essais en laboratoire en travaillant à des contraintes élevées. En effet, les structures industrielles sont soumises à des sollicitations de fluage à faible contrainte et donc à temps très longs. Leur comportement ne peut donc pas être caractérisé à partir de l'extrapolation des résultats d'essais de fluage aux temps courts réalisés en laboratoire du fait de cette bilinéarité.

1.2.4. Phénomène de striction

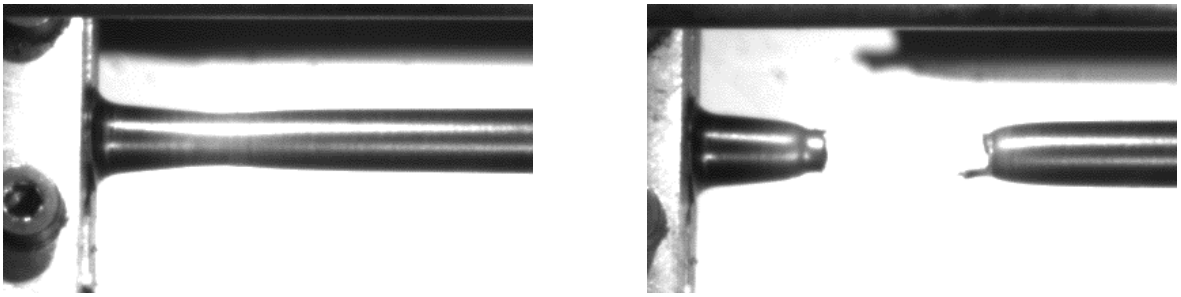
Un phénomène de striction, similaire à celui observé en traction monotone, a été mis en évidence lors des essais de fluage sur éprouvettes conditionnées à HR50. La striction apparaît lors du passage du fluage secondaire au fluage tertiaire. Le fluage tertiaire est donc un fluage de structure : la striction provoque une diminution accélérée de la section de l'éprouvette, mais la force étant maintenue constante, la déformation augmente rapidement jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le suivi par caméra numérique des essais de fluage de cette campagne n'a pas été effectué car le fluage tertiaire n'était pas systématiquement atteint. Par ailleurs, le stade de fluage tertiaire est très court en temps par rapport à l'essai de fluage complet et il est difficile d'obtenir des clichés de cette phase. Ce suivi a été effectué par Regrain au cours de sa thèse [Regrain, 2009] pour le matériau sec. La Figure 2.13 met en évidence une éprouvette strictionnée au cours d'un essai traction monotone (Figure 2.13.a) et la même éprouvette juste après la rupture (Figure 2.13.b).



a) **b)**

Figure 2. 13 *Phénomène de striction sur une éprouvette lisse déformée en traction monotone. (a) Pendant l'adoucissement (b) Juste après la rupture. Matériau sec.*

La Figure 2.14 met en évidence une éprouvette qui commence à strictionner au cours d'un essai de fluage (Figure 2.14.a), cet instant correspondant au début du stade de fluage tertiaire, et la même éprouvette juste après la rupture (Figure 2.14.b). Les Figures 2.13 et 2.14 permettent donc d'établir un parallèle entre le comportement des éprouvettes lisses en traction monotone et en fluage : le phénomène de striction apparaît au pic de contrainte en traction monotone et à la fin du stade de fluage secondaire en fluage. Ensuite, la zone strictionnée s'allonge jusqu'à rupture finale de l'éprouvette. Finalement il y a équivalence mécanique entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin du stade de fluage secondaire en fluage. À partir de ce moment, l'état de contrainte dans l'éprouvette n'est plus homogène et devient hétérogène et multiaxial. De plus, l'adoucissement mécanique en traction monotone et le stade de fluage tertiaire en fluage peuvent être considérés comme des effets de structure engendrés par la formation de la striction.



a) **b)**

Figure 2. 14 *Phénomène de striction sur une éprouvette lisse déformée en fluage. (a) Au début du stade de fluage tertiaire (b) Juste après la rupture. Matériau sec.*

1.3. Fatigue

La durée de vie et le comportement mécanique à long terme d'éprouvettes lisses soumises à des efforts statiques ont été étudiés et caractérisés dans la section précédente grâce aux essais de fluage. Cependant, de nombreuses pièces en service peuvent aussi subir des chargements répétés de type cyclique. La prédiction de la durée de vie de ces pièces ou plus largement de certaines structures et la compréhension du comportement à rupture représentent les principaux objectifs des campagnes d'essais de fatigue. Ainsi les résultats concernant la caractérisation de la tenue en fatigue d'éprouvettes lisses en PA6 conditionnées à HR50 sont présentés dans cette section.

1.3.1. Conditions expérimentales et chargement cyclique

L'étude de la tenue en fatigue et du comportement d'éprouvettes soumises à un chargement cyclique peut se faire de plusieurs manières. La fatigue vibratoire qui correspond à des sollicitations de faible ampleur et des fréquences assez élevées ou la fatigue oligocyclique qui correspond aux domaines des faibles fréquences et niveaux de sollicitations élevés visent à étudier l'effet de l'amplitude et de la valeur moyenne du chargement sur la durée de vie. Il est aussi possible d'étudier l'effet de la multiaxialité du chargement (traction / flexion / torsion / compression, éprouvettes entaillées…) [Berrehili, 2010].

Dans le cadre de cette étude, les essais ont été menés à force imposée, ce qui correspond au mode d'étude le plus couramment utilisé car les structures industrielles sollicitées en fatigue sont majoritairement soumises à des efforts plutôt qu'à des déplacements. Le chargement de fatigue à force imposée (et donc à contrainte nominale imposée), peut être caractérisé par les paramètres définis sur la Figure 2.15 [Hénaff et Morel, 2005]. L'amplitude de contrainte cyclique σ_a et la contrainte moyenne σ_m sont définies par les équations suivantes :

$$\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) / 2 \quad \text{et} \quad \sigma_m = (\sigma_{max} + \sigma_{min}) / 2 \qquad (2.2)$$

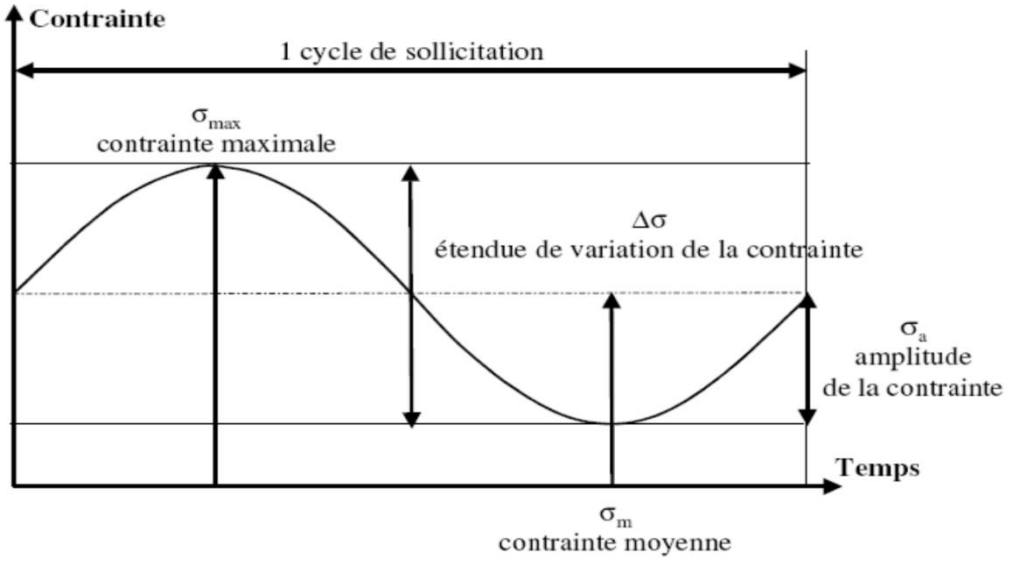


Figure 2. 15 *Paramètres de sollicitation en fatigue à force imposée* [Hénaff et Morel, 2005].

À partir de ces paramètres, le rapport de charge R est défini par $R = \sigma_{min} / \sigma_{max}$. Ce paramètre permet notamment de classifier les sollicitations : les contraintes sont dites alternées symétriques si $R = -1$, alternées asymétriques si $-1 < R < 0$, répétées si $R = 0$ et ondulées si $R > 0$ [Hénaff et Morel, 2005].

La campagne d'essais de fatigue dont les résultats sont présentés dans la suite a été menée aux Arts et Métiers ParisTech de Bordeaux. Ces essais de fatigue en traction uniaxiale ont été effectués sur des éprouvettes lisses dont la géométrie diffère légèrement de celle utilisée en traction monotone et en fluage (Figure 2.16). Ces éprouvettes sont qualifiées de quasi-lisses car une réduction de section est usinée au centre de l'éprouvette. En effet, les éprouvettes totalement lisses sont très rarement utilisées pour les campagnes de fatigue car elles conduisent à une rupture systématique dans les mors. La section nette initiale de l'éprouvette est notée S_0 et est caractérisée par un diamètre de 5,6 mm. La réduction de section est caractérisée par un rayon de fond d'entaille de 200 mm. Ce rayon de fond d'entaille étant très grand, l'état de contrainte au centre de l'éprouvette au cours de l'essai (jusqu'à la formation d'une supposée striction) peut être raisonnablement considéré comme homogène et uniaxial ($K_T < 1{,}07$). Enfin, la zone utile entre les mors de la machine est caractérisée par une longueur initiale L_0 de 55 mm.

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine de traction uniaxiale BOSE de type électro-magnétique. Le rapport de charge a été fixé à 0,1 pour tous les essais de la campagne et la force imposée variait de manière sinusoïdale au cours du temps avec une fréquence constante tout au long de l'essai. Un système de refroidissement par air comprimé a été mis en place afin de limiter l'échauffement de l'éprouvette au cours des essais. Cet échauffement a par ailleurs été suivi par caméra thermique et la fréquence de chaque essai (entre 2 et 4 Hz) a été choisie de sorte que l'échauffement de l'éprouvette ne soit pas supérieur à 2°C au cours de l'essai. La limitation de l'échauffement permet de limiter les phénomènes de rupture en fatigue induits par une élévation excessive de la température (fatigue thermique [Lesser, 1995]) pour favoriser un régime de fatigue dit « mécanique ». Alors les gammes de durées de vie visées sont de 100 000 à 1 000 000 de cycles.

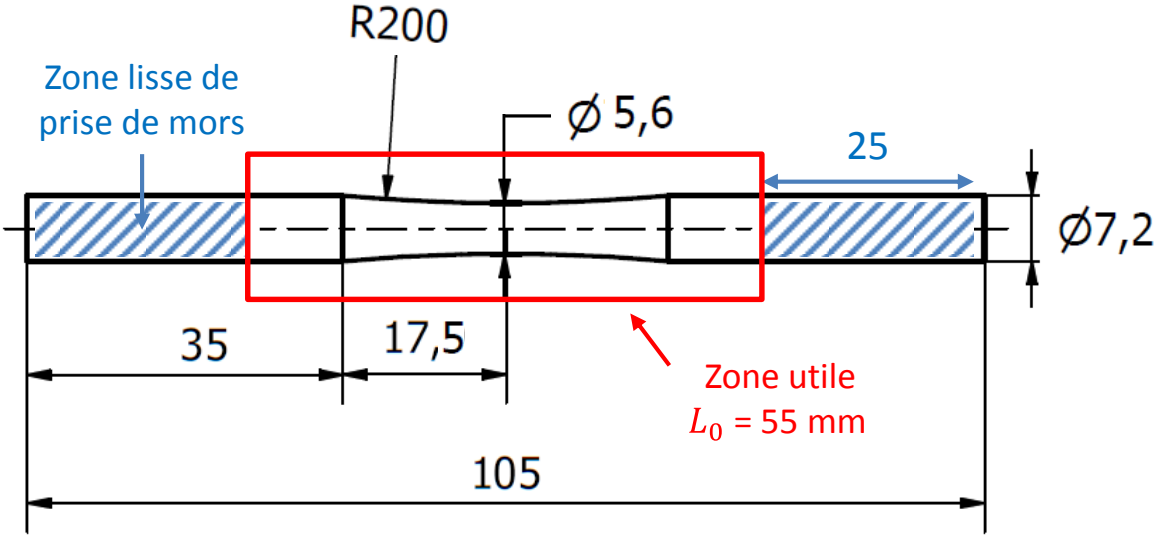


Figure 2. 16 *Géométrie des éprouvettes axisymétriques quasi-lisses de fatigue (dimensions données en mm).*

1.3.2. Durée de vie – Courbe de Wöhler

De la même manière que pour la campagne d'essais de fluage sur éprouvettes lisses, la plage de contrainte étudiée est assez restreinte et chaque essai est caractérisé par la valeur de la contrainte nominale maximale imposée (σ_{max}). Une manière classique de représenter les données d'essais de fatigue est la courbe de Wöhler, ou courbe de tenue en fatigue (Figure 2.17).

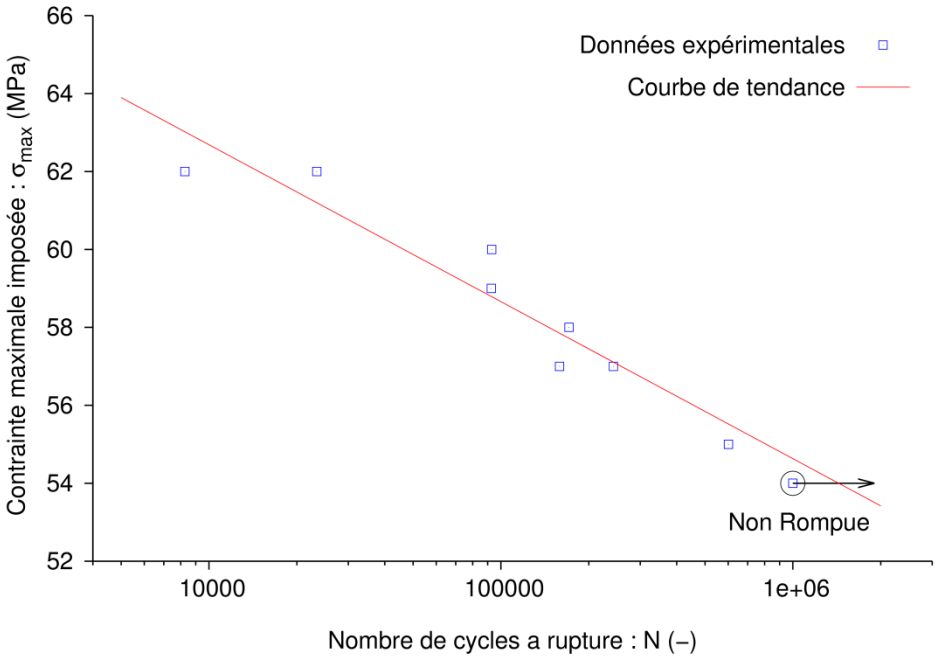


Figure 2. 17 *Courbe de Wöhler – Tenue en fatigue d'éprouvettes quasi-lisses de PA6 conditionnées à HR50, R = 0,1 et f = 2 – 4 Hz.*

Sur un même diagramme semi-logarithmique, la contrainte maximale imposée est représentée en fonction du nombre de cycles à rupture pour chaque essai. Il est généralement possible d'identifier sur une telle courbe une « limite d'endurance » qui se définit comme le niveau de contrainte en dessous duquel l'éprouvette résistera indéfiniment aux sollicitations cycliques sans rompre. Ce régime n'a pas été atteint lors de cette campagne puisque sur le diagramme représenté en Figure 2.17, aucune asymptote horizontale aux grands nombres de cycles n'a été identifiée. Du point de vue expérimental, il est souvent difficile d'identifier une telle grandeur car le temps pratique des essais est limité. Une limite conventionnelle d'endurance peut alors être définie, en fonction du problème traité, et correspond à la valeur de contrainte qui ne conduit pas à la rupture avant un nombre de cycles fixé [Berrehili, 2010] (par exemple ici 10^6 cycles). Plusieurs expressions mathématiques permettent de représenter les données expérimentales correspondant au domaine d'endurance limitée comme celle historique de Wöhler [Wöhler, 1870] ou celle de Basquin proposée en 1910. Le domaine d'endurance limitée est alors assimilé à une droite dans un diagramme semi-logarithmique. Cette relation est assez bien vérifiée dans le cas des résultats présentés dans cette section qui sont par ailleurs récapitulés dans le Tableau 2.3. Les essais ayant été effectués à des fréquences différentes et comprises entre 2 et 4 Hz, il est aussi possible de conclure que cette légère variation de fréquence des essais, pourvu que l'échauffement soit limité à quelques degrés, n'a pas d'influence sur la tenue en fatigue du matériau sur la plage de contraintes étudiée.

Contrainte maximale imposée (MPa)	**Nombre de cycles à rupture (-)**	**Fréquence (Hz)**	**Temps à rupture (s)**
62	8 265	2	4 132
62	23 389	2	11 694
60	92 920	2	46 460
59	92 604	3	30 868
58	171 113	2	85 556
57	242 717	3	80 905
57	158 811	4	39 702
55	601 266	2	300 633
54	> 1 000 000	4	> 250 000

Tableau 2. 3 *Données expérimentales de tenue en fatigue. Eprouvettes quasi-lisses.*

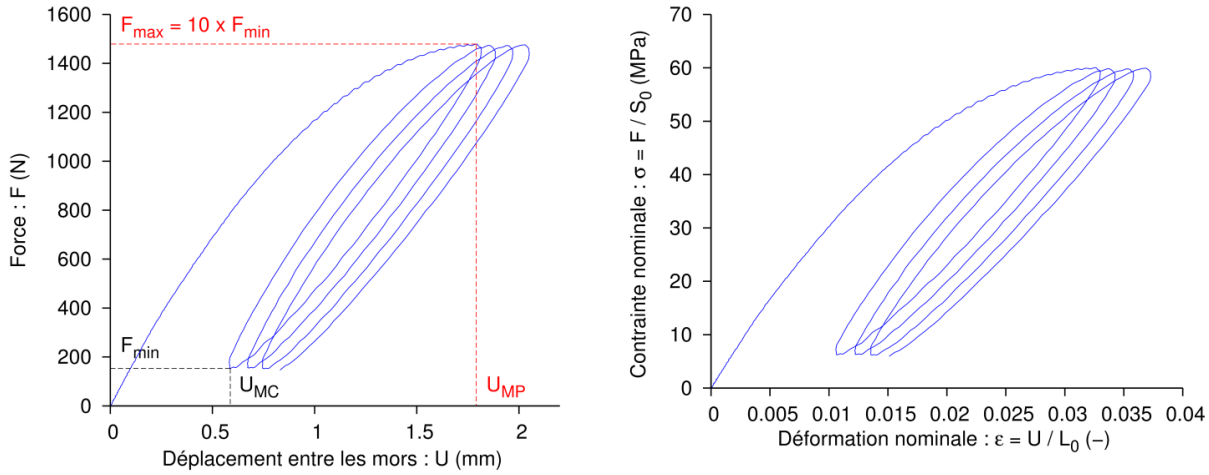
1.3.3. Fluage cyclique

1.3.3.1. Principe de dépouillement

Lors de la sollicitation cyclique et sinusoïdale à force imposée, l'éprouvette se déforme et le déplacement entre les mors de la machine, noté U, est enregistré. La Figure 2.18.a représente l'évolution de la force en fonction du déplacement au cours des premiers cycles de chargement. Le rapport de charge R étant fixé à 0,1, la force minimale (F_{min}) est atteinte aux creux de chargement et est égale à 10% de la force maximale (F_{max}) qui est atteinte aux pics de chargement. Il est aussi

possible de définir le déplacement de mise en charge aux pics, noté U_{MP}, (respectivement le déplacement de mise en charge aux creux, noté U_{MC}) comme étant le déplacement atteint au premier pic de force (respectivement le déplacement atteint au premier creux de force).

Par ailleurs, la déformation nominale totale de l'éprouvette au cours de l'essai ε est défini par $\varepsilon = U / L_0$, L_0 étant la longueur de jauge de l'éprouvette (Figure 2.16) et la contrainte nominale σ est définie classiquement par le rapport entre la force F et la section initiale de l'éprouvette S_0 comme vu précédemment. L'évolution de la contrainte nominale avec la déformation nominale au cours des premiers cycles de chargement est représentée sur la Figure 2.18.b.



a) **b)**

Figure 2. 18 *Réponse mécanique d'une éprouvette quasi-lisse sollicitée en fatigue lors des premiers cycles de chargement.*

La définition de ces grandeurs mécaniques permet de traiter les résultats obtenus en fatigue à la manière de ceux obtenus en fluage : il convient alors de parler de fluage cyclique. La consigne de force étant connue, la grandeur mécanique à suivre au cours du chargement cyclique est le déplacement (ou de manière équivalente la déformation nominale), comme lors d'un essai de fluage. Comme présenté dans la Figure 2.18, les points caractéristiques de la réponse mécanique en fatigue sont les pics et les creux de déplacement : le déplacement aux pics est noté U_P et le déplacement aux creux est noté U_C. De manière similaire au dépouillement des essais de fluage, les déplacements de fluage cyclique aux pics et aux creux (notés respectivement ΔU_{fcp} et ΔU_{fcc}) sont définis en soustrayant au déplacement aux pics ou aux creux le déplacement de mise en charge correspondant comme suit :

$$\Delta U_{fcp} = U_P - U_{MP} \quad \text{et} \quad \Delta U_{fcc} = U_P - U_{MC} \tag{2.3}$$

Les longueurs de jauge du fluage cyclique aux pics et aux creux (notées respectivement L_P et L_C) sont définies comme étant les longueurs de l'éprouvette lorsque le premier pic ou le premier creux sont atteints :

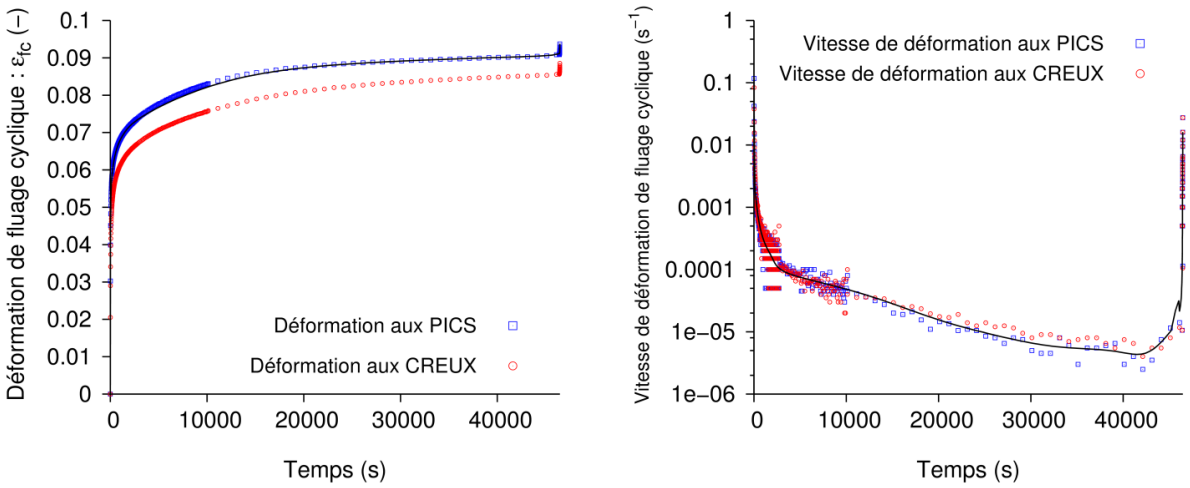
$$L_P = L_0 + U_{MP} \quad \text{et} \quad L_C = L_0 + U_{MC} \tag{2.4}$$

Enfin, les déformations de fluage cyclique aux pics et aux creux (notées respectivement ε_{fcp} et ε_{fcc}) sont définies comme suit :

$$\varepsilon_{fcp} = \Delta U_{fcp} / L_P \quad \text{et} \quad \varepsilon_{fcc} = \Delta U_{fcc} / L_C \tag{2.5}$$

1.3.3.2. Courbes de chargement de fluage cyclique

La Figure 2.19 représente les évolutions des déformations de fluage cyclique aux pics et aux creux au cours du temps ainsi que celles des vitesses de déformations de fluage cyclique aux pics et aux creux pour un essai de fatigue mené à une contrainte nominale maximale de 60 MPa.



a) **b)**

Figure 2. 19 *Evolution de la déformation (a) et de la vitesse de déformation (b) de fluage cyclique aux pics (bleu) et aux creux (rouge) au cours du temps. Essai de fatigue sur éprouvette quasi-lisse mené à 60 MPa.*

Le terme de fluage cyclique se justifie ici pleinement puisque les trois stades classiques du fluage peuvent être identifiés, que ce soit pour les courbes définies aux pics ou aux creux de chargement. Au début de l'essai, et donc au cours des premiers cycles, la vitesse de déformation de fluage cyclique diminue rapidement, c'est le stade primaire. Ensuite, la vitesse de déformation se stabilise presque et atteint une valeur minimale : il s'agit du stade secondaire. Enfin, la vitesse de déformation augmente rapidement et la rupture de l'éprouvette intervient de manière brutale. On parle alors de stade tertiaire. Le comportement mécanique de fluage cyclique au cours du temps est le même aux pics et aux creux de chargement et les courbes en vitesse de déformation se superposent parfaitement. Par ailleurs, il est important de noter que la vitesse de déformation n'est pas constante au cours du stade secondaire comme en fluage. Après sa diminution rapide pendant le stade primaire, la vitesse de déformation continue de diminuer légèrement pendant le stade secondaire jusqu'à atteindre sa valeur minimale. C'est à ce moment-là que le stade tertiaire débute et que la vitesse de déformation augmente rapidement pour mener à la rupture rapide de l'éprouvette. La vitesse minimale ainsi définie est donc atteinte du fait du déclenchement de la localisation.

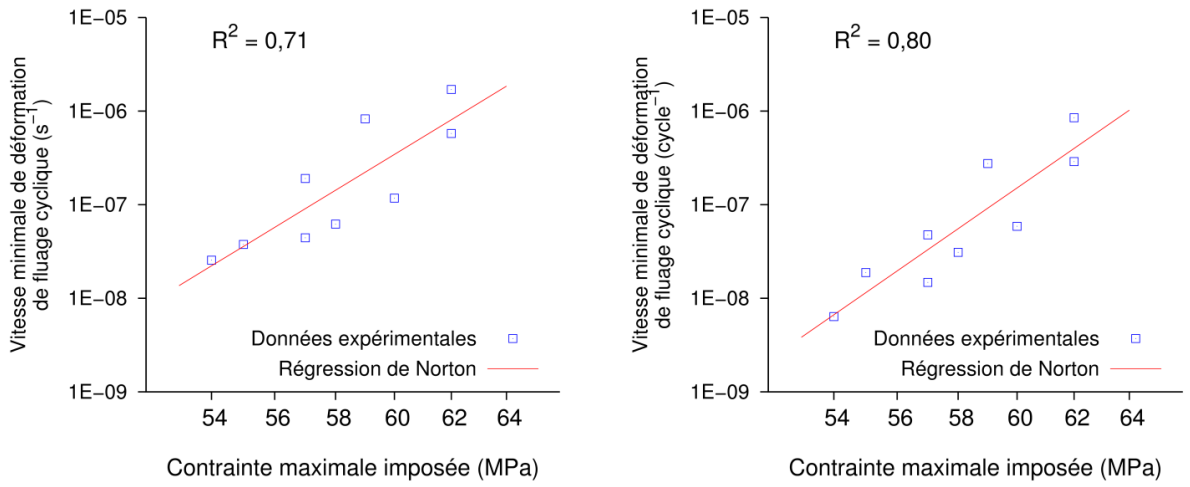
1.3.3.3. Représentation de Norton du fluage cyclique

La représentation des courbes de chargement proposée sur la Figure 2.19 permet de définir, pour chacun des essais de fatigue, une vitesse minimale de déformation de fluage cyclique (qui est la même que l'on considère l'évolution aux pics ou aux creux). Par ailleurs, il est possible de comparer les résultats obtenus en termes d'évolution temporelle et d'évolution par nombre de cycles. Ainsi, deux vitesses minimales de déformation sont définies : une en s^{-1} et l'autre en $cycle^{-1}$. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le Tableau 2.4. La Figure 2.20 représente dans un diagramme logarithmique l'évolution de ces vitesses de déformation de fluage cyclique en fonction de la contrainte nominale maximale appliquée au cours de l'essai. Il s'agit du même type de représentation que celle proposée pour le fluage et qui permet de définir les paramètres de Norton du fluage secondaire.

La corrélation entre les données expérimentales et la représentation linéaire de Norton dans le diagramme logarithmique est meilleure lorsque la vitesse de déformation de fluage cyclique est définie en $cycle^{-1}$ (0,80 contre 0,71 lorsque la vitesse de déformation de fluage cyclique est considérée en s^{-1}). Le paramètre pertinent pour traiter de la durée de vie en fatigue semble donc bien être le nombre de cycles plutôt que le temps à rupture. En effet, travailler en nombre de cycles à rupture permet de s'affranchir de l'effet de la fréquence de sollicitation, alors que le temps à rupture est directement lié à cette fréquence. Par ailleurs, dans le cas de la campagne d'essais de fluage classique sur éprouvettes lisses, une bilinéarité de la loi de Norton du fluage secondaire a été mise en évidence. La contrainte seuil qui délimitait les deux régimes était de 51 MPa. Malheureusement la valeur de contrainte seuil n'a pas été atteinte lors de la campagne d'essais de fatigue, et la bilinéarité de la loi de Norton du fluage cyclique secondaire n'a pas pu être établie (en supposant qu'elle existe). Par ailleurs, il est délicat de comparer niveaux de chargement en fluage et en fatigue. Depuis le début de cette section, il a été décidé de traiter les résultats en fatigue en considérant comme variable de chargement la contrainte maximale imposée mais nous aurions aussi pu travailler en contrainte moyenne.

Contrainte maximale imposée (MPa)	**Temps à rupture (s)**	**Vitesse minimale de déformation de fluage cyclique (s^{-1})**	**Nombre de cycles à rupture (-)**	**Vitesse minimale de déformation de fluage cyclique ($cycles^{-1}$)**
62	4 132	1,70 E-06	8 265	8,50 E-07
62	11 694	5,77 E-07	23 389	2,89 E-07
60	46 460	1,18 E-07	92 920	5,9 E-08
59	30 868	8,26 E-07	92 604	2,75 E-07
58	85 556	6,19 E-08	171 113	3,1 E-08
57	80 905	4,43 E-08	242 717	1,48 E-08
57	39 702	1,91 E-07	158 811	4,78 E-08
55	300 633	3,76 E-08	601 266	1,88 E-08
54	> 250 000	2,55 E-08	> 1 000 000	6,38 E-09

Tableau 2. 4 *Vitesses minimales de déformation de fluage cyclique. Eprouvettes quasi-lisses.*



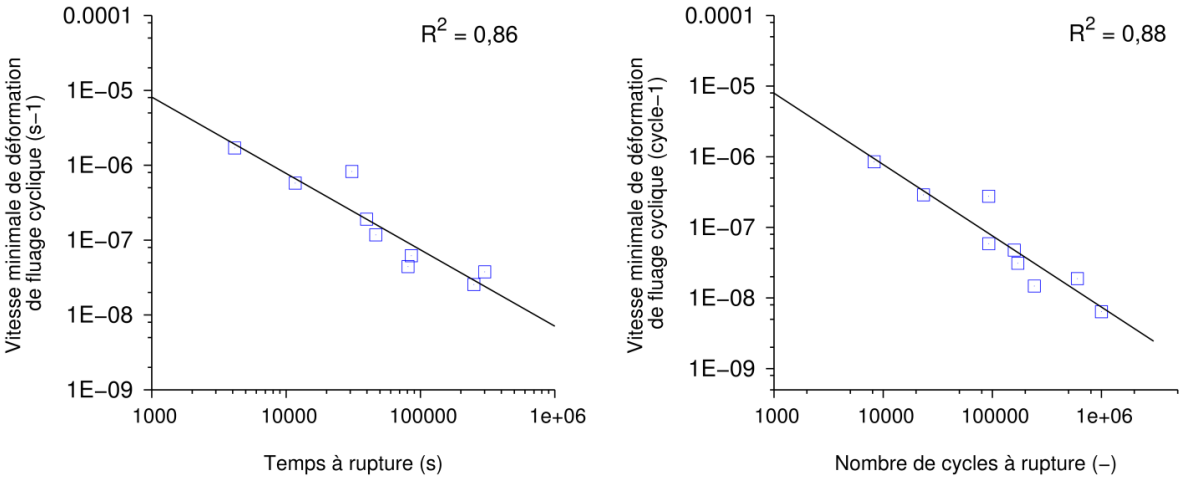
a) **b)**

Figure 2. 20 *Vitesse minimale de déformation de fluage cyclique en s^{-1} (a) et en $cycle^{-1}$ (b) en fonction de la contrainte appliquée. Eprouvettes quasi-lisses.*

1.3.3.4. Vitesse minimale de déformation de fluage cyclique *vs.* Nombre de cycles à rupture

La vitesse minimale de déformation de fluage cyclique, exprimée en s^{-1} ou $cycle^{-1}$, semble donc être un paramètre pertinent dans l'étude du comportement mécanique d'éprouvettes lisses sollicitées en fatigue. Par ailleurs, un autre paramètre très important étudié lors des campagnes d'essais de fatigue est le nombre de cycles à rupture, qui est relié au temps à rupture par la fréquence de sollicitation. Sur la Figure 2.21.a (respectivement sur la Figure 2.21.b), la vitesse minimale de déformation de fluage cyclique en s^{-1} (respectivement en $cycle^{-1}$) est représentée en fonction du temps à rupture (respectivement en fonction du nombre de cycles à rupture) dans un diagramme logarithmique, par analogie aux travaux de Rolland et al. dans le cas des polyamides chargés de fibres courtes [Rolland et al., 2017].

Les données expérimentales peuvent être représentées par des droites dans le diagramme logarithmique et les coefficients de corrélations sont élevés et similaires. Il y a donc une relation forte entre vitesse minimale de déformation et rupture dans le cas des éprouvettes lisses sollicitées en fatigue, que l'on travaille en temps ou en nombre de cycles. Ces résultats peuvent donc mener à l'élaboration de courbes maitresses permettant d'estimer des durées de vie en fatigue de la même manière qu'en fluage pour des structures fissurées selon les principes de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture en visco-plasticité [Regrain, 2009] [Rolland et al., 2017]..



a) **b)**

Figure 2. 21 *Vitesse minimale de déformation de fluage cyclique en s^{-1} (a) et en $cycle^{-1}$ (b) en fonction du temps et du nombre de cycles à rupture. Eprouvettes quasi-lisses.*

1.3.4. Suivi des boucles d'hystérésis

1.3.4.1. Principe de dépouillement

La caractérisation des boucles d'hystérésis est un autre aspect important de l'étude du comportement mécanique d'un polymère semi-cristallin soumis à une sollicitation cyclique. Sur la Figure 2.22.a, l'évolution de la contrainte nominale est représentée en fonction de la déformation nominale pour un cycle lors du stade de fluage cyclique secondaire pour un essai mené à σ_{max} = 62 MPa. Une telle boucle d'hystérésis peut être caractérisée par deux grandeurs :

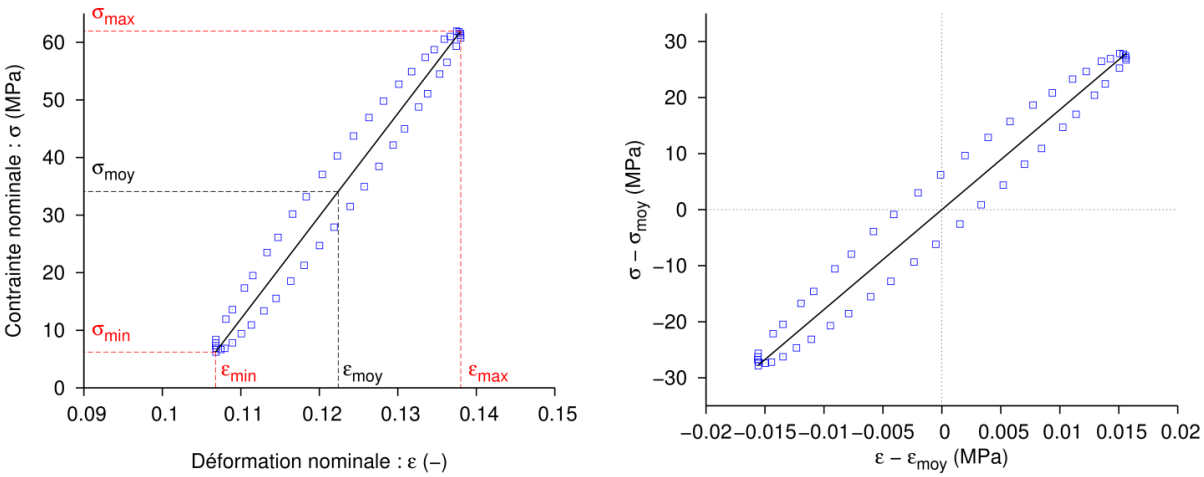
- le module d'élasticité dynamique, qui renseigne sur la raideur du matériau. Il est noté E_d, exprimé en MPa et défini par : $E_d = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) / (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})$.

- l'aire de la boucle d'hystérésis, qui renseigne sur la capacité du matériau à dissiper de l'énergie. Elle est calculée par la méthode des trapèzes et est exprimée en MPa.

Par ailleurs, il est possible de définir pour chaque boucle la contrainte nominale moyenne, notée σ_{moy} et la déformation nominale moyenne, notée ε_{moy}. Ces grandeurs sont définies comme suit :

$$\sigma_{moy} = (\sigma_{max} + \sigma_{min}) / 2 \quad \text{et} \quad \varepsilon_{moy} = (\varepsilon_{max} + \varepsilon_{min}) / 2 \qquad (2.6)$$

Il est alors possible de traiter les boucles d'hystérésis en traçant l'évolution de $\sigma - \sigma_{moy}$ en fonction de $\varepsilon - \varepsilon_{moy}$ (Figure 2.22.b) et ainsi comparer l'évolution de ces boucles et de leurs grandeurs caractéristiques au cours d'un même essai.



a) **b)**

Figure 2. 22 *Boucles d'hystérésis. Essai de fatigue sur éprouvette quasi-lisse mené à σ_{max} = 62 MPa.*

1.3.4.2. Evolution de l'aire des boucles d'hystérésis au cours d'un essai

L'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis a été tracée en fonction du temps pour un essai mené à une contrainte maximale de 62 MPa. Elle est représentée en rouge sur la Figure 2.23.a (respectivement sur la Figure 2.23.b) et superposée à l'évolution de la déformation de fluage cyclique aux pics (respectivement de la vitesse de déformation de fluage cyclique aux pics) représentée en bleue. Les résultats obtenus pour les essais menés à d'autres contraintes maximales sont similaires et présentent les mêmes tendances.

Lors du stade de fluage cyclique primaire, l'aire des boucles est tout d'abord élevée puis diminue rapidement. Au cours des premiers cycles, la dissipation d'énergie est importante et peut être reliée à l'échauffement du matériau (bien que la variation de température soit limitée) car d'importantes déformations sont imposées rapidement. Ensuite, l'aire des boucles diminue de manière beaucoup plus lente au cours du stade de fluage cyclique secondaire : il s'agit bien d'un stade qu'il convient de définir comme stabilisé du point de vue de la dissipation d'énergie. Cette évolution pourrait aussi être due à un phénomène d'adoucissement cyclique. Enfin, lorsque l'aire des boucles atteint sa valeur minimale, le stade de fluage cyclique tertiaire démarre et l'aire des boucles augmente rapidement jusqu'à la rupture finale. Les observations par thermographie ont permis de mettre en évidence de fortes élévations de température lors de ces derniers stades malgré le refroidissement forcé. De plus, le fait d'observer un stade de fluage cyclique tertiaire est caractéristique d'un comportement ductile. Un comportement à rupture complétement fragile conduirait à la rupture brutale de l'éprouvette sans augmentation de la déformation ni de l'aire des boucles pendant le stade secondaire. Finalement, l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis avec le temps lors d'un essai de fatigue est similaire à celle de la vitesse de déformation de fluage cyclique aux pics comme le montre la Figure 2.23.b.

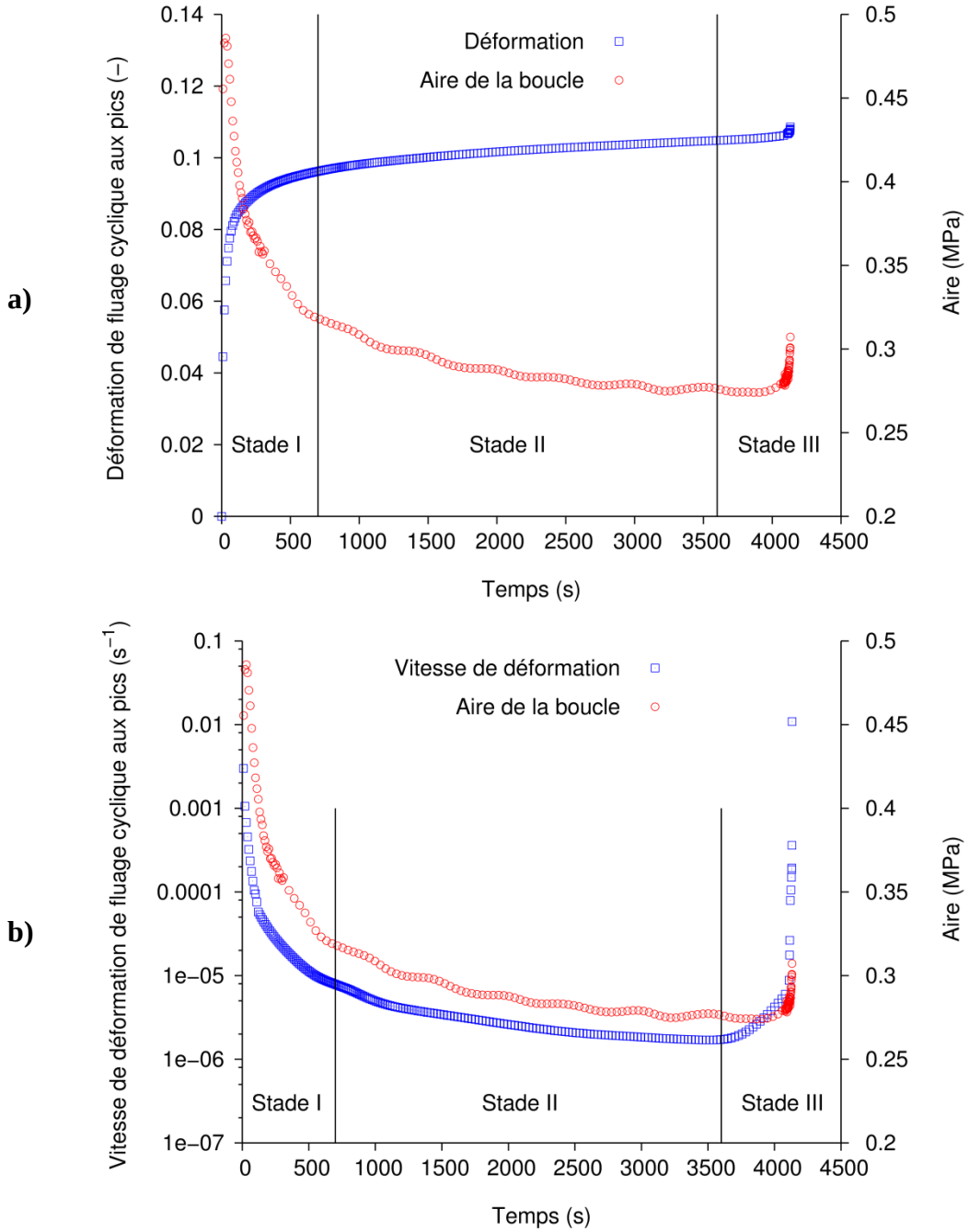


Figure 2. 23 *Evolution de l'aire des boucles d'hystérésis (en rouge) au cours du temps. Essai de fatigue sur éprouvette quasi-lisse mené à σ_{max} = 62 MPa.*

1.3.4.3. Evolution du module élastique dynamique au cours d'un essai

L'évolution du module élastique dynamique a été tracée en fonction du temps pour le même essai mené à une contrainte maximale de 62 MPa. Elle est représentée en rouge sur la Figure 2.24.a (respectivement sur la Figure 2.24.b) et superposée à l'évolution de la déformation de fluage cyclique aux pics (respectivement de la vitesse de déformation de fluage cyclique aux *pics*) représentée en bleue.

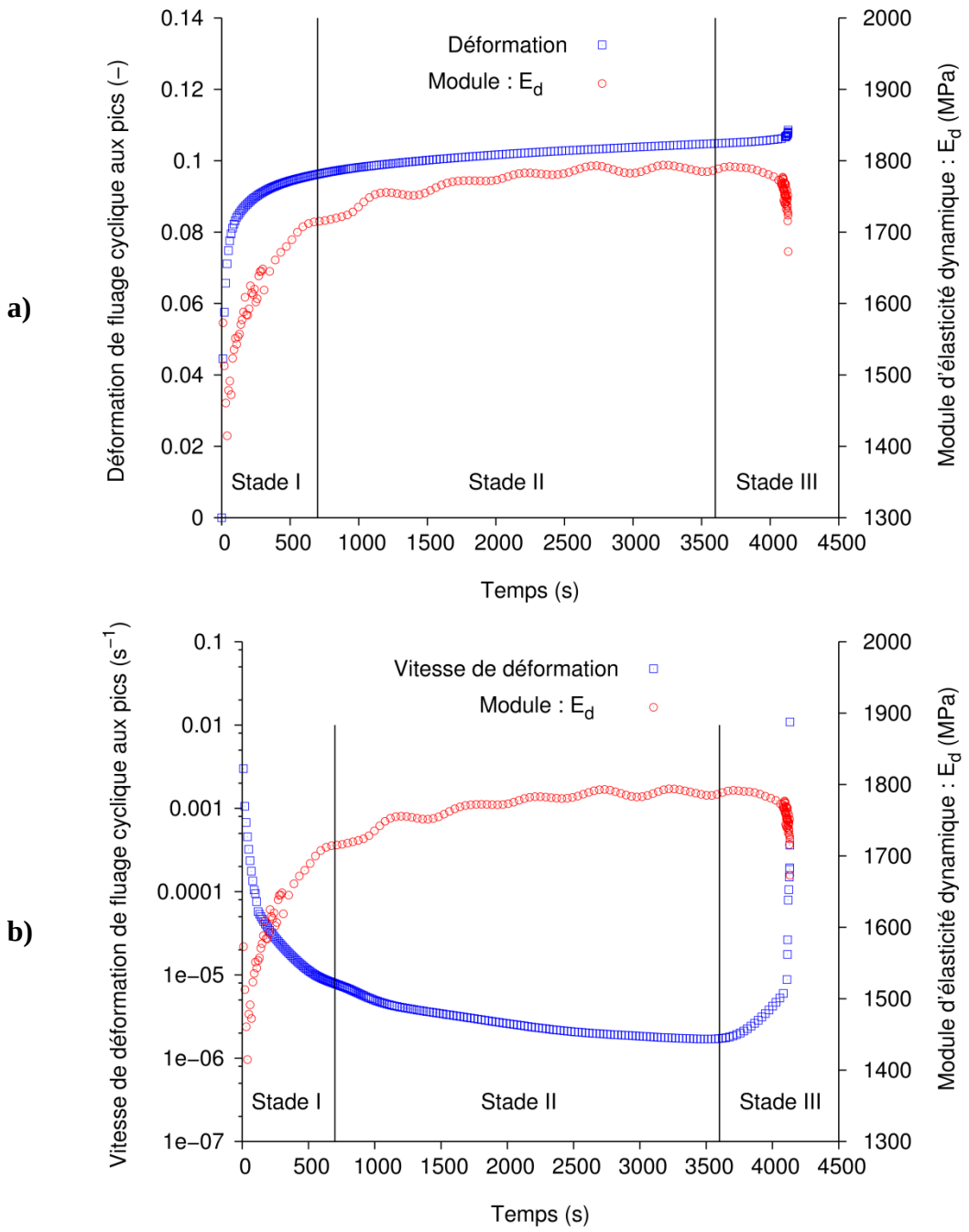


Figure 2. 24 *Evolution du module élastique dynamique (en rouge) au cours du temps. Essai de fatigue sur éprouvette quasi-lisse mené à σ_{max} = 62 MPa.*

Les résultats obtenus pour les essais menés à d'autres contraintes maximales sont similaires. L'amplitude de contrainte sur un cycle étant constante au cours de l'essai, le module élastique dynamique est inversement proportionnel à l'amplitude de déformation. Il est donc naturel que son évolution suive la même tendance que celle de la déformation de fluage cyclique au cours du temps (ou du nombre de cycles). Lors de la phase primaire, l'amplitude de déformation est tout d'abord importante puis diminue rapidement. Le module élastique dynamique augmente donc rapidement. Ensuite, la phase secondaire est une phase stabilisée au cours de laquelle l'amplitude de déformation

de fluage cyclique est faible et relativement constante. Le module élastique dynamique atteint donc au cours de cette phase sa valeur maximale. Enfin, lors de la phase tertiaire, la déformation de fluage cyclique s'emballe et le module d'élasticité dynamique diminue jusqu'à la rupture finale.

1.3.4.4. Evolution de la forme des boucles au cours d'un essai

Les résultats concernant l'évolution des boucles d'hystérésis au cours d'un essai de fatigue peuvent être récapitulés par la Figure 2.25 ci-dessous. La boucle d'hystérésis à mi-durée de vie, c'est à dire lorsque le nombre de cycles est égal à la moitié du nombre de cycles à rupture, soit à $N_R / 2$, est représentée en noir et par une ligne continue. Elle est superposée aux boucles d'hystérésis correspondant à des points caractéristiques du fluage cyclique.

Ainsi, il est possible de conclure que :

- lors des premiers cycles, pendant le stade primaire, l'énergie dissipée est très importante et le module d'élasticité dynamique est faible ;

- pendant le fluage cyclique secondaire, les boucles d'hystérésis sont stabilisées ;

- au cours du fluage tertiaire, le module d'élasticité dynamique diminue et la dissipation d'énergie augmente légèrement. La rupture finale n'est pas totalement de type fragile même si les mécanismes ductiles (comme la striction ou le blanchiment) ne sont pas observés à l'échelle macroscopique.

1.3.5. Phénomène de striction

Contrairement à ce qui a été observé lors des essais de traction monotone et de fluage, la rupture en fatigue n'est pas précédée d'un phénomène de striction. En effet, aucune réduction de section importante et localisée n'a été identifiée lors de ces essais de fatigue sur éprouvettes quasi-lisses. La rupture intervient dans la section nette de l'éprouvette de manière assez rapide après le début du stade de fluage cyclique tertiaire.

Une première différence apparaît donc ici entre les comportements mécaniques d'éprouvettes lisses sollicitées en traction monotone et fluage d'un côté et celui en fatigue de l'autre. En effet, une équivalence a été établie entre le pic de contrainte nominale en traction monotone et le début du stade tertiaire en fluage puisque la striction apparaît puis se développe à partir de ces points caractéristiques des courbes de chargement pour finalement mener à une rupture ductile. Dans le cas d'un chargement de fatigue, la rupture semble beaucoup plus fragile, mais pas totalement car le stade de fluage cyclique tertiaire est court mais existe et qu'il est caractérisé par une augmentation de la dissipation d'énergie. De plus, cette rupture en fatigue n'est pas précédée par un phénomène de striction important.

Cependant, cette différence pourrait aussi être liée au fait que les mécanismes de déformation macroscopique en traction monotone et fluage sont assez diffus alors qu'ils sont beaucoup plus localisés en fluage. En effet, les échelles d'observation de ces mécanismes sont différentes puisque si l'on considère la contrainte moyenne imposée comme variable de chargement de fatigue pertinente, les niveaux de chargement en fatigue sont beaucoup plus faibles qu'en traction monotone et en fluage

et les déformations induites le sont également. En d'autres termes, l'énergie dissipée au cours des essais de traction monotone et de fluage présentés dans les Sections II.1.1 et II.1.2 ainsi que la taille de la « process zone » sont beaucoup plus importantes qu'en fatigue.

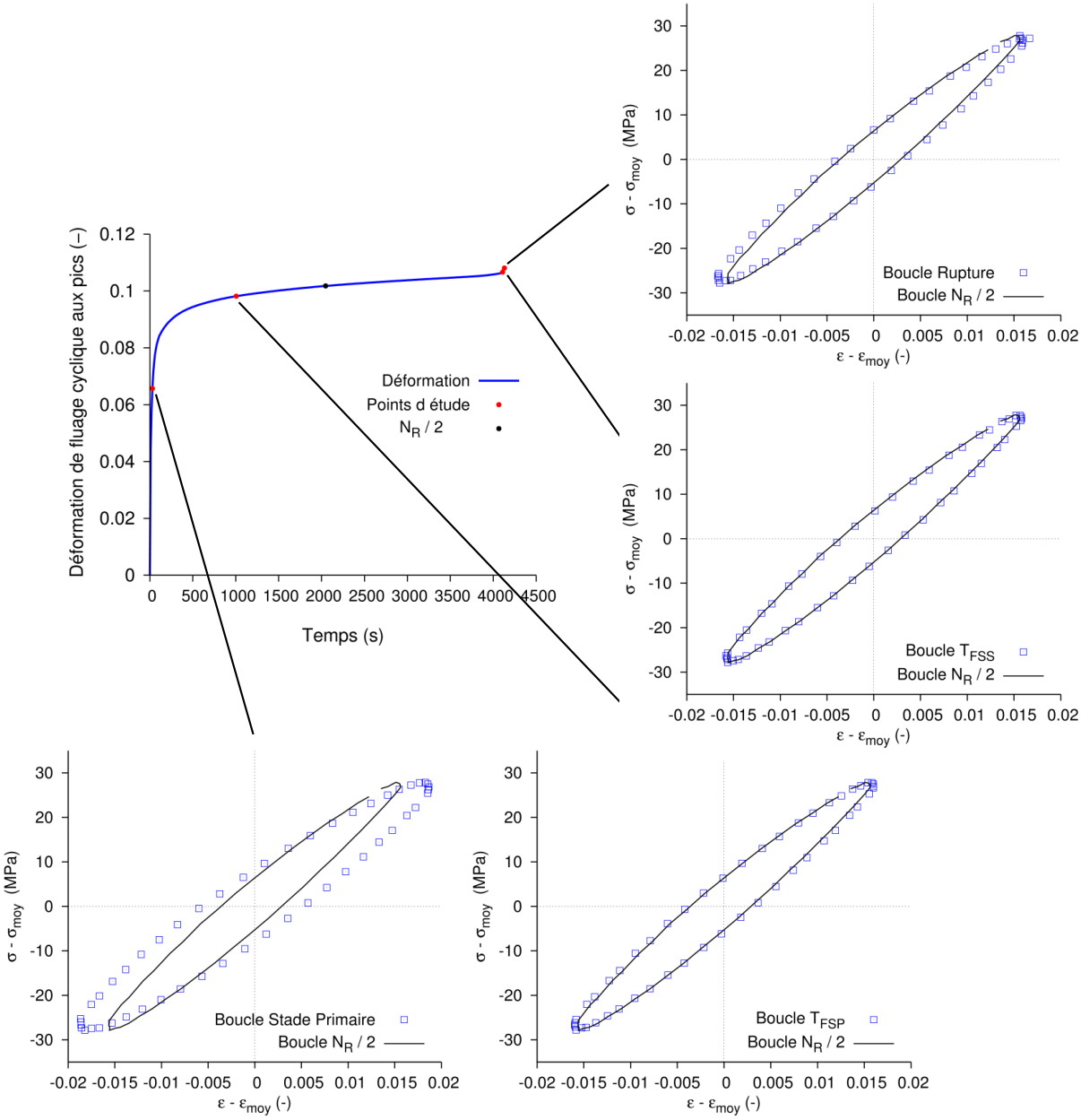


Figure 2. 25 *Evolution de la forme des boucles d'hystérésis au cours du temps. Essai de fatigue sur éprouvette quasi-lisse mené à σ_{max} = 62 MPa.*

2. Eprouvettes entaillées NT4

Le phénomène de striction sur éprouvettes lisses, sollicitées aussi bien en traction monotone qu'en fluage, est un phénomène aléatoire : l'endroit où il apparaît dans l'éprouvette n'est pas contrôlé et la triaxialité de l'état de contrainte qu'il produit non plus. L'étude de la cavitation sur des éprouvettes lisses de PA6 sollicitées en traction monotone a été menée par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2010] mais la répétabilité d'une telle étude est très limitée et la transposition au fluage est très délicate.

Il a donc été choisi de travailler avec des éprouvettes axisymétriques entaillées. Cette géométrie d'éprouvette présente de nombreux avantages. Elle a notamment déjà été utilisée au sein du Centre des Matériaux dans le cadre de l'étude des phénomènes de cavitation dans le matériau PA6 de l'étude [Laiarinandrasana et al., 2012] [Cayzac et al., 2013] [Laiarinandrasana et al., 2016b]. En effet, une telle géométrie permet la localisation de la déformation dans l'entaille et donc la localisation des phénomènes de cavitation. L'expérimentateur sait où il doit observer pour étudier ces micro-mécanismes. De plus la triaxialité des contraintes est maitrisée en début d'essai et est fonction notamment du rayon de fond d'entaille. Il est important de noter par ailleurs que les composants industriels en polymères semi-cristallins possèdent des géométries complexes et sont donc aussi soumis à des états de contraintes multiaxiaux. Enfin, cet état de contrainte multiaxial favorise le développement de la cavitation et les observations à l'échelle microscopique de l'endommagement n'en seront que plus intéressantes.

Des campagnes de traction monotone et de fluage ont donc été effectuées sur des éprouvettes axisymétriques entaillées ayant un rayon de fond d'entaille de 4 mm, considérées comme des éprouvettes à taux de triaxialité « modéré ». Ce rayon a été choisi car il est proche du rayon de striction minimal observé sur éprouvettes lisses. Il permet donc notamment de reproduire l'état de contrainte au sein d'une éprouvette initialement lisse pendant la striction.

2.1. Traction monotone

2.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales

Les éprouvettes entaillées testées lors de cette campagne d'essais de traction monotone (ainsi que lors de la campagne de fluage) sont les mêmes que celles utilisées par Regrain au cours de son travail de thèse [Regrain, 2009]. Ces éprouvettes sont axysimétriques et elles sont désignées comme étant les éprouvettes entaillées NT4 (NT pour « Notched Tensile ») car une entaille de rayon 4 mm a été usinée en leur centre. La Figure 2.26 représente la géométrie de ces éprouvettes NT4, et permet la définition des paramètres suivants :

- R_0 correspond au rayon de fond d'entaille initial, ici égal à 4 mm ;

- α correspond à la profondeur de l'entaille, qui est ici égale à 1,85 mm ;

- Φ_0 correspond au diamètre initial du ligament non entaillé et permet de définir la section nette de l'éprouvette comme étant $S_{net} = \pi\ (\Phi_0 / 2)^2$.

Les essais ont été menés dans les mêmes conditions que pour les éprouvettes lisses, à une vitesse de déplacement de la traverse de 0,2 mm/s, sur matériau conditionné à HR50. Par ailleurs, un dispositif d'extensométrie laser a été utilisé pour suivre plus précisément l'évolution du déplacement dans la zone utile entaillée, soit l'ouverture d'entaille. Pour cela, deux marqueurs réfléchissants, distants de 10 mm, ont été collés de part et d'autre de l'entaille (Figure 2.26). L'extensomètre laser permet de mesurer, par réflexion, les déplacements entre les bords bas de ces marqueurs, et donne donc accès à une mesure de l'ouverture de l'entaille.

2.1.2. Mécanique des éprouvettes entaillées

Les premiers travaux concernant les éprouvettes entaillées ont été menés sur des matériaux métalliques par Bridgman en 1944 [Bridgman, 1944]. L'utilisation de ce type d'éprouvettes dans le domaine des matériaux polymères est beaucoup plus récente mais de nombreuses études traitant par exemple de la cavitation au sein d'éprouvettes axisymétriques entaillées en polymère semi-cristallins peuvent être aujourd'hui citées [G'sell et Dahoun, 1994] [Lafarge, 2004] [Challier et al. 2006] [Castagnet et Deburck, 2007] [Boisot et al., 2011] [Brusselle-Dupend et al., 2011] [Rosenberg et al., 2011] [Poulet et al., 2016]. La théorie de Bridgman sur la mécanique de ces éprouvettes entaillées est résumée ici de manière succincte.

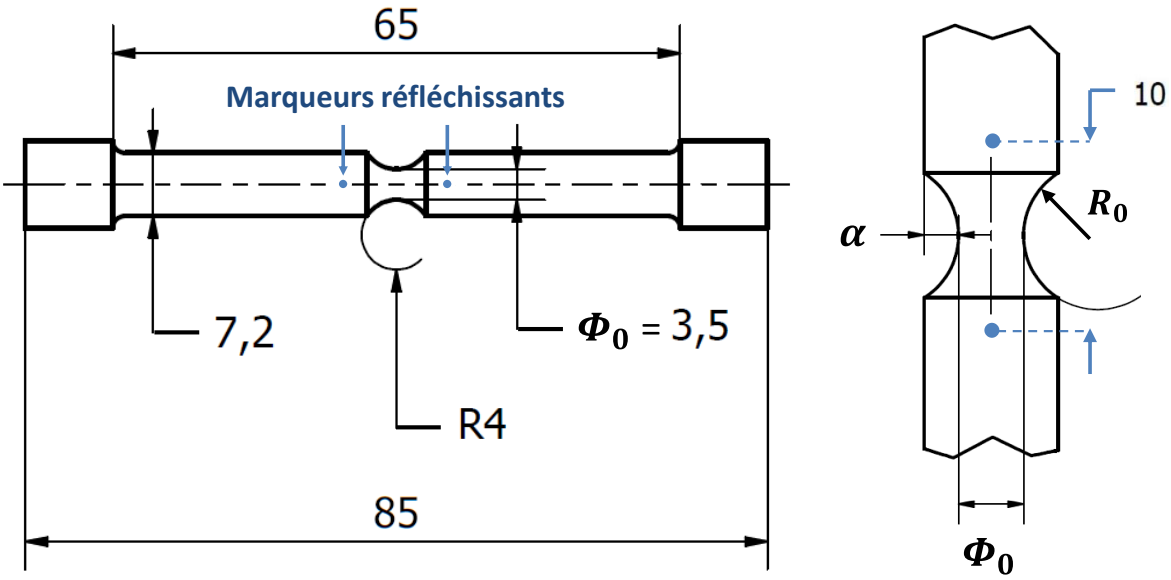


Figure 2. 26 *Géométrie des éprouvettes entaillées NT4 (dimensions données en mm).*

Il est tout d'abord important de rappeler que les éprouvettes axisymétriques entaillées permettent d'obtenir un champ de contrainte multiaxial au sein de l'entaille alors qu'un chargement de type uniaxial est imposé par une machine de traction classique. De plus, différents états de contrainte hétérogènes et multiaxiaux peuvent être obtenus en modifiant la géométrie de l'entaille. Ces états de contrainte sont souvent caractérisés par une grandeur mécanique fondamentale définie par le rapport de la contrainte moyenne (ou pression hydrostatique), notée σ_m, sur la contrainte de von Mises, notée

σ_{eq}. Ce rapport est appelé taux de triaxialité des contraintes, est noté τ, et est donc exprimé comme suit :

$$\tau = \sigma_m \,/\, \sigma_{eq} \tag{2.7}$$

$$\sigma_m = \frac{1}{3}\,(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \tag{2.8}$$

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}\,[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{33})^2 + 6\sigma_{12} + 6\sigma_{23} + 6\sigma_{31}]} \tag{2.9}$$

La théorie développée par Bridgman est basée sur le calcul analytique du tenseur des contraintes dans la section minimale de l'éprouvette (sous certaines conditions présentées dans la suite). Elle permet donc d'établir une expression du taux de triaxialité des contraintes au sein de la section minimale. Cette expression fait intervenir le rayon de fond d'entaille R_0, le rayon de la section minimale Φ_0 / 2 et la coordonnée radiale r dans le repère de coordonnées cylindrique (r, θ, z), l'axe z correspondant à l'axe de révolution de l'éprouvette. Elle est donnée par la formule suivante, dans la section nette (z = 0) :

$$\tau(r, z = 0) = \frac{1}{3} + \ln\left(1 + \frac{(\Phi_0/2)^2 - r^2}{\Phi_0 R_0}\right) \tag{2.10}$$

Le taux de triaxialité est donc maximal au centre de l'entaille (r = 0, z = 0) et ne dépend que de la géométrie de l'éprouvette. Il est aussi important de remarquer que dans le cas d'une éprouvette lisse, le rayon de fond d'entaille étant infini, le taux de triaxilité est bien égal à 1/3. Dans le cas des éprouvettes NT4 présentées précédemment (Figure 2.26), la valeur maximale du taux de triaxialité des contraintes est modérée et estimée à 0,53 par cette formulation.

Comme précisé précédemment, ces expressions ont été établies sous certaines hypothèses :

- champ de déformation uniforme dans la section minimale : $\varepsilon_{rr} = \varepsilon_{\theta\theta} = constante$;

- incompressibilité du matériau (car la théorie a été développé à la base pour les métaux, même si les métaux ne sont pas rigoureusement des matériaux incompressibles) ;

- écoulement plastique considéré comme parfait.

Ces hypothèses n'étant pas vérifiées dans le cas du PA6 qui n'est pas incompressible et ne peut être caractérisé par un comportement plastique parfait, il faudra utiliser les calculs aux éléments finis pour connaître de manière rigoureuse le taux de triaxialité des contraintes au sein des éprouvettes entaillées.

2.1.3. Réponse mécanique en traction monotone

Les grandeurs mécaniques qui permettent de décrire les essais de traction monotone sur éprouvettes entaillées sont les suivantes :

- le déplacement du mors mobile de la machine par rapport au mors fixe. Il est noté U_T, appelé déplacement traverse et est exprimé en mm ;

- le déplacement entre les marqueurs réfléchissants, déterminé par extensométrie laser et donc appelé déplacement laser, noté U_L et exprimé en mm. Il peut être assimilé ici au déplacement d'ouverture d'entaille ;

- la contrainte nette, notée σ_{net} et définie comme le rapport entre la force F et la section nette de l'éprouvette S_{net} dans la configuration non déformée. Elle est exprimée en MPa.

Sur la Figure 2.27.a, l'évolution de la contrainte nette en fonction du temps est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche et les évolutions des déplacements traverse (U_T en cercles rouges) et laser (U_L en carrés et triangles de plusieurs couleurs) en fonction du temps sont représentées sur l'axe des ordonnées de droite. L'essai étant piloté par le déplacement entre les mors, l'évolution de U_T dans le temps est linéaire. L'évolution de la contrainte nette est similaire à celle observée dans le cas des essais de traction monotone sur éprouvettes lisses : σ_{net} augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale appelée pic de contrainte. Ensuite, la diminution de σ_{net} correspond au phénomène d'adoucissement. Enfin, la contrainte nette réaugmente légèrement jusqu'à rupture : il s'agit du phénomène de rhéo-durcissement [Lafarge, 2004] [Boisot, 2011], phénomène d'autant plus facile à identifier que la rupture s'effectue longtemps après la fin de l'adoucissement (voir Figure 2.28).

Cette évolution particulière de la contrainte nette au cours du temps est par ailleurs étroitement liée à l'évolution du déplacement laser. En effet, jusqu'au pic de contrainte U_L augmente de manière linéaire avec le temps (carrés bleus) : l'ensemble de l'éprouvette se déforme. Autour du pic de contrainte, U_L augmente de plus en plus rapidement (triangles verts) jusqu'à atteindre, à la fin de l'adoucissement, un régime au cours duquel la vitesse de déplacement laser est linéaire et égale à la vitesse de déplacement traverse (triangles violets). Ce résultat s'explique par le phénomène de localisation de la déformation au sein de l'entaille à partir du pic de contrainte. Après le pic de contrainte, l'ensemble du déplacement macroscopique imposé aux extrémités de l'éprouvette se localise dans l'entaille qui se déforme jusqu'à rupture, alors que la partie lisse de l'éprouvette ne se déforme que très peu voire pas du tout. Finalement, les courbes classiques de traction monotone sur éprouvettes entaillées représentant l'évolution de la contrainte nette en fonction de U_T et de U_L sont représentées sur la Figure 2.27.b.

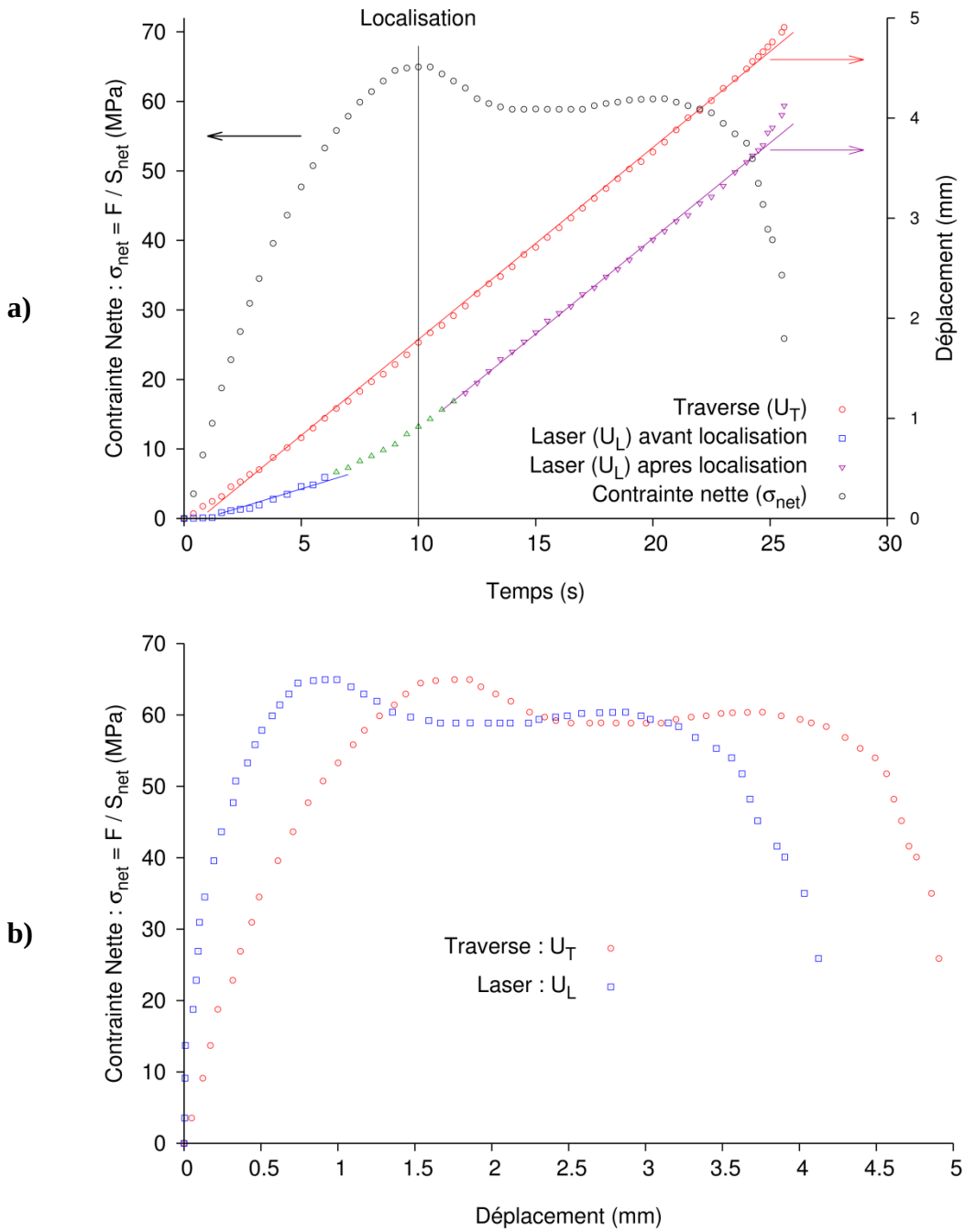


Figure 2. 27 *(a) Evolution de la contrainte nette (σ_{net}), du déplacement traverse (U_T) et du déplacement laser (U_L) en fonction du temps au cours d'un essai de traction monotone. (b) Courbes de chargement en traction monotone. Eprouvette entaillée NT4.*

2.1.4. Localisation et phénomène de ré-entaillage

Le suivi par caméra numérique des essais de traction monotone sur éprouvette lisse a permis d'étudier de manière qualitative et quantitative le phénomène de striction. La même procédure expérimentale a été mise en place afin d'étudier l'évolution de la géométrie des éprouvettes NT4 au cours d'un essai de traction monotone. La Figure 2.28 met en évidence la forme particulière de l'entaille en des points

caractéristiques de la courbe de chargement. De l'état non déformé (a) jusqu'au pic de contrainte (b), la forme de l'entaille reste circulaire et le rayon de courbure de l'entaille (initialement égal à 4 mm) augmente. A partir du pic de contrainte, la déformation de l'éprouvette se localise dans l'entaille et le phénomène de ré-entaillage débute : il s'agit d'une striction à l'intérieur de l'entaille. A la fin de l'adoucissement (c), une nouvelle entaille de rayon inférieur au rayon de courbure de l'entaille initiale apparaît au niveau de la section minimale de l'éprouvette. Ce phénomène de ré-entaillage est caractérisé par deux paramètres définis sur la Figure 2.29 : le rayon de courbure de la zone ré-entaillée, noté R_E, et le diamètre minimal de l'éprouvette, noté Φ. Ensuite, pendant le rhéo-durcissement, lorsque la contrainte nette augmente légèrement avec le déplacement (d), la zone ré-entaillée s'allonge jusqu'à créer une zone utile lisse au centre de l'entaille. Enfin la rupture s'amorce dans cette zone cylindrique lisse où le diamètre de l'éprouvette est le plus faible. Ce phénomène de ré-entaillage est donc très fortement similaire au phénomène de striction observé sur éprouvettes lisses.

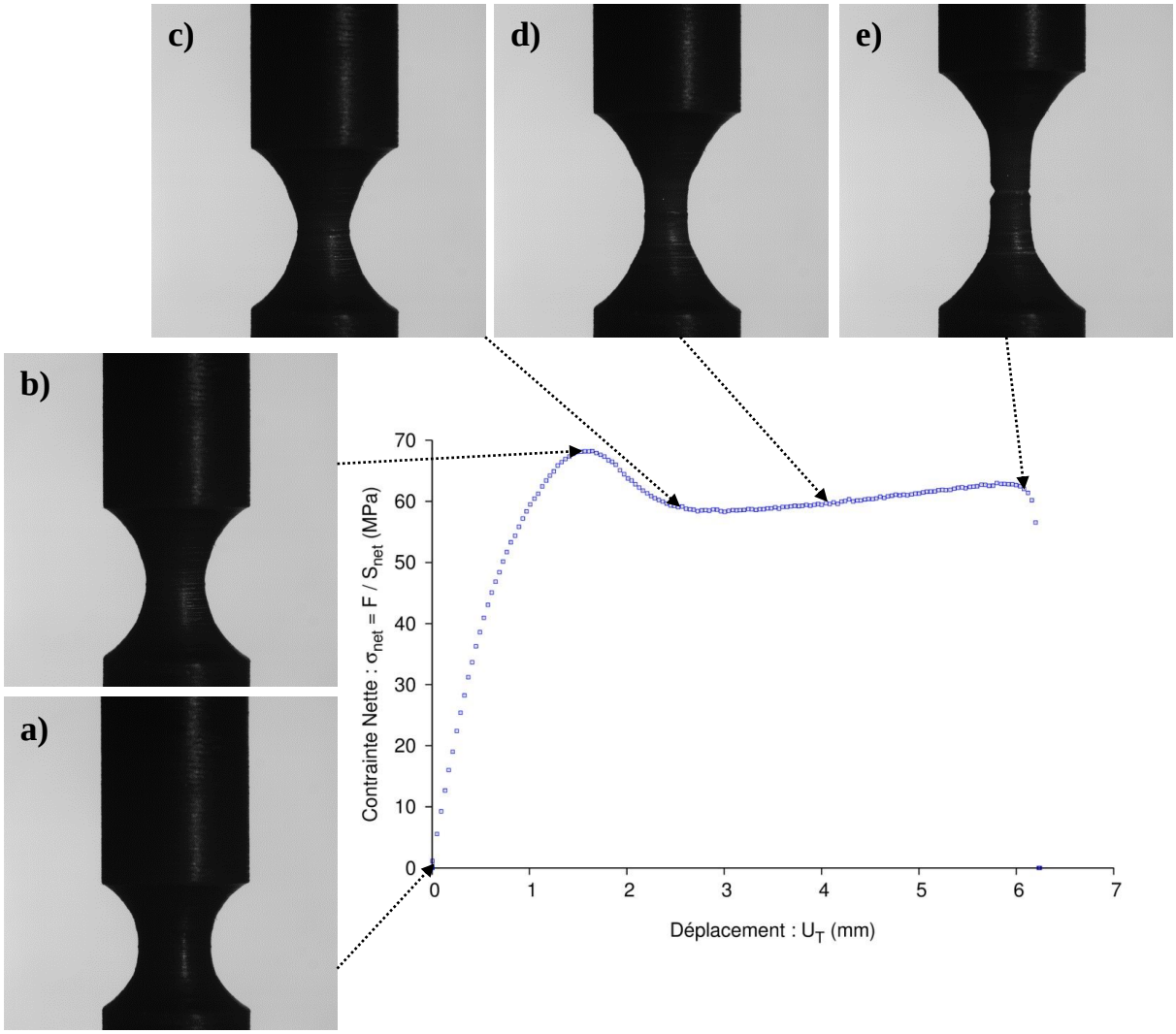


Figure 2. 28 *Phénomène de ré-entaillage sur une éprouvette NT4 au cours d'un essai de traction monotone.*

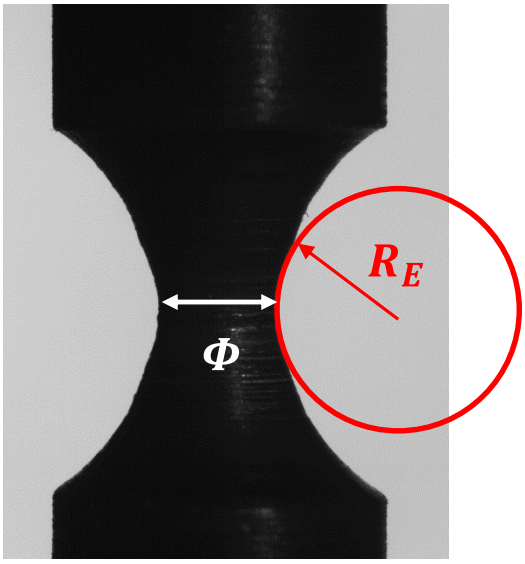
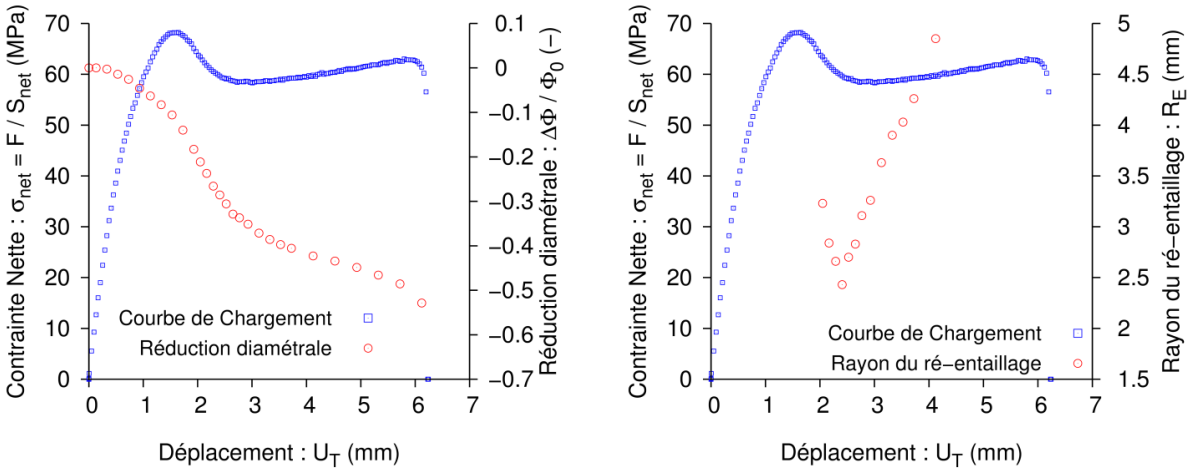


Figure 2. 29 *Définition du diamètre minimal de l'éprouvette Φ et du rayon de courbure du ré-entaillage R_E.*

Afin de poursuivre l'analogie proposée avec le phénomène de striction, l'évolution de la réduction diamétrale de la zone entaillée (donnée par $\Phi - \Phi_0 / \Phi_0$) ainsi que celle du rayon de courbure du ré-entaillage R_E sont tracées en fonction du déplacement traverse et superposées à l'évolution de la contrainte nette sur la Figure 2.30.



a) **b)**

Figure 2. 30 *Evolution de la réduction diamétrale (a) et du rayon du ré-entaillage (b) au cours d'un essai de traction monotone sur éprouvette NT4.*

L'évolution de la réduction diamétrale des éprouvettes NT4 au cours d'un essai de traction monotone est similaire à celle observée sur éprouvette lisse. Avant le pic de contrainte et donc avant le phénomène de localisation (ré-entaillage sur NT4 et striction sur lisse), le diamètre minimal de l'éprouvette diminue lentement. Cette diminution s'accélère après le pic de contrainte pour finalement se stabiliser à la fin de l'adoucissement lorsque le ré-entaillage a abouti à l'apparition de la zone lisse au centre de l'entaille. Cette zone lisse s'allonge alors jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette et la réduction diamétrale retrouve un régime linéaire assez lent. Le rayon de courbure du ré-entaillage devient quantifiable après le pic de contrainte et diminue jusqu'à atteindre une valeur minimale en fin d'adoucissement. Ensuite il augmente jusqu'à la création de la zone lisse au centre de l'entaille, caractérisée par un R_E infini.

2.2. Fluage

La géométrie des éprouvettes NT4 testées en fluage est celle présentée en Figure 2.26 et les conditions expérimentales sont les mêmes que celles mises en place pour la campagne d'essais de fluage sur éprouvettes lisses. L'extensométrie laser a été utilisée de la même manière que pour la campagne d'essais de traction monotone.

2.2.1. Courbes de fluage à 1 ou 2 points d'inflexion

Le déplacement de fluage est défini comme étant le déplacement total auquel est soustrait le déplacement à la fin de la phase de mise en charge. Dans le cadre des essais de fluage sur éprouvettes entaillées, il est possible de suivre à la fois l'évolution au cours du temps du déplacement de fluage de la traverse, noté U_{FT} et celle du déplacement de fluage entre les marqueurs réfléchissant le signal du laser, noté U_{FL}.

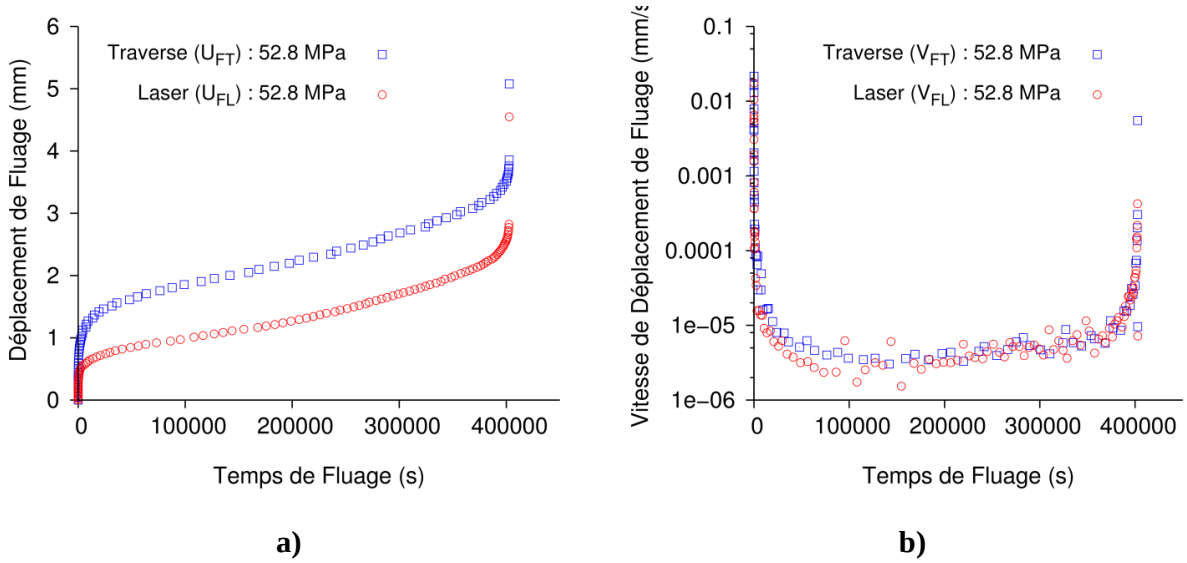
Sur la Figure 2.31.a (respectivement Figure 2.31.b), les évolutions des déplacements (respectivement des vitesses de déplacement) de fluage traverse et laser sont représentées en fonction du temps pour un essai mené à 52,8 MPa. Ces courbes de fluage sont des courbes à un point d'inflexion, caractérisées par les trois stades de fluage classiques. La déformation semble se localiser au sein de l'entaille pendant la phase de fluage secondaire puisque l'évolution des vitesses de déplacement de fluage traverse et laser avec le temps se superposent pendant ce stade. Il est donc possible de définir une équivalence entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin de la phase secondaire en fluage pour les éprouvettes entaillées NT4 puisque ce sont en ces points des courbes de chargement que le phénomène de localisation est complétement achevé et que les déplacements enregistrés entres les mors de la machine correspondent exactement à ceux mesurés par extensométrie laser et donc à l'ouverture d'entaille.

Par ailleurs, il est possible de trouver des allures de courbes de fluage plus originales, notamment dans le cas de l'essai mené à 49,5 MPa, pour lequel les évolutions des déplacements et des vitesses de déplacement de fluage traverse et laser sont représentées en fonction du temps sur la Figure 2.32. Les courbes de fluage présentent 2 points d'inflexion et donc deux régimes de fluage stabilisés, dits secondaires et caractérisés par la même vitesse minimale de déplacement de fluage. Il serait intéressant de pouvoir suivre de manière précise par caméra numérique ces essais de fluage sur

éprouvettes NT4 afin de relier les phénomènes de localisation et de ré-entaillage à ces allures de courbes.

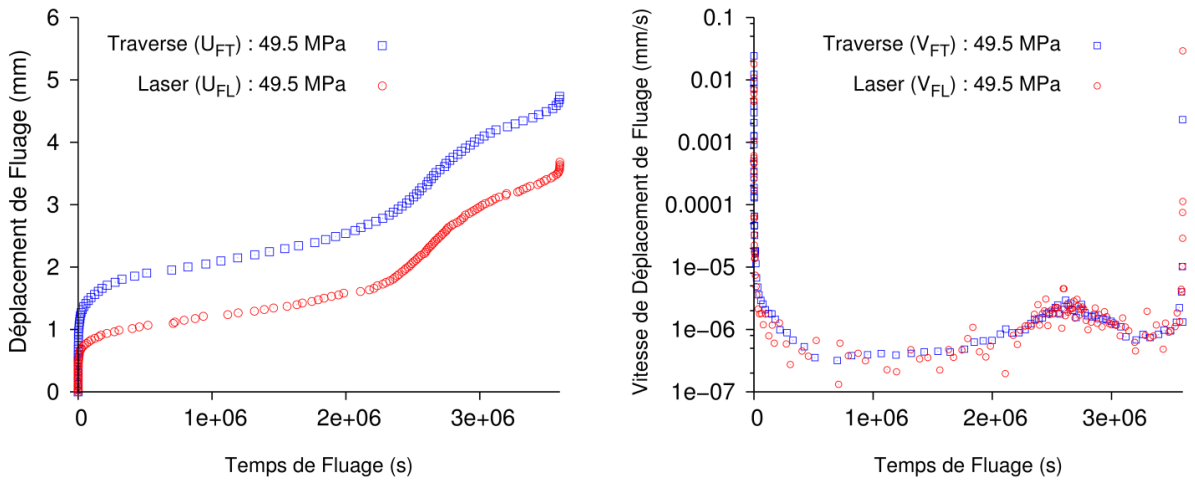
Ce travail a été effectué par Devilliers sur le PEHD sollicité en fluage [Devilliers, 2011]. Il a été montré que l'apparition du phénomène de double inflexion sur les courbes de fluage était favorisée par une ductilité importante du matériau et donc une capacité importante à se déformer de manière irréversible. En effet, ce phénomène a été observé lors d'essais de fluage menés sur le matériau non vieilli, plus ductile que le matériau vieilli chimiquement (plus fragile). Il a été observé uniquement pour les éprouvettes ayant un grand rayon de fond d'entaille. En effet, une éprouvette présentant un petit rayon de fond d'entaille se déforme peu après le pic de contrainte et jusqu'à la rupture, comme nous le montrerons par la suite. De plus, il a été établi que ce phénomène de double inflexion pouvait être relié à l'apparition d'une striction dans l'entaille, autrement dit au ré-entaillage, déjà observé en traction monotone. Le ré-entaillage lorsque le déplacement augmente rapidement, à la fin du premier stade de fluage secondaire et stabilisé. Ensuite, lorsque la vitesse de fluage se stabilise à nouveau, la zone ré-entaillée s'allonge, de la même manière qu'en traction monotone. C'est pour cela qu'une ductilité importante du matériau est nécessaire à l'obtention de ce type de courbe de fluage.

Si la course de la machine l'avait permis et si les essais de fluage n'avaient donc pas dû être interrompus avant la rupture finale, ce phénomène de fluage à 2 inflexions aurait surement pu être observé lors de la campagne d'essais de fluage sur éprouvettes lisses. En effet, l'allongement important de la zone strictionnée (caractéristique d'une ductilité importante) observé en traction monotone se serait certainement traduit en fluage par ce type de courbe à double inflexion.



a) **b)**

Figure 2. 31 *Essai de fluage mené à 52,8 MPa sur éprouvette entaillée NT4. Evolution du déplacement de fluage (a) et de la vitesse de déplacement de fluage (b) en fonction du temps. Courbe de fluage à 1 point d'inflexion.*



a) **b)**

Figure 2. 32 *Essai de fluage mené à 49,5 MPa sur éprouvette entaillée NT4. Évolution du déplacement de fluage (a) et de la vitesse de déplacement de fluage (b) en fonction du temps. Courbe de fluage à 2 points inflexion.*

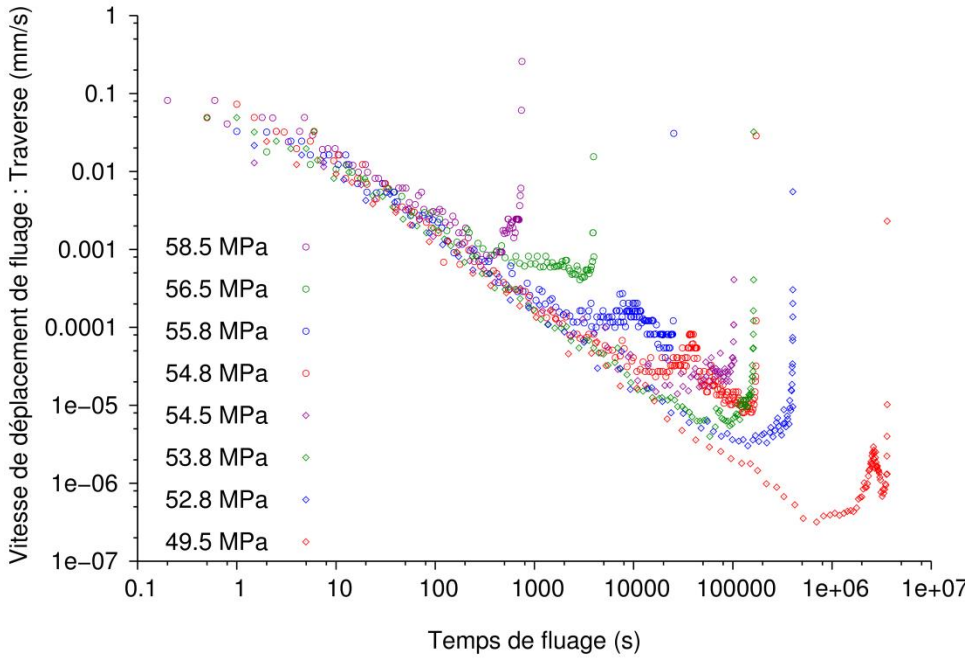
2.2.2. Vitesse de déplacement de fluage en fonction du temps et de la contrainte

La plage contrainte étudiée lors de cette campagne fait moins de 10 MPa. Les essais ont été menés à des contraintes nettes comprises entre 58,5 MPa et 49,5 MPa. Néanmoins, l'essai mené à 49,5 MPa ayant duré 100 jours, il était impossible d'étendre cette plage de contrainte. Pour l'ensemble des essais de fluage effectués, les évolutions des vitesses de déplacement de fluage traverse (respectivement laser) sont représentées en fonction du temps sur le même graphique en Figure 2.33.a (respectivement en Figure 2.33.b).

Le phénomène des courbes de fluage à 2 points d'inflexions apparaît sur toute la plage de contrainte. Les vitesses minimales de déplacement de fluage traverse et laser ont ensuite été déterminées pour chacun des essais et sont données dans le Tableau 2.5.

Le tracé des résultats présentés dans le Tableau 2.5 est proposé sur la Figure 2.34. La relation entre la vitesse minimale de déplacement de fluage, déterminée entre les mors de la machine ou par extensométrie laser, et la contrainte nette appliquée semble linéaire dans un diagramme logarithmique pour des contraintes supérieures à 52 MPa. Les résultats obtenus pour l'essai mené à 49,5 MPa ne semblent pas suivre cette relation linéaire, et il est possible qu'un second régime linéaire existe pour les faibles contraintes, de la même manière que pour les éprouvettes lisses (régime linéaire représenté par les droites en pointillés).

a)



b)

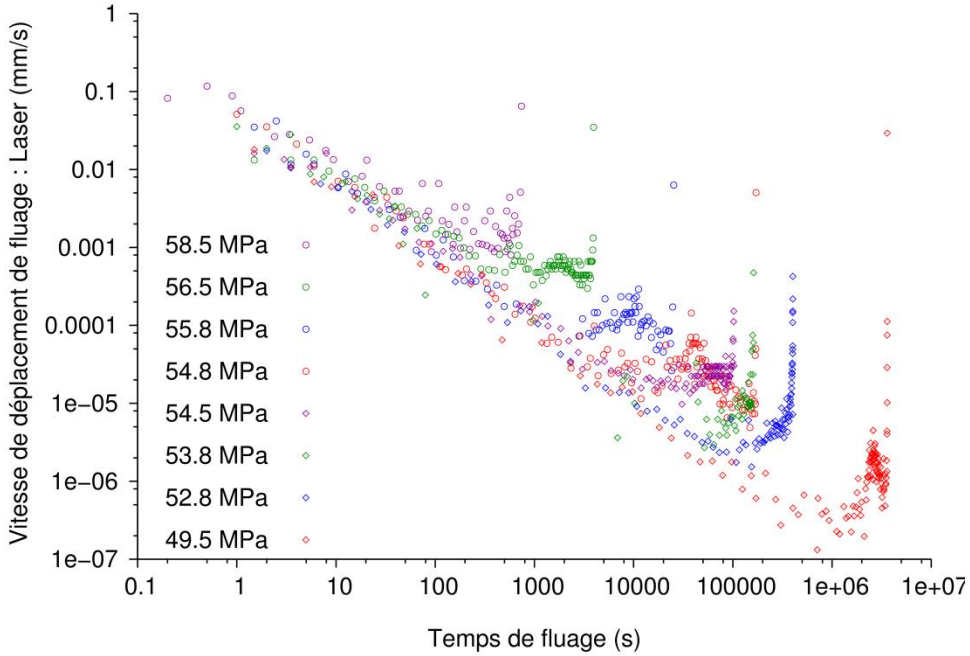


Figure 2. 33 *Evolution de la vitesse de déplacement de fluage traverse (a) et laser (b) en fonction du temps pour différents niveaux de contrainte. Eprouvettes entaillées NT4.*

Contrainte appliquée (MPa)	Vitesse minimale de déplacement de fluage traverse (mm/s)	Vitesse minimale de déplacement de fluage laser (mm/s)	Temps à rupture (s)
58,0	7,42 E-04	6,76 E-04	760
56,5	4,08 E-04	2,98 E-04	3 965
55,8	4,08 E-05	2,62 E-05	25 656
54,8	8,00 E-06	4,52 E-06	172 057
54,5	1,41 E-05	9,72 E-06	102 945
53,8	3,98 E-06	2,60 E-06	162 460
52,8	3,03 E-06	1,53 E-06	402 770
49,5	3,18 E-07	1,32 E-07	3 598 040

Tableau 2. 5 *Vitesse minimale de déplacement de fluage et temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée. Eprouvettes entaillées NT4.*

2.2.3. Temps à rupture

Le temps à rupture est le paramètre important des essais de fluage avec la vitesse minimale de déplacement ou de déformation. L'utilisation des éprouvettes entaillées permet une assez faible dispersion expérimentale des temps à rupture pour une contrainte donnée car le phénomène de localisation de la déformation est beaucoup mieux maitrisé que dans le cas des éprouvettes lisses. La Figure 2.35.a représente dans un diagramme semi-logarithmique la relation linéaire entre la contrainte nette appliquée et le temps à rupture. La Figure 2.35.b représente quant à elle dans un diagramme logarithmique la relation linéaire entre la vitesse de déplacement de fluage et le temps à rupture. Ce résultat est un résultat important des campagnes d'essais de fluage car il constitue la base de la définition et de l'utilisation du paramètre C* de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture [Regrain, 2009] qui sera présenté dans la section suivante traitant des éprouvettes à plus faible rayon d'entaille, parfois appelées éprouvettes fissurées.

Par ailleurs, les résultats d'essais de fluage sur matériau sec obtenus par Regrain ont été comparés à ceux obtenus sur matériau conditionné à HR50 qui viennent d'être commentés. La Figure 2.36 permet de mettre en évidence que la relation linéaire entre vitesse minimale de déplacement de fluage et temps à rupture est la même quelle que soit la teneur en eau du matériau pour les éprouvettes entaillées NT4.

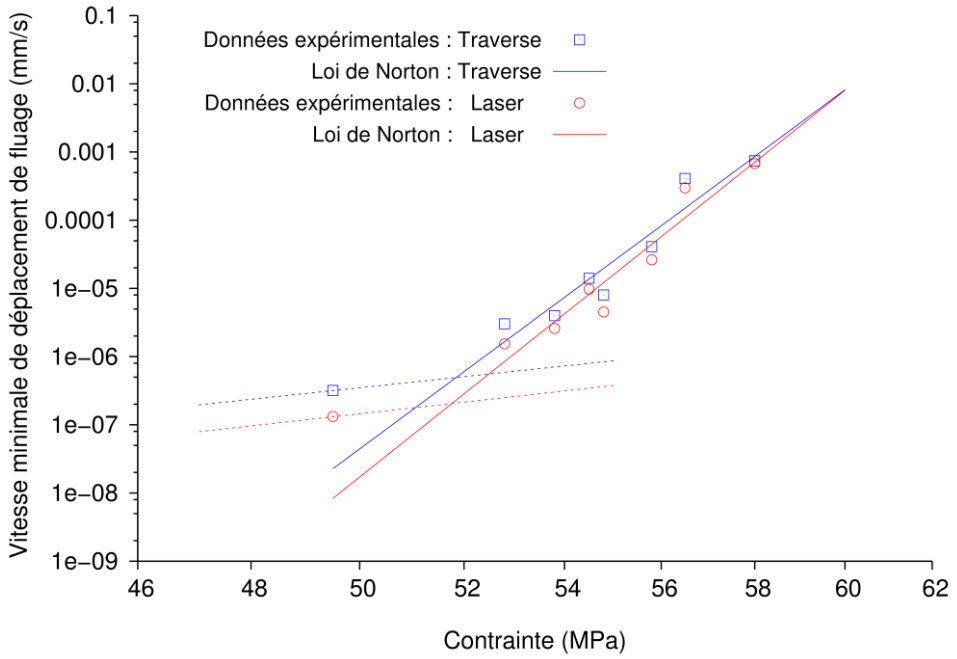


Figure 2. 34 *Vitesse minimale de déplacement de fluage en fonction de la contrainte nette appliquée. Eprouvettes entaillées NT4.*

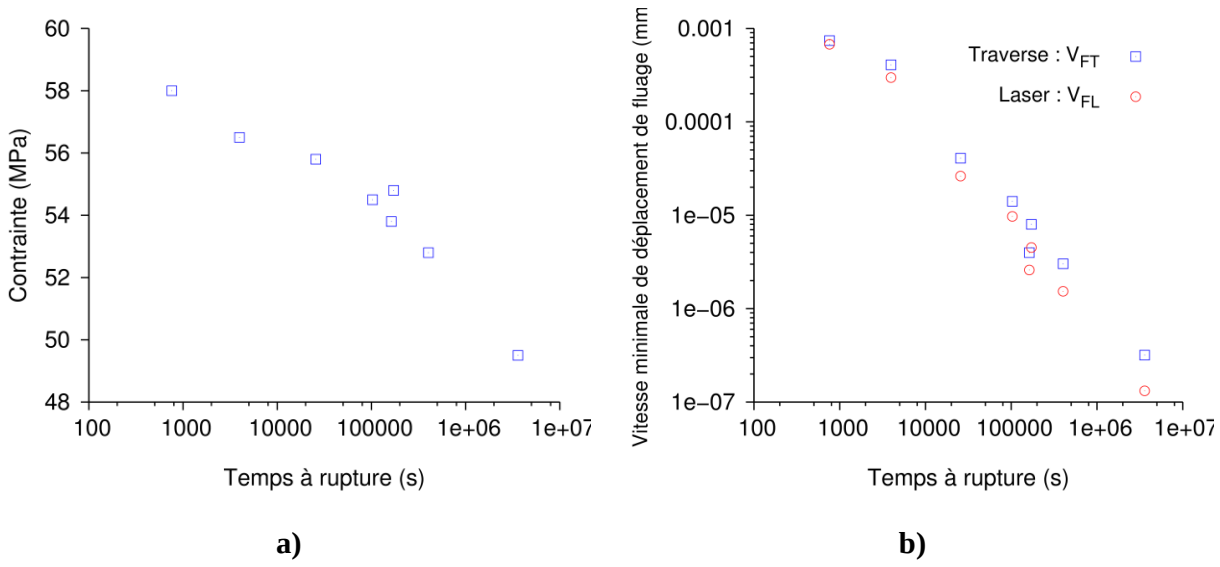


Figure 2. 35 *Relation entre contrainte nette appliquée (a) ou vitesse minimale de déplacement de fluage (b) et temps à rupture. Eprouvettes entaillées NT4.*

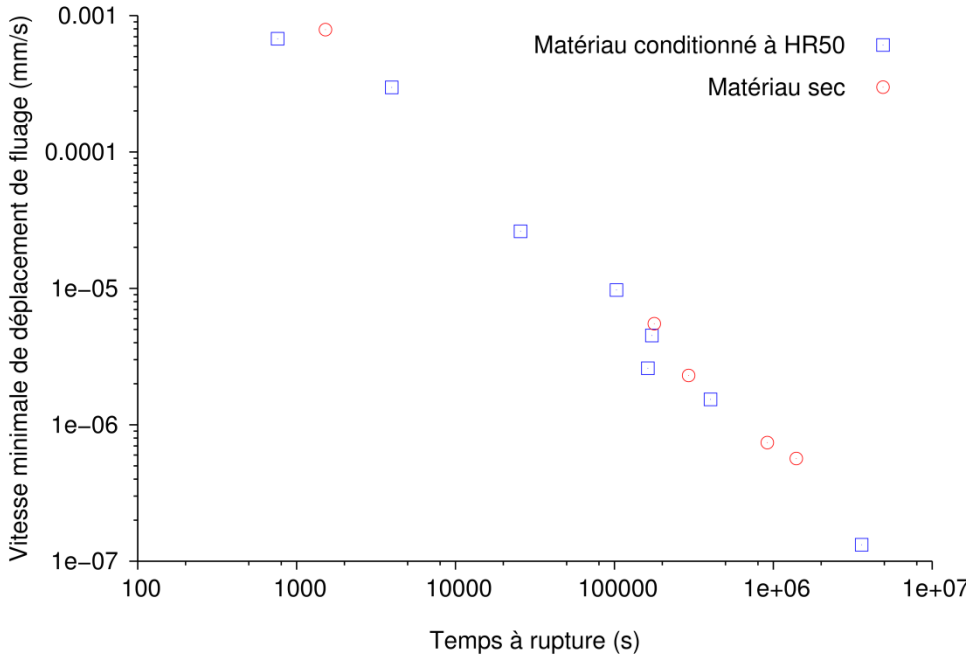


Figure 2. 36 *Mise en évidence de l'absence d'influence de la teneur en eau sur le comportement à rupture des éprouvettes entaillées NT4 déformées en fluage.*

3. Eprouvettes entaillées NT045

Afin de faire varier le taux de triaxialité des contraintes par rapport aux éprouvettes NT4 (taux de triaxialité des contraintes dit « modéré » au centre), le rayon de fond d'entaille a été réduit à 0,45 mm. Des campagnes de traction monotone et de fluage ont été mises en place sur ces éprouvettes entaillées NT045. La comparaison des résultats obtenus sur éprouvettes NT4 et NT045 permet notamment d'établir l'influence de l'état de contraintes sur la réponse mécanique mais aussi sur les phénomènes de cavitation et de rupture en traction monotone et en fluage. Des différences importantes sont attendues puisque le taux de triaxialité des contraintes au centre d'une éprouvettes NT045 est estimé à 1,41 par la formulation de Bridgman [Bridgman, 1944]. Ces éprouvettes sont donc considérées comme des éprouvettes à taux de triaxialité « élevé ». Elles peuvent être aussi considérées comme des éprouvettes intermédiaires entre éprouvettes entaillées et éprouvettes fissurées de la Mécanique de la Rupture (caractérisées par des singularités géométriques dont le rayon tend vers zéro) puisque le rayon en fond d'entaille est très faible. Les résultats obtenus lors de ces campagnes constitueront donc des données relatives au comportement à rupture très intéressantes, la dispersion expérimentale étant beaucoup moins importantes avec ce type d'éprouvettes.

3.1. Traction monotone

3.1.1. Géométrie des éprouvettes et conditions expérimentales

Les éprouvettes de type NT045 sont des éprouvettes axisymétriques entaillées avec un rayon de courbure du fond d'entaille de 0,45 mm. Elles sont donc du même type que les éprouvettes NT4, et leur géométrie est la même que celle des éprouvettes dites « fissurées » utilisées par Regrain [Regrain, 2009]. Cette géométrie est représentée sur la Figure 2.37 et les grandeurs R_0, α et Φ_0 sont définies de la même manière que pour les éprouvettes NT4.

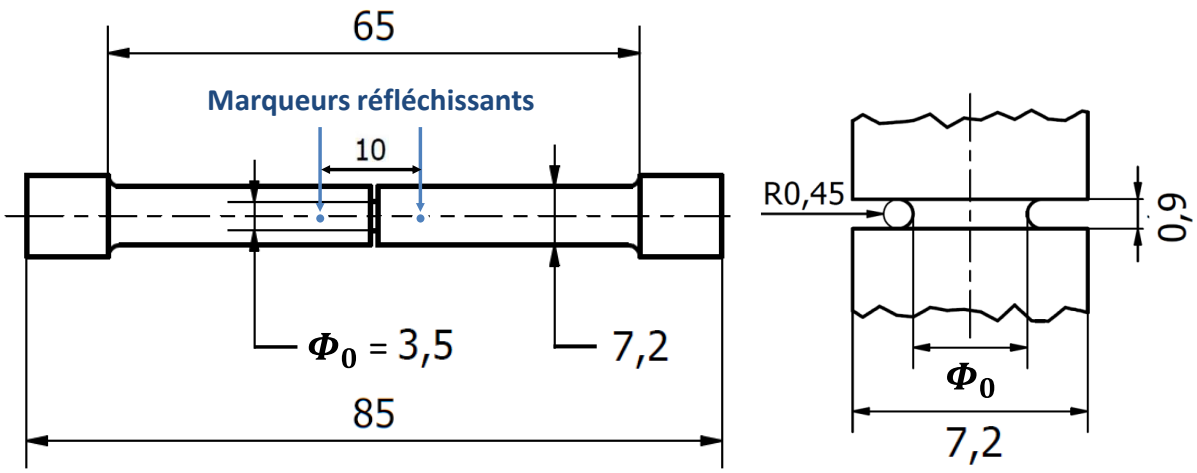


Figure 2. 37 *Géométrie des éprouvettes entaillées NT045 (dimensions données en mm).*

Les conditions expérimentales sont les mêmes que celles mises en place pour les campagnes d'essais sur ces éprouvettes NT4, à ceci près que les essais de traction monotone ont été menés à 0,1 mm/s. Par ailleurs, la mesure par extensométrie laser donne accès à une évolution locale du déplacement au cours de l'essai, mais il n'est pas rigoureux de parler d'évolution de l'ouverture d'entaille puisque les marqueurs réfléchissants sont positionnés chacun à 5 mm du centre de l'entaille et donc pas directement au niveau des épaules de l'entaille.

Comme évoqué dans l'introduction de cette section, le taux de triaxialité des contraintes au centre d'une éprouvettes NT045 est estimé à 1,41 par la formulation de Bridgman [Bridgman, 1944]. L'état de contraintes au sein de ce type d'éprouvette est donc considérablement différent de celui obtenu au sein des éprouvettes NT4 dites à triaxialité des contraintes « modérée ».

3.1.2. Réponse mécanique en traction monotone

Les évolutions en fonction temps de la contrainte nette ainsi que des déplacements traverse et laser au cours d'un essai de traction monotone sur éprouvette NT045 sont représentées sur la Figure 2.38.a. La contrainte nette maximale au pic est environ de 80 MPa et a donc augmenté par rapport aux essais sur éprouvettes NT4, du fait de la forte triaxialité des contraintes dans les éprouvettes NT045. Le phénomène de localisation de la déformation dans l'entaille débute toujours au pic de contrainte. De plus, le tracé des courbes de chargement (Figure 2.38.b) permet de mettre en évidence le fait que le plateau de contrainte visco-plastique est beaucoup plus court pour les éprouvettes NT045 que pour les éprouvettes NT4. La rupture intervient rapidement après la localisation de la déformation, l'entaille s'ouvre peu et le phénomène de rhéo-durcissement n'est pas observé.

3.1.3. Localisation, ré-entaillage et blanchiment

Le phénomène de localisation de la déformation dans l'entaille à partir du pic de contrainte a été établi grâce à la Figure 2.38.a. L'évolution de la forme d'une éprouvette NT045 au cours d'un essai de traction monotone est présentée sur la Figure 2.39. Jusqu'au pic de contrainte (b et c) l'entaille se déforme de manière uniforme et le rayon de courbure de l'entaille augmente. À partir du pic de contrainte (c), le déplacement imposé au niveau des mors de la machine se localise entièrement entre les marqueurs réfléchissants et donc dans l'entaille. Le début de cette localisation s'accompagne d'un début de blanchiment de l'éprouvette au centre de l'entaille. À la fin du très court adoucissement (d), le blanchiment s'est propagé et une zone ré-entaillée peut être distinguée. Il a été impossible de déterminer précisément le rayon de courbure de cette zone ré-entaillée mais la hauteur de la zone ré-entaillée correspond à la hauteur de la zone blanchie. Enfin, juste avant la rupture (e), le blanchiment s'est intensifié et la zone blanchie s'est propagée. Ce blanchiment, a par ailleurs déjà été observé dans la zone strictionné du matériau PA6 de l'étude, à l'état sec, lors d'essais de traction monotone [Regrain, 2009]. Ce phénomène de blanchiment a aussi été mis en évidence lors d'études portant sur le comportement mécanique et la cavitation d'autres polymères semi-cristallins comme le PVDF [Lafarge, 2004] ou le PA11 [Boisot, 2011]. Il a été montré dans la littérature que le blanchiment observé en surface d'éprouvettes sollicitées mécaniquement pouvait être attribué au phénomène de cavitation et donc à la présence de porosités à l'intérieur du matériau polymère [Schirrer et al., 1996] [Gehant and Schirrer, 1999] [Castagnet et al., 2000] [Challier et al., 2006].

a)

b)

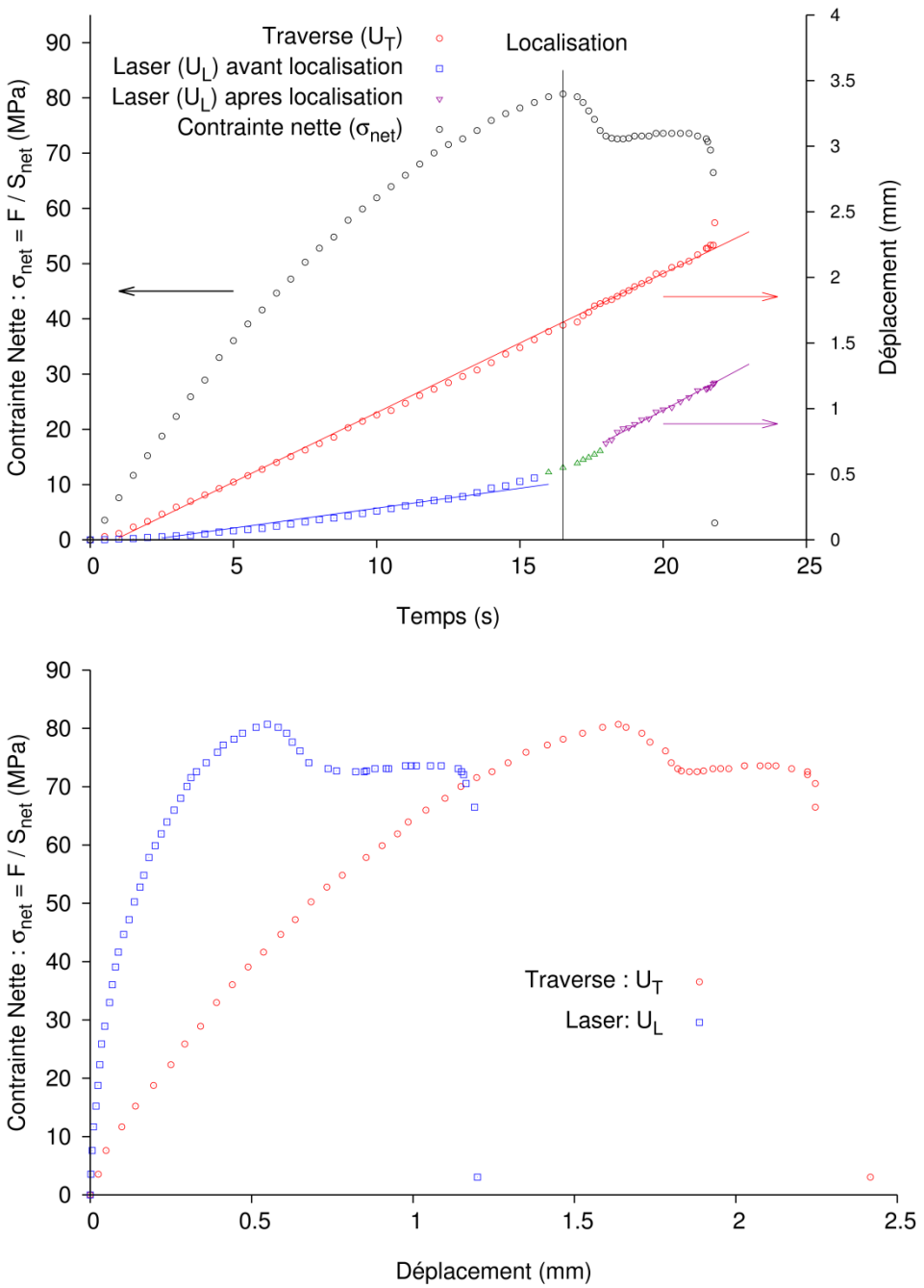


Figure 2. 38 *(a) Évolution de la contrainte nette (σ_{net}), du déplacement traverse (U_T) et du déplacement laser (U_L) en fonction du temps au cours d'un essai de traction monotone. (b) Courbes de chargement en traction monotone. Eprouvette entaillée NT045.*

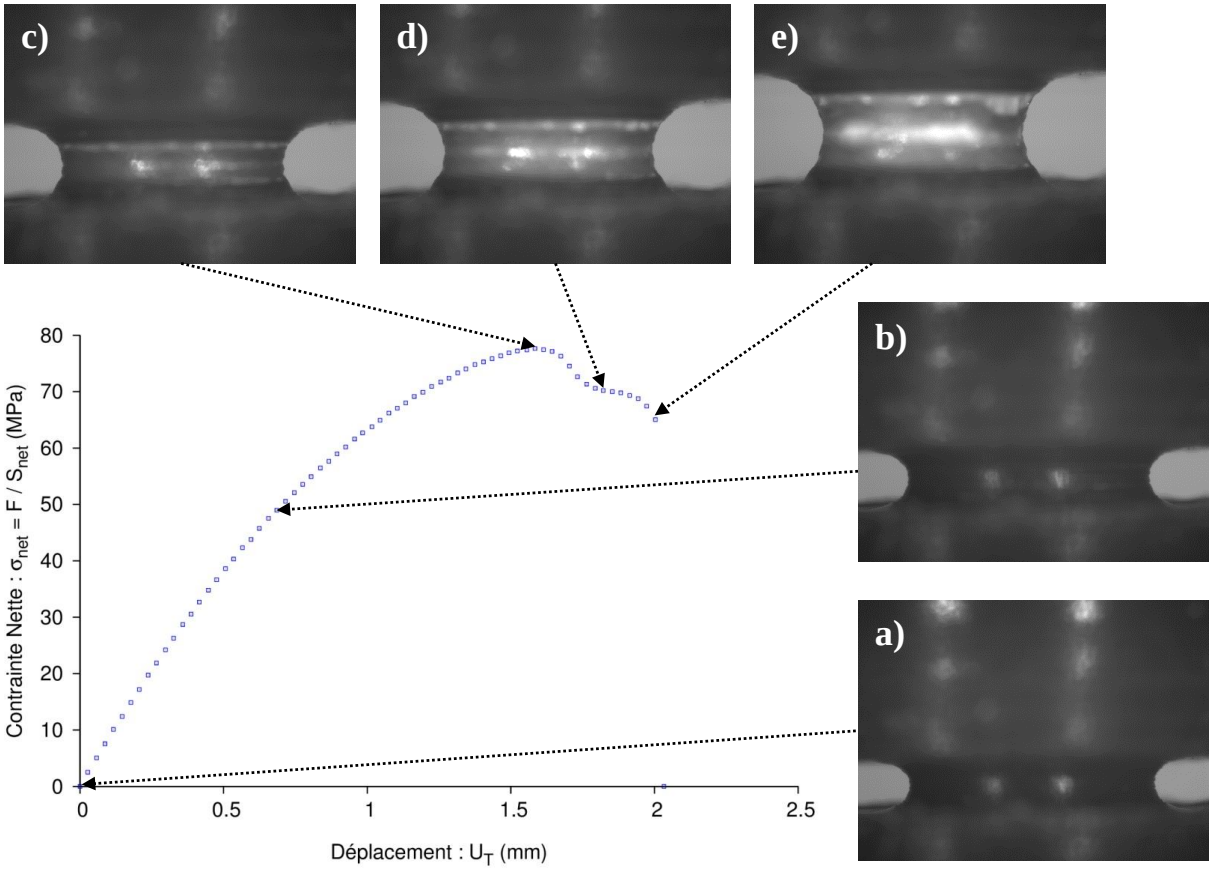


Figure 2. 39 *Phénomène de ré-entaillage sur une éprouvette NT045 au cours d'un essai de traction monotone*

De la même manière que pour les éprouvettes NT4, le diamètre minimal Φ de la zone entaillée d'une éprouvette NT045 a été déterminé sur les photographies prises au cours de l'essai et l'évolution de la réduction diamétrale (donnée par Φ - Φ_0 / Φ_0) a été tracée en fonction du déplacement traverse (Figure 2.40). Avant le pic de contrainte, la localisation de la déformation n'a pas encore eu lieu et la réduction diamétrale est lente. Aux alentours du pic de contrainte, la réduction diamétrale devient de plus en plus importante du fait de la localisation et du ré-entaillage. Enfin, ce phénomène de ré-entaillage sur éprouvettes NT045 n'aboutissant pas, comme sur les éprouvettes lisses et NT4, à la formation d'une nouvelle zone lisse au centre de l'entaille, la rupture intervient sans que la réduction diamétrale retrouve un régime lent et linéaire comparable à celui observé au début de l'essai.

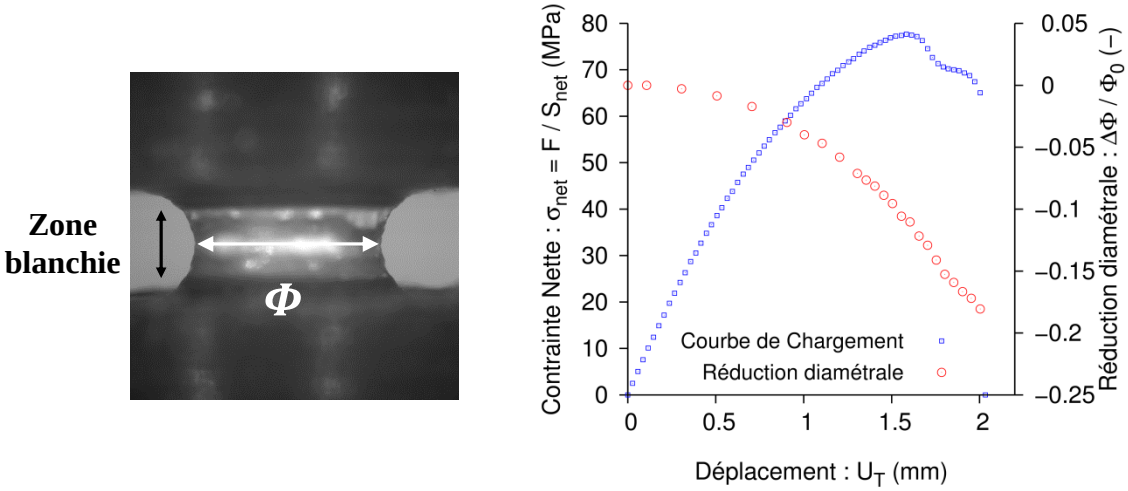


Figure 2. 40 *Evolution de la réduction diamétrale au cours d'un essai de traction monotone sur éprouvette NT045.*

3.2. Fluage

La géométrie des éprouvettes NT045 testées en fluage est celle présentée en Figure 2.38 et les conditions expérimentales sont les mêmes que celles mises en place pour la campagne d'essais de fluage sur éprouvettes lisses et NT4. L'extensométrie laser a été utilisée de la même manière que pour la campagne d'essais de traction monotone.

3.2.1. Courbes de fluage

Les courbes de fluage obtenues pour un essai mené à une contrainte nette de 66 MPa par mesure du déplacement entre les mors de la machine (courbe bleue, déplacement de fluage traverse U_{FT}) et par extensométrie laser (courbe rouge, déplacement de fluage laser U_{FL}) sont représentées sur la Figure 2.41.a. Ces courbes présentent les trois stades classiques du fluage et aucun essai n'a abouti à l'obtention de courbes à deux points d'inflexion comme pour certains essais de fluage sur éprouvettes NT4. Par ailleurs, il est important d'observer que le stade de fluage tertiaire est très court et que la rupture arrive de manière assez soudaine après la fin du stade de fluage secondaire.

La Figure 2.41.b permet d'établir que le début du phénomène de localisation correspond à la fin de la phase de fluage secondaire. En effet, pendant les phases de fluage primaire et secondaire, la vitesse de déplacement de fluage traverse V_{FT} est supérieure à la vitesse de déplacement de fluage laser V_{FL} et la déformation n'est pas totalement localisée dans l'entaille. L'égalité entre ces deux vitesses de déplacement est atteinte vers la fin du fluage secondaire et correspond à une localisation totale de la déformation dans l'entaille. Ainsi, il est possible d'établir une équivalence, du point de vue des courbes de chargement mécanique et de l'évolution de la forme des entailles (localisation et ré-entaillage) entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin du stade de fluage secondaire en fluage pour les éprouvettes NT045. De plus, le fait que le stade de fluage tertiaire soit court et brutal peut être comparé à un comportement équivalent en traction monotone : la rupture intervient rapidement après le pic de contrainte, la phase d'adoucissement ainsi que le plateau de contrainte sont très courts.

Enfin, il est important de remarquer que le phénomène de courbe de fluage à 2 inflexions n'a pas été observé pour ces éprouvettes NT045. Cela est en accord avec la théorie développée par Devilliers [Devilliers, 2011] qui associe l'apparition de ce type de courbe de fluage à une forte ductilité et à la capacité à se déformer de manière importante après le pic de contrainte en traction monotone (et donc à des allongements importants des zones strictionnées).

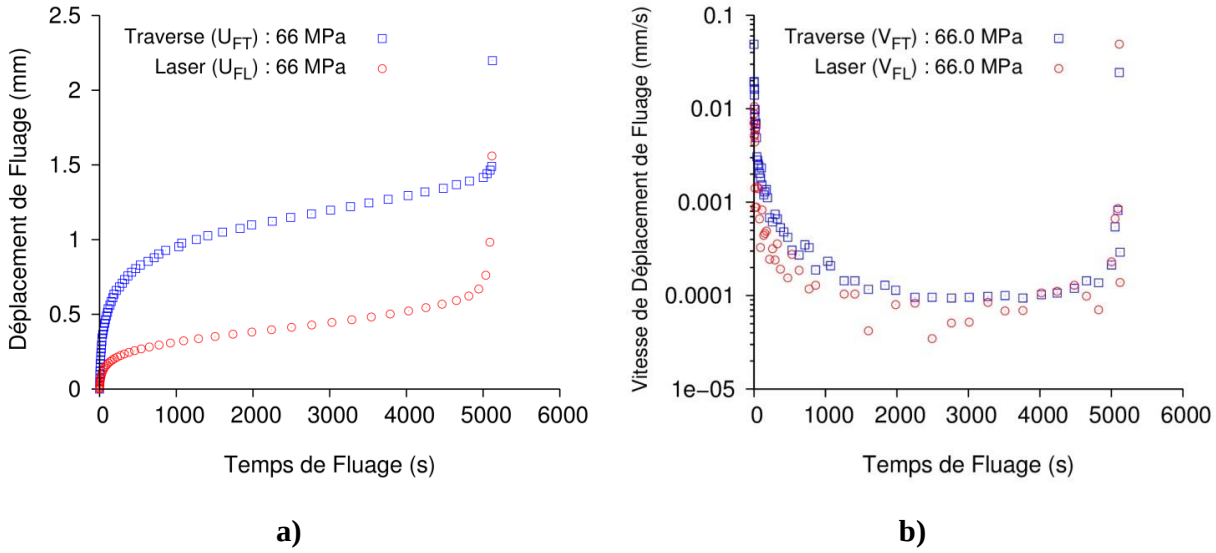


Figure 2. 41 *Essai de fluage mené à 66 MPa sur éprouvette NT045. Évolution du déplacement de fluage (a) et de la vitesse de déplacement de fluage (b) en fonction du temps.*

3.2.2. Vitesse de déplacement de fluage en fonction du temps et de la contrainte

Les essais de fluage sur éprouvettes NT045 ont été menés pour des contraintes nettes comprises entre 73,5 et 58,4 MPa. Le temps à rupture pour l'essai à la plus faible contrainte (58,4 MPa) a été de 117 jours, ce qui a permis d'étudier des plages de durées de vie et de vitesses de déplacement de fluage assez importantes. Les évolutions avec le temps dans un diagramme logarithmique des vitesses de déplacement de fluage entre les mors de la machine (a) et entre les marqueurs réfléchissants (b) sont représentées sur la Figure 2.42. La dispersion expérimentale sur les vitesses est plus importante dans le cas des déplacements mesurés par extensométrie laser car la longueur de jauge (distance entre les points où sont calculés les déplacements) est plus faible que dans le cas des déplacements mesurés entre les têtes des éprouvettes. Néanmoins, dans les deux cas, les courbes de vitesse au cours des stades primaire et secondaire semblent suivre l'évolution d'une courbe maitresse de décroissance linéaire dans le diagramme logarithmique, jusqu'au début du stade de fluage tertiaire. Par ailleurs, ces courbes permettent de déterminer pour chaque essai les vitesses minimales de déplacement de fluage et le temps à rupture. Ces données sont regroupées dans le Tableau 2.6.

Le modèle de la représentation de Norton du stade de fluage secondaire, déjà utilisé pour les campagnes sur éprouvettes lisses et NT4, prévoit une représentation linéaire dans un diagramme logarithmique de la vitesse minimale de fluage en fonction de la contrainte appliquée. La Figure 2.43 permet d'établir que cette corrélation est aussi valide dans le cas des éprouvettes entaillées NT045. En effet, l'évolution des vitesses minimales de fluage (traverse et laser) en fonction de la contrainte

appliquée est fidèlement reproduite pour une fonction linéaire dans le diagramme logarithmique. De plus, la présence de deux régimes linéaires en fonction du niveau de contrainte, observée pour les éprouvettes lisses et supposée pour les éprouvettes NT4 sur ces types de diagramme, n'a pas été observée dans le cas des éprouvettes NT045 sur la plage de contrainte testée.

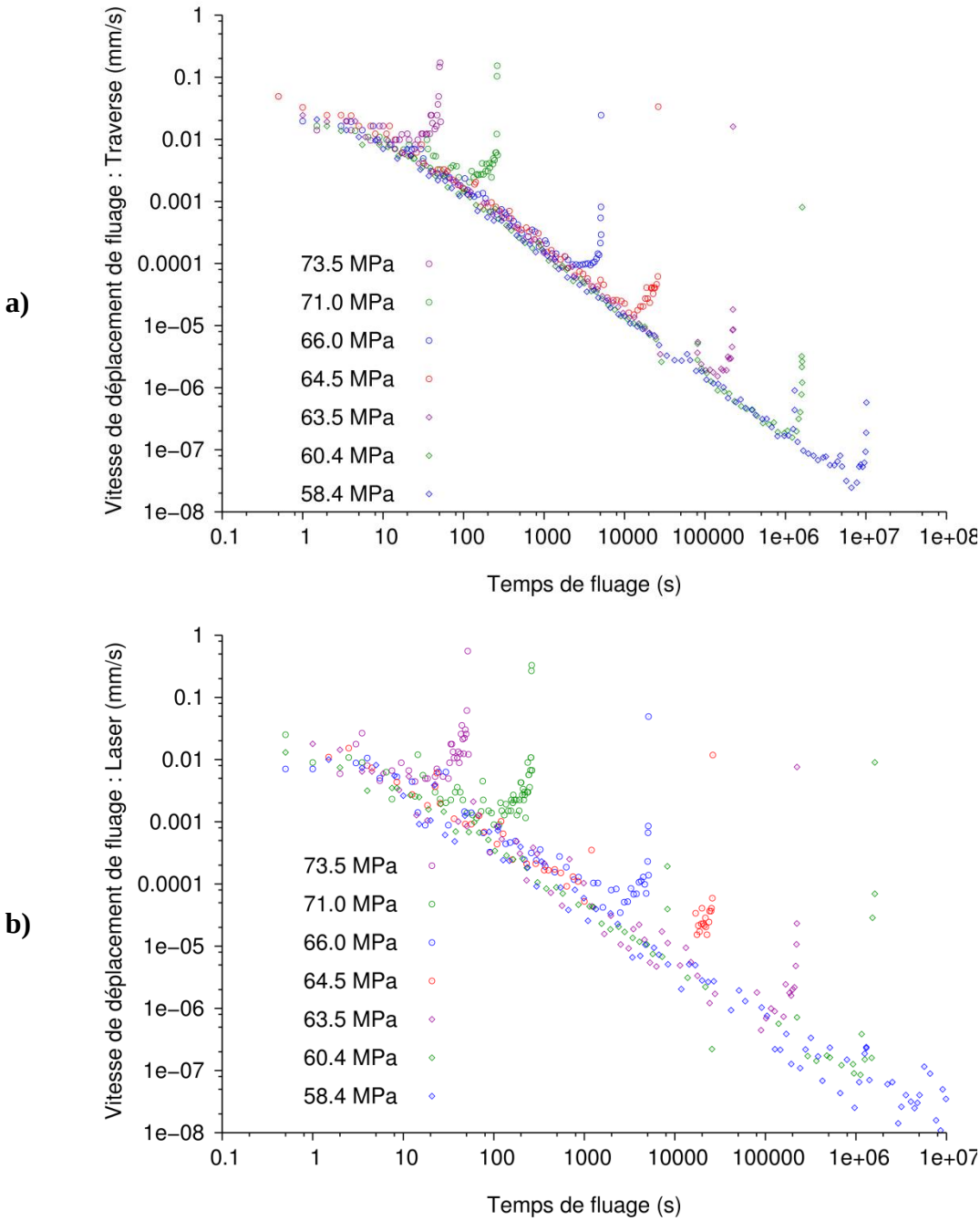


Figure 2. 42 *Evolution de la vitesse de déplacement de fluage traverse (a) et laser (b) en fonction du temps pour différents niveaux de contrainte. Eprouvettes entaillées NT045.*

Contrainte appliquée (MPa)	Vitesse minimale de déplacement de fluage traverse (mm/s)	Vitesse minimale de déplacement de fluage laser (mm/s)	Temps à rupture (s)
73,5	8,16 E-03	4,44 E-03	51
71	1,58 E-03	8,99 E-04	262
66	9,41 E-05	3,46 E-05	5 120
64,5	1,49 E-05	1,53 E-05	26 551
63,5	1,53 E-06	4,45 E-07	223 415
60,4	1,57 E-07	8,54 E-08	1 615 412
58,4	2,45 E-08	1,09 E-08	10 140 456

Tableau 2. 6 *Vitesse minimale de déplacement de fluage et temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée. Eprouvettes entaillées NT045.*

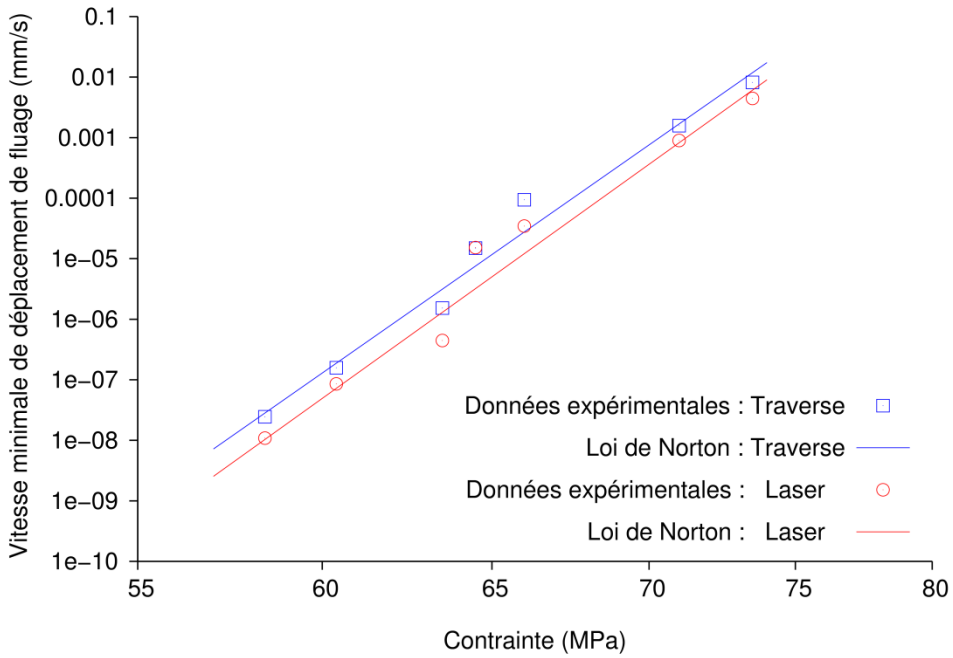


Figure 2. 43 *Vitesse minimale de déplacement de fluage en fonction de la contrainte nette appliquée. Éprouvettes entaillées NT045.*

3.2.3. Temps à rupture

Les éprouvettes entaillées à faible rayon de courbure du fond d'entaille, comme par exemple les éprouvettes NT045, sont parfois appelées éprouvettes fissurées et sont idéales pour l'étude des durées de vie en fluage de structures contenant une entaille ou une fissure. En effet, il est possible de contrôler la sévérité de cette entaille (en jouant notamment sur le rayon en fond d'entaille) et les résultats en termes de durée de vie et de temps à rupture présentent une très bonne répétabilité, alors que les campagnes d'essais de fluage sont réputées pour produire des résultats présentant de fortes dispersions expérimentales. Tout ceci est illustré par les deux graphiques proposés sur la Figure 2.44. Dans un diagramme semi-logarithmique, la relation entre la contrainte appliquée et le temps à rupture dans le cas des éprouvettes NT045 sollicitées en fluage est quasi-parfaitement linéaire (Figure 2.44.a). Ce type de diagramme permet donc d'estimer les durées de vie de structures dont le chargement et la géométrie sont connus. La Figure 2.44.b représente quant à elle dans un diagramme logarithmique la relation entre la vitesse minimale de déplacement de fluage atteinte au cours de l'essai et le temps à rupture. Ces trois grandeurs (contrainte, temps à rupture et vitesse minimale de fluage) sont donc liées les unes aux autres et cette relation peut être mise en évidence grâce au paramètre C^* de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture en fluage. L'établissement d'une courbe maitresse est proposé dans la suite.

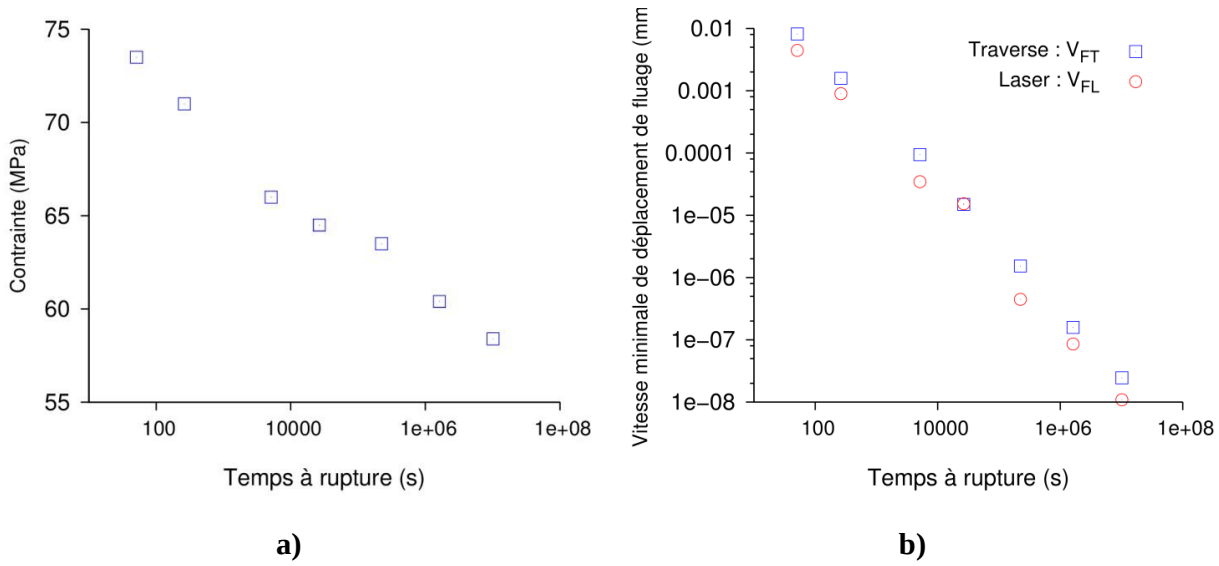
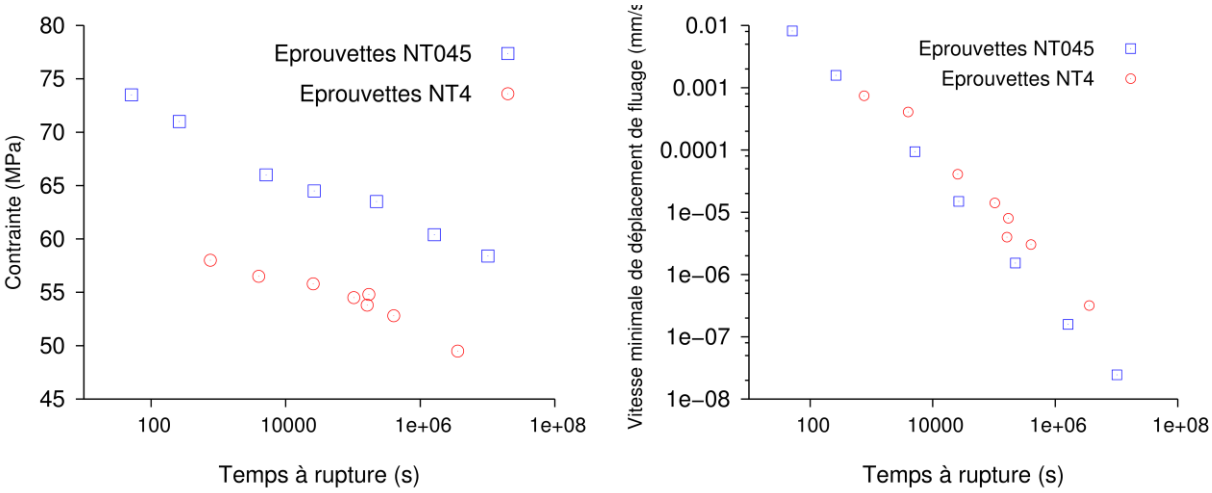


Figure 2. 44 *Relation entre contrainte nette appliquée (a) ou vitesse minimale de déplacement de fluage (b) et temps à rupture. Eprouvettes entaillées NT045.*

Ces résultats sont aussi comparés à ceux obtenus grâce à la campagne d'essais de fluage sur éprouvettes NT4 (Figure 2.45). Sur la Figure 2.45.a, il est important de remarquer qu'à une contrainte nette donnée, les surfaces nettes des éprouvettes NT4 et NT045 étant les mêmes, la durée de vie en fluage d'une éprouvette NT045 est plus importante que celle d'une éprouvette NT4. Ce résultat est donc en contradiction avec une analyse préliminaire classique qui voudrait que la structure ayant le défaut le plus sévère (et donc ici le rayon d'entaille le plus petit) ait aussi la durée de vie la plus faible pour un essai de fluage mené à une contrainte nette donnée. Par ailleurs, la relation entre vitesse

minimale de déplacement de fluage et temps à rupture (Figure 2.45.b) ne semble que très peu dépendante de l'état de triaxialité des contraintes et donc du rayon de l'entaille puisque les résultats obtenus pour les éprouvettes NT4 et NT045 sont très proches.



a) **b)**

Figure 2. 45 *Relation entre contrainte nette appliquée (a) ou vitesse minimale de déplacement de fluage (b) et temps à rupture. Influence de l'état de contrainte.*

Enfin, ces résultats obtenus sur matériau conditionné à HR50 sont comparés à ceux obtenus sur matériaux sec et saturé en humidité par Regrain [Regrain, 2009] sur la Figure 2.46. L'évolution de la vitesse minimale de déplacement de fluage en fonction du temps à rupture de l'essai peut être représenté par la même fonction linéaire dans un diagramme logarithmique quel que soit la teneur en humidité du matériau.

3.2.4. Paramètre C* de la Mécanique non linéaire de la rupture

La réalisation de campagne d'essais de fluage sur éprouvettes entaillées est dictée par le besoin de connaitre le comportement aux temps longs des structures industrielles soumises en service à des efforts constants et donc d'être capable d'estimer leur durée de vie résiduelle. Les outils de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture en viscoplasticité sont performants dans le cadre de l'étude de la durabilité de ces structures en PA6 par exemple [Regrain et al., 2009b]. En particulier, il est possible d'établir une courbe maitresse qui permet de déterminer un temps critique (ici un temps à rupture) en fonction d'un paramètre de chargement en service, ici le paramètre C^* défini par :

$$C^* = \left(\frac{n_2 - 1}{n_2 + 1}\right) \frac{\dot{\delta} \,.\, \sigma_{net}}{2} \qquad (2.11)$$

avec n_2 le paramètre de Norton permettant de décrire le stade de fluage secondaire. Il est donné par la pente de la représentation linéaire de l'évolution de la vitesse minimale de déplacement de fluage laser en fonction de la contrainte (Figure 2.43). Sa valeur est de 57,2 ;

σ_{net} la contrainte nette appliquée ;

$\dot{\delta}$ la vitesse minimale d'ouverture d'entaille de fluage soit la vitesse minimale de déplacement de fluage laser ici.

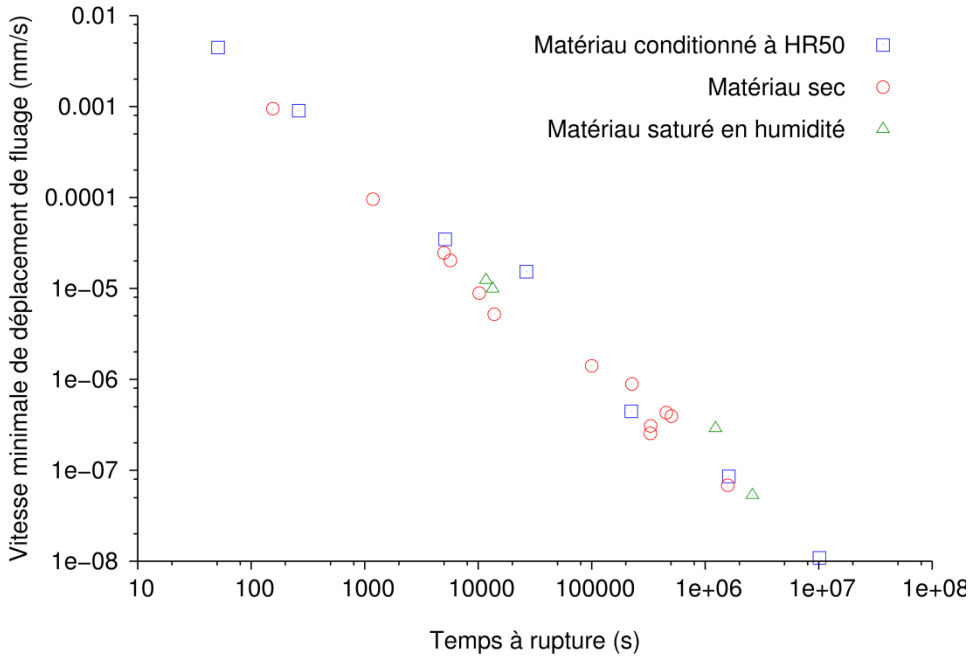


Figure 2. 46 *Mise en évidence de l'absence d'influence de la teneur en eau sur le comportement à rupture des éprouvettes entaillées NT045 déformées en fluage.*

L'équation 2.11 est donc utilisée pour tracer, dans un diagramme logarithmique, l'évolution du temps à rupture t_R en fonction du paramètre de chargement C^* (Figure 2.47). Cette évolution peut être représentée par une droite dans le diagramme logarithmique et donc par une relation classique du type :

$$t_R \, . C^{*\alpha} = A \qquad (2.12)$$

Cette corrélation entre le temps à rupture et C^* est très bonne. Le coefficient de corrélation est de 0,995 et est supérieur par exemple au coefficient de corrélation obtenu de 0,97 dans le cadre de la représentation du fluage secondaire par la loi de Norton à partir (Figure 2.43). Finalement, pourvu que la valeur de la vitesse minimale d'ouverture d'entaille de fluage soit accessible, il est possible d'estimer de manière précise la durée de vie d'une telle éprouvette en fonction de ce paramètre de chargement C^* grâce à une telle courbe maitresse. D'autres méthode de calcul du paramètre C^*

existent dans le cas où cette vitesse minimale de fluage ne peut pas être obtenue, comme par exemple dans le cas des pièces industrielles [Regrain et al., 2009b].

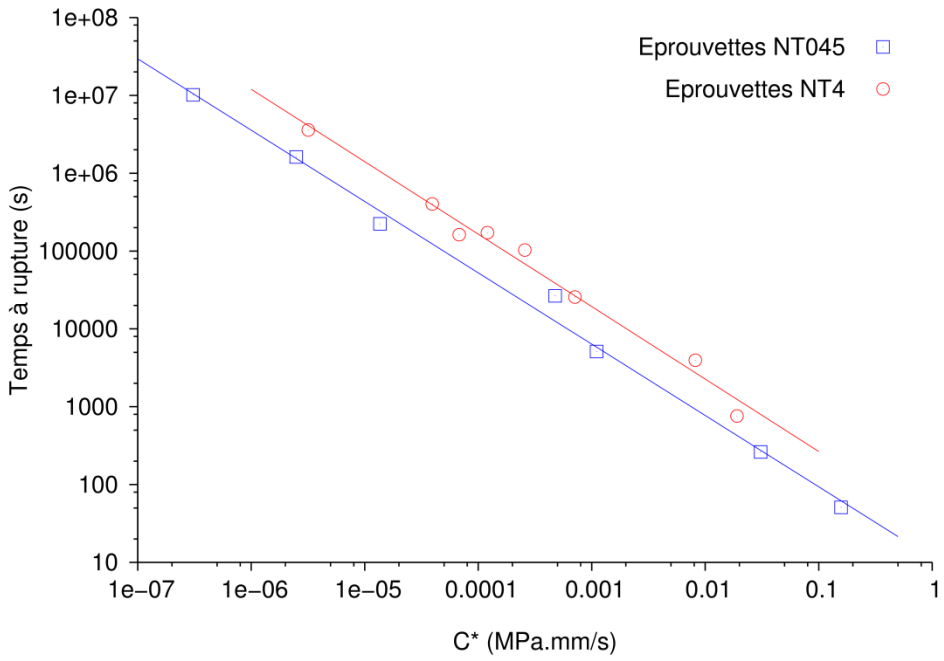


Figure 2. 47 *Evolution du temps à rupture en fluage en fonction du paramètre de chargement C*. Eprouvettes entaillées NT045 et NT4.*

Ces outils ont été développés initialement pour les structures ou éprouvettes fissurées et donc pour des rayons de fond d'entaille petits (généralement inférieurs à 1 mm). En effet, une certaine dispersion sur le temps à rupture existe en fluage sur les éprouvettes à plus grands rayon de fond d'entaille comme les éprouvettes NT4. Cette dispersion est tout de même moins importante que sur les éprouvettes lisses sujettes au phénomène de striction particulièrement aléatoire. Elle peut par ailleurs être comparée à la dispersion expérimentale sur le déplacement à rupture observé lors de la campagne en traction monotone et s'explique par la propension plus ou moins importante de la zone ré-entaillée à s'allonger. Cependant le paramètre C^* a été évaluée pour les essais de fluage menés sur ces éprouvettes NT4 et sont représentés par des cercles rouges sur la Figure 2.47. Le coefficient de corrélation entre la formulation du type $t_R \, . \, C^{*\alpha} = A$ et les données expérimentales est de 0,985 pour ces éprouvettes NT4. Cette corrélation est donc très bonne mais elle est moins fidèle que celle obtenue pour les éprouvettes NT045, ce qui confirme le fait que la réduction du rayon de fond d'entaille réduit la dispersion expérimentale sur les données relatives à la rupture. De plus, la pente de la représentation linéaire dans le diagramme logarithmique est la même pour les deux types d'éprouvettes et le changement d'entaille est seulement responsable d'un décalage des courbes : à une valeur de C^* donnée, le temps à rupture des éprouvettes NT4 est plus grand que celui des éprouvettes NT045.

4. Conclusion

La première étape de la caractérisation mécanique du Polyamide 6 proposée dans ce chapitre a consisté en des campagnes d'essais de traction monotone, fluage et fatigue sur éprouvettes axisymétriques lisses. Ces campagnes ont notamment permis de mettre en évidence le comportement élasto-visco-plastique du Polyamide 6 et l'influence de la prise en eau sur ses caractéristiques mécaniques. Par ailleurs, les résultats en termes de vitesses minimales de déformation de fluage ont mené à la conclusion que les comportements visqueux aux fortes et aux faibles contraintes, quelle que soit la prise en eau du matériau, sont différents. En effet, la représentation dans un diagramme logarithmique de l'évolution de cette vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte appliquée présente deux régimes linéaires bien distincts. Ainsi, la pratique expérimentale en laboratoire qui consiste à caractériser le comportement en fluage aux fortes contraintes (et donc aux temps courts) puis à extrapoler ces résultats pour connaitre le comportement aux faibles contraintes (et donc celui des structures industrielles) est dangereuse du fait de cette bilinéarité. Les principes de dépouillement des essais de fluage qui ont permis de mettre en évidence cette problématique ont été utilisés afin d'étudier le comportement en fatigue d'éprouvettes lisses de Polyamide 6. La fatigue est alors considérée comme du fluage cyclique et une relation de type courbe maitresse a été établie entre vitesse minimale de déformation de fluage cyclique et nombre de cycles à rupture, devant être utilisée dans la plage de contrainte étudiée, sans extrapolation. Enfin, le phénomène de striction a été mis en évidence en traction monotone et en fluage mais pas en fatigue. Cette striction, qui se caractérise par une localisation de la déformation et par une réduction diamétrale localement importante, apparait à partir du pic de contrainte en traction monotone et de la fin du stade secondaire en fluage. Les phases d'adoucissement et de fluage tertiaire observées sur les courbes de chargement sont donc les conséquences de ce phénomène de striction et possèdent une origine structurelle. Ensuite, en traction monotone, le rayon de courbure de la striction diminue, et est minimal à la fin de la phase d'adoucissement. Le champ de contrainte dans la zone strictionnée n'est alors ni homogène, ni uniaxial. Enfin, sur le plateau de contrainte, la zone strictionnée s'allonge et redevient localement lisse. Une première équivalence a donc été établie entre deux points particuliers des courbes de chargement en traction monotone et en fluage : le pic de contrainte et la fin du stade fluage respectivement sont tous les deux caractérisés par l'apparition du phénomène de striction. Cette équivalence n'a pas pu être étendue au cas de la fatigue puisque le phénomène de striction n'a pas pu être observé lors des essais, la rupture intervenant quasiment instantanément à la fin du stade secondaire, le stade tertiaire étant presque inexistant.

Dans la suite, des éprouvettes axisymétriques entaillées ayant un rayon de fond d'entaille de 4 mm ont été sollicitées en traction monotone et en fluage. Ces éprouvettes, dénommées éprouvettes entaillées NT4 (pour « Notched Tensile »), sont considérées comme des éprouvettes à taux de triaxialité modéré et le champ de contrainte au sein des entailles n'est pas homogène. Cependant, de la même manière que pour les éprouvettes lisses, une équivalence a été établie entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin du stade secondaire en fluage. En effet, ces points caractéristiques des courbes de chargement correspondent à l'apparition du phénomène de ré-entaillage qui est un phénomène de localisation de la déformation similaire à la striction. Ce phénomène est d'ailleurs aussi suivi par les phases « structurelles » d'adoucissement et de fluage tertiaire. L'utilisation d'éprouvettes entaillées, en plus de la possibilité d'étudier l'influence de la multiaxialité et de gradients des contraintes et de favoriser le développement de la cavitation, permet de s'intéresser aux données relatives à la rupture notamment en fluage. En effet, le caractère aléatoire du phénomène de ré-entaillage est beaucoup moins important que celui du phénomène de striction sur éprouvettes lisses. Ainsi, une courbe

maitresse définissant une relation linéaire dans un diagramme logarithmique entre la vitesse minimale de déplacement de fluage et le temps à rupture a pu être établie. De plus, cette relation est indépendante de la prise en eau du matériau. Cependant, l'extrapolation de ces résultats dans le but de prédire le comportement aux temps très longs et donc aux faibles contraintes ne peut pas être envisagée. En effet, il a été mis en évidence que les comportements en fluage aux temps longs et aux temps courts ne pouvaient pas être considérés comme similaires, puisque l'évolution de la vitesse minimale de déplacement de fluage en fonction de la contrainte appliquée ne pouvait pas être représentée par une seule loi puissance de type Norton.

Afin d'étudier des singularités plus sévères et le cas de taux de triaxialité considérés comme élevés, des éprouvettes axisymétriques entaillées ayant un rayon de fond d'entaille de 0,45 mm (éprouvettes entaillées NT045) ont été sollicitées en traction monotone et en fluage. L'équivalence, du point de vue des courbes de chargement et de l'évolution de la forme des entailles, entre pic de contrainte et fin du stade secondaire de fluage a été une nouvelle fois mise en évidence. En ces points caractéristiques la déformation se localise totalement dans l'entaille et un blanchiment apparait puis se développe. De plus, le fait que le stade de fluage tertiaire soit court et brutal peut être comparé à un comportement équivalent en traction monotone : la rupture intervient rapidement après le pic de contrainte, la phase d'adoucissement ainsi que le plateau de contrainte sont très courts. Par ailleurs, la diminution du rayon en fond d'entaille des éprouvettes a permis de réduire la dispersion expérimentale des données relatives à la rupture. En effet, les éprouvettes entaillées à faible rayon de courbure du fond d'entaille, comme par exemple ces éprouvettes NT045, sont parfois appelées éprouvettes fissurés et sont idéales pour l'étude de la durabilité en fluage : dans un diagramme semi-logarithmique, la relation entre la contrainte appliquée et le temps à rupture dans le cas des éprouvettes NT045 sollicitées en fluage est quasi-linéaire. De plus, comme pour les éprouvettes NT4, une courbe maitresse indépendante de la teneur en eau et définissant une relation linéaire dans un diagramme logarithmique entre la vitesse minimale de déplacement de fluage et le temps à rupture a été obtenue. En comparant ces résultats, il a été observé qu'à une contrainte nette de fluage donnée, la durée de vie en fluage d'une éprouvette NT045 était plus importante que celle d'une éprouvette NT4. Ce résultat n'est pas trivial puisque l'éprouvette ayant le défaut le plus sévère (et donc ici le rayon d'entaille le plus petit) est aussi celle qui a la durée de vie la plus importante pour une sollicitation de fluage à contrainte nette donnée. Finalement, les trois grandeurs que sont la contrainte appliquée, le temps à rupture et la vitesse minimale de fluage sont les grandeurs mécaniques caractéristiques des campagnes de fluage et sont inter-dépendantes. Cette relation mène à l'estimation de durées de vie résiduelles en fluage à partir des outils de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture en viscoplasticité : le temps à rupture est fonction d'un paramètre de chargement C^* faisant intervenir la vitesse minimale de fluage et la contrainte nette appliquée (Equations 2.11 et 2.12).

CHAPITRE III

Phénomènes de cavitation et mécanismes de rupture induits par des chargements de traction monotone, fluage ou fatigue

Le comportement mécanique, le comportement à rupture et les phénomènes de striction et de ré-entaillage en traction monotone, fluage et fatigue sur éprouvettes lisses et entaillées ont été étudiés au Chapitre précédent. C'est donc le comportement macroscopique, à l'échelle globale de l'éprouvette voire de la structure qui a été caractérisé, pour différents types de sollicitations et pour différents états de contraintes multiaxiaux. Ce comportement macroscopique est à relier directement aux évolutions de microstructure opérant au sein du matériau, à l'échelle locale, permettant d'identifier les mécanismes de déformation principaux associés au Polyamide 6 de l'étude. De plus, la rupture ductile au sein des matériaux polymères semi-cristallins est guidée par des phénomènes de croissance puis de coalescence de cavités.

Ce Chapitre III est donc dédié à l'étude des micro-mécanismes de déformation et de cavitation menant à la rupture dans le Polyamide 6. Les techniques non destructives de tomographie et de laminographie à rayonnement X synchrotron ont été utilisées afin de caractériser l'état de cavitation. Ces techniques sont particulièrement intéressantes car elles permettent d'obtenir des informations en trois dimensions. Elles rendent notamment possible l'étude des gradients des grandeurs caractéristiques de la cavitation induits par les états de contraintes non-homogènes au sein des éprouvettes entaillées notamment. Le fait de travailler avec des données tridimensionnelles a aussi permis d'étudier l'anisotropie des phénomènes de cavitation, que ce soit par une approche statistique en considérant chaque porosité individuellement après segmentation des images ou à partir de la technique de la transformation de Fourier rapide (ou FFT en anglais pour « Fast Fourier Transformation »).

L'objectif est, pour différentes sollicitations (traction monotone et fluage voire fatigue) et pour différents états de contraintes (éprouvettes entaillées NT4 puis NT045 et éprouvettes « Compact Tensile »), d'étudier les distributions spatiales de l'état de cavitation et leurs évolutions temporelles au cours du chargement. Ces états de cavitation sont caractérisés par un taux de porosité volumique, les dimensions caractéristiques des cavités et leurs facteurs de forme (permettant de quantifier l'anisotropie). Et, à partir de l'observation au microscope électronique à balayage des surfaces de rupture, le lien entre croissance et coalescence des porosités et ruine finale des éprouvettes est étudié et des scénarii de rupture sont proposés. De plus, les premiers stades de la cavitation en traction monotone au sein d'éprouvettes lisses ainsi que la localisation de ces phénomènes au sein de la microstructure sphérolitique ont pu être étudiés grâce à des observations en holotomographie avec

une résolution de 50 nm.

Tout au long de ce chapitre, comme dans tout le reste de ce travail de thèse, deux principaux axes de réflexion ont été considérés. D'une part, ces états de cavitation et ces faciès de rupture sont différents pour chaque géométrie d'éprouvettes et il est intéressant de les relier aux états et gradients de contrainte. D'autre part, une équivalence a pu être mise en évidence du point de vue des résultats à l'échelle globale (courbes de chargement, striction et ré-entaillage) entre les sollicitations en traction monotone et en fluage, mais elle n'a pas pu être étendue à la fatigue. Nous chercherons donc à établir cette équivalence à l'échelle locale en comparant les micro-mécanismes de déformations en traction monotone et en fluage mais aussi en fatigue quand cela sera possible.

1. Caractérisation expérimentale des phénomènes de cavitation

1.1. Mécanismes de déformation et de cavitation

L'un des objectifs principal de ce travail de thèse est la caractérisation des phénomènes de cavitation dans le Polyamide 6 qui apparaissent sous différents types de chargement et différents états de contrainte. Il est important de rappeler que la cavitation est souvent différenciée du phénomène de crazing [Friedrich, 1983] [Plummer et al., 1994] [Schirrer, 1995] même si un craze peut être considéré comme un arrangement particulier de cavités de taille nanométrique (parfois appelées vacuoles) entre des fibrilles de matière orientées parallèlement à la direction de sollicitation. Le crazing est par ailleurs associé fréquemment aux matériaux polymères amorphes et il n'a pas été observé au sein du PA6 de l'étude. Dans ce chapitre, la caractérisation des phénomènes de cavitation consistera donc en l'observation et l'analyse de cavités, vides ou pores considérés individuellement comme des objets identifiables et dénombrables [Poulet, 2017]. Ces phénomènes d'endommagement physique (à différencier de l'endommagement mécanique qui est caractérisé par une diminution de la rigidité) sont étroitement liés aux mécanismes de déformation à l'échelle microscopique. Cette relation (pouvant même être qualifiée d'inter-dépendance) ainsi que la multiplicité des mécanismes et la structure multi-échelle des polymères semi-cristallins rendent difficile l'établissement d'un scénario classique permettant une représentation claire de l'évolution de la microstructure au cours de la déformation. Les micro-mécanismes de déformation élémentaires dans ces matériaux polymères semi-cristallins ont néanmoins été identifiés et présentés largement dans la littérature scientifique. Le lecteur est invité à consulter certains travaux de thèse qui en proposent une revue très complète [Scodellaro, 2001] [Lefebvre, 2002] [Boisot, 2011] [Blaise, 2011]. Nous pouvons cependant citer les mécanismes classiques suivants :

- les déformations des cristaux (maclage, glissement, transformation martensitique…) [Haudin et G'sell, 1995] ;
- les mouvements des empilements de lamelles (glissement interlamellaire et séparation intralamellaire) [Blaise, 2011] ;
- les déformations des sphérolites et plus particulièrement les différents comportements en fonction des régions et de leur orientation par rapport à la direction de traction (régions équatoriales, diagonales et polaires). Ces types de mécanismes ainsi que les phénomènes de cavitation associés dans le matériau PA6 de l'étude ont fait l'objet d'une publication [Selles et al., 2017a] et les résultats sont présentés dans la suite de ce chapitre (Section III.4).

De la même manière, les mécanismes de cavitation dans les polymères semi-cristallins ont fait l'objet de synthèses bibliographiques abouties [Boisot, 2009] [Pawlak et al., 2014] [Poulet, 2017]. Les facteurs favorisant l'apparition et le développement des cavités, comme la triaxialité des contraintes (et une pression hydrostatique positive) [Addiego et al., 2010] [Cayzac et al., 2013] ou une mobilité limitée de la phase amorphe [Castagnet et Deburck, 2007] y sont discutés tout comme l'influence de la température, de la vitesse de déformation ou de la microstructure cristalline. Ces mécanismes de cavitation sont souvent décrits par la succession des étapes de germination et de croissance des pores (et parfois de coalescence). La germination correspond à l'apparition de cavités au sein du matériau au cours de la déformation. Elle se produit généralement dans la phase amorphe et est due à la scission

des chaines [Castagnet, 1998]. Cependant, des porosités peuvent aussi exister dans la microstructure initiale du matériau (notamment à cause du procédé de mise en œuvre). La morphologie et la taille de ces cavités sont ensuite susceptibles d'évoluer sous l'effet de la déformation locale, en liaison avec la déformation macroscopique : il s'agit de la phase de croissance qui peut être suivie d'une phase de coalescence qui voit les cavités fusionner ou se réunir et qui aboutit à la rupture finale. Ces phénomènes ont été observés dans de nombreux polymères semi-cristallins comme le poly-1butène [Men et al., 2004], le PVDF [Castagnet et al., 2000] [Cangemi et al., 2004], le polyèthylène [G'sell et al. 2002], ou encore le PA11 [Poulet, 2017]. Ils ont par ailleurs été associés aux phénomènes macroscopiques voire structurels que sont le blanchiment en surface et l'apparition d'une striction au cours de la déformation [Schirrer et al., 1996] [Challier et al., 2006] [Laiarinandrasana et al., 2016a]. Le blanchiment et la striction sont observables à l'œil nu et ne sont que des manifestations macroscopiques des phénomènes de cavitation qui se développent au sein du matériau. Différentes techniques expérimentales peuvent être mises en œuvre afin d'étudier de manière approfondie ces micro-mécanismes.

1.2. Revue des techniques expérimentales

Les phénomènes de cavitation ont été mis en évidence expérimentalement au sein des matériaux polymères grâce au principe de l'interaction rayonnement X-matière. Plus précisément, les techniques de diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS pour « Small Angle X-ray Scattering ») [Balta-Calleja et Peterlin, 1970] [Hughes et al., 1997] [Castagnet et al., 2000] [Zafeiropoulos et al., 2005] [Humbert et al., 2010] [Xiong et al., 2013] et aux grands angles (WAXS pour « Wide Angle X-ray Scattering ») [Butler et al., 1998] [Davies et al., 2004] [Schneider, 2010] permettent d'étudier la morphologie et la taille des cavités au sein d'un matériau à partir de l'interprétation des motifs obtenus. Cette technique est non destructive, permet d'accéder à des résolutions de l'ordre du nanomètre mais aussi de suivre l'organisation microstructurale des polymères semi-cristallins au cours de la déformation grâce à la mise en place d'essais *in-situ*. En revanche, les méthodes SAXS et WAXS ne permettent pas de caractériser les gradients des grandeurs étudiées (comme les dimensions des cavités ou leurs facteurs de forme) au sein du volume inspecté et l'information obtenue correspond à une information moyennée sur l'ensemble de ce volume. Ces techniques ne permettent pas non plus de visualiser directement la microstructure et les porosités. Les interactions lumière visible-matière ont également été utilisées dans le cadre de l'étude des phénomènes de cavitation dans les polymères semi-cristallins et permettent d'obtenir des résultats similaires à ceux obtenus en SAXS et WAXS, avec donc les mêmes avantages (méthode non destructive, essais *in-situ*, haute résolution) et inconvénients (résultats moyennés sur tout le volume inspecté). Les techniques de diffraction et d'absorption ont notamment été mises en œuvre par Schirrer et al. [Schirrer et al., 1996] [Gehant et Schirrer, 1999] et celle du transport de lumière polarisée (IPSLT pour « Incoherent Polarized Steady Light Transport ») par Blaise dans ses travaux de thèse [Blaise et al., 2011] puis par Farge et al. [Farge et al., 2013].

Les méthodes de microscopie électronique peuvent aussi permettre d'étudier la cavitation dans les polymères semi-cristallins. Le microscope électronique à transmission (MET) a été utilisé à partir de 1988 [Galeski et al., 1988] pour le PA6 puis pour le iPS et le POM notamment [Plummer et al., 1994]. Par la suite, le microscope électronique à balayage a été utilisé afin de caractériser la présence et l'évolution des cavités au sein de matériaux polymères [Aboulfaraj et al., 1995] [Pawlak et Galeski, 2008] [Pawlak et Galeski, 2010] [Boisot et al., 2011], tout comme le microscope à force atomique (AFM) [Ferreiro et al., 2000] [Thomas et al., 2007]. Ces techniques présentent l'avantage de permettre

l'observation directe des cavités et ne sont pas basées sur l'interprétation de motifs comme dans le cas des techniques SAXS et WAXS. De plus, les résolutions atteintes sont très hautes et les porosités peuvent être observées de manière très fine. Cependant ces techniques sont destructives et nécessitent une préparation des échantillons assez lourde (polissage, attaque chimique, dépôt Or-Palladium...) voire une coupe susceptible de modifier la microstructure à observer. Par ailleurs, seulement des surfaces peuvent être analysées et les informations récoltées sont 2D : par exemple, les taux de porosité calculés sont des taux de porosité surfaciques et non volumiques. Enfin, les caractérisations *in-situ* en cours de chargement sont très délicates et assez rares [Thomas et al., 2009] [Teixeira-Pinto, 2012].

La tomographie et la laminographie aux rayons X synchrotron sont utilisées depuis la fin des années 1990 en science des matériaux afin d'étudier l'endommagement physique et les évolutions de microstructure [Buffière et al., 1999]. Ces techniques présentent de nombreux avantages : elles sont non destructives, les essais *in-situ* sont possibles [Brusselle-Dupend et al., 2011] [Poulet et al., 2016] [Cheng et al., 2016] [Rolland et al., 2017], les résolutions sont généralement de l'ordre du micromètre et peuvent atteindre quelques dizaines de nanomètre grâce à la nano-holotomographie [Bleuet et al., 2009]. Cette technique récente a notamment été utilisée pour caractériser l'endommagement dans le PEHD par Morgeneyer et al. [Morgeneyer et al., 2014] et dans le PA6 par Selles et al. [Selles et al., 2017a]. De plus, des volumes micrométriques représentant des gradients de densité de matière sont obtenus et leur traitement permet d'accéder à des informations 3D (dimensions des cavités et taux de porosité volumiques notamment) mais aussi d'étudier les variations spatiales de ces grandeurs au sein du volume et donc au sein de l'éprouvette scannée [Laiarinandrasana et al., 2010] [Cayzac et al., 2013] [Laiarinandrasana et al., 2016b]. Ce sont donc ces techniques de tomographie et de laminographie qui ont été choisies et mises en œuvre afin de caractériser les phénomènes de cavitation dans le matériau PA6 de l'étude sous différents types de chargement (traction monotone, fluage et fatigue) et sous différents états de contrainte (éprouvettes entaillées NT4 et NT045, éprouvettes de mécanique de la rupture de type « Compact Tension » et éprouvettes lisses). Le traitement des données de tomographie et de laminographie et les résultats pouvant être obtenus sont présentés dans la suite.

1.3. Traitement des données de tomographie et de laminographie

L'interaction rayonnement X – matière est donc le principe sur lequel les techniques de tomographie et de laminographie aux rayons X synchrotron (nous parlerons simplement de tomographie et de laminographie dans la suite du manuscrit) sont fondées. La tomographie est principalement utilisée pour l'étude des petites éprouvettes (entaillées NT4 ou NT045 par exemple) alors que la laminographie permet l'inspection d'échantillons de type « plaque » ayant deux dimensions beaucoup plus grandes que la troisième considérée comme l'épaisseur (éprouvettes CT). Une présentation détaillée de ces techniques est proposée dans les ouvrages suivants [Landis et Keane, 2010] [Maire et al., 2012] [Thiery, 2013] [Maire et al., 2016]. Nous pouvons rappeler que :

- le rayonnement X de très forte intensité traverse la matière à inspecter suivant différentes orientations ;
- le rayonnement transmis est enregistré par des détecteurs ;
- des volumes numériques en niveaux de gris sont reconstruits mathématiquement à partir des projections. Ces niveaux de gris sont alors caractéristiques des différences d'absorptions et donc de composition du milieu traversé (inclusions, cavités, matière, fibres…).

Dans la suite, la méthodologie de traitement des données de tomographie et de laminographie et les résultats obtenus sont présentés, indépendamment de la technique et du lieu d'observation ainsi que du type d'éprouvette inspectée. En effet, cette méthodologie a été la même pour l'ensemble des campagnes expérimentales de caractérisation des phénomènes de cavitation présentées dans ce manuscrit.

1.3.1. Seuillage et identification des cavités

Les volumes de tomographie ou de laminographie obtenus sont des volumes numériques en niveau de gris. Chaque voxel est caractérisé par un niveau de gris entre la valeur 0 (noir) et la valeur 255 (blanc). Une coupe a été effectuée virtuellement dans un des volumes reconstruit et elle est représentée sur la Figure 3.1.

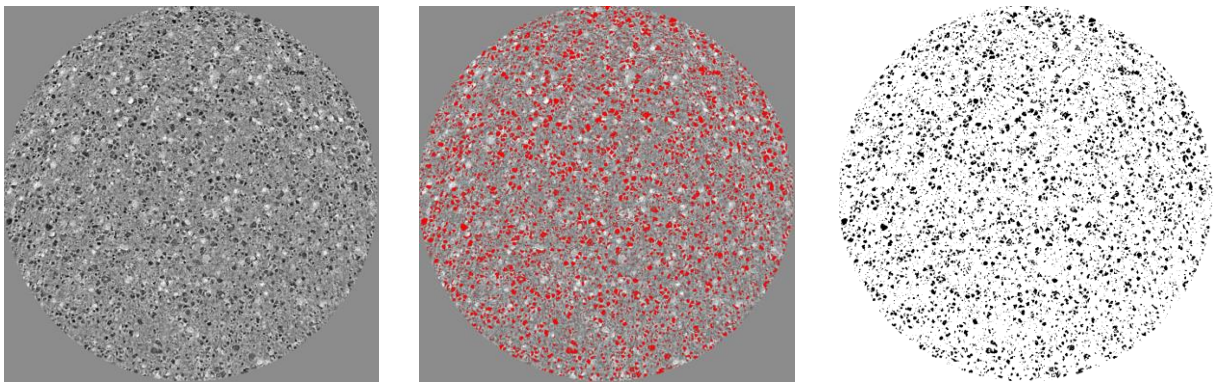


Image Brute | Image Seuillée | Image Binarisée

Figure 3. 1 *Images de coupe issues de scans de tomographie. Illustration des opérations de traitement d'image et de seuillage.*

Sur l'image brute, à gauche, des variations de niveaux de gris peuvent être identifiées : elles sont dues aux variations de densité de la matière traversée par le faisceau de rayons X synchrotron. Les zones les plus claires, de couleur gris clair assez homogène, correspondent aux zones de matière, de PA6 sain. En revanche, les zones les plus sombres, en gris foncé voire en noir, correspondent à des zones de matière beaucoup moins dense qui sont assimilées à des cavités. Enfin, les zones les plus blanches sont dues au contraste de phase aux interfaces matière-vide [Poulet, 2017]. Les volumes bruts permettent une analyse qualitative des tailles, morphologies et distributions spatiales des cavités. Cependant, une analyse quantitative de ces phénomènes de cavitation nécessite un traitement volumique des images. Ce traitement est basé dans un premier temps sur un seuillage en niveau de gris. Un seuil permettant de dissocier les cavités de la matrice saine est choisi (image du centre sur la Figure 3.1). Le choix du seuil est une opération suggestive car elle demande l'interprétation de l'expérimentateur. Nous reviendrons dans la suite sur les biais que ce choix peut engendrer. Enfin, un volume binarisé, représenté par l'image à droite sur la Figure 3.1, est obtenu : les cavités sont représentées en noir et donc isolées de la matrice polymère représentée en blanc. Ces opérations permettent donc de traiter individuellement chaque cavité dans le volume.

1.3.2. Définition d'un volume élémentaire représentatif (VER)

Les grandeurs caractéristiques des phénomènes de cavitation sont susceptibles de varier au sein du volume total reconstruit qui peut avoir des dimensions de plusieurs millimètres de côté selon la résolution et la taille du détecteur. Il est donc important de définir un volume élémentaire représentatif (VER), appelé dans la suite volume d'intérêt statistique (VIS) au sein duquel ces grandeurs soient homogènes. Ainsi, les gradients (soit les variations spatiales) de ces grandeurs d'intérêt peuvent être étudiés en attribuant à chaque VIS les coordonnées spatiales de son barycentre. Dans l'ensemble des campagnes expérimentales, le VIS a été défini comme étant un cube de 50 µm de côté. En effet, cette taille de VIS permet d'avoir de l'ordre d'une centaine de sphérolites (et donc un nombre de cavités suffisamment important) dans chaque cube. Teixeira-Pinto recommande par exemple d'avoir au moins plusieurs dizaines de sphérolites afin de définir un VER satisfaisant [Teixeira-Pinto, 2012]. La taille de VIS choisie est ainsi suffisamment grande pour obtenir des données locales représentatives et suffisamment petite pour avoir des données locales homogènes et pouvoir en étudier les gradients. Finalement, la segmentation des volumes reconstruits, l'identification individuelle des cavités et la définition du volume d'intérêt statistique permettent une étude quantitative rigoureuse des phénomènes de cavitation.

1.3.3. Taux de porosité volumique (V_F)

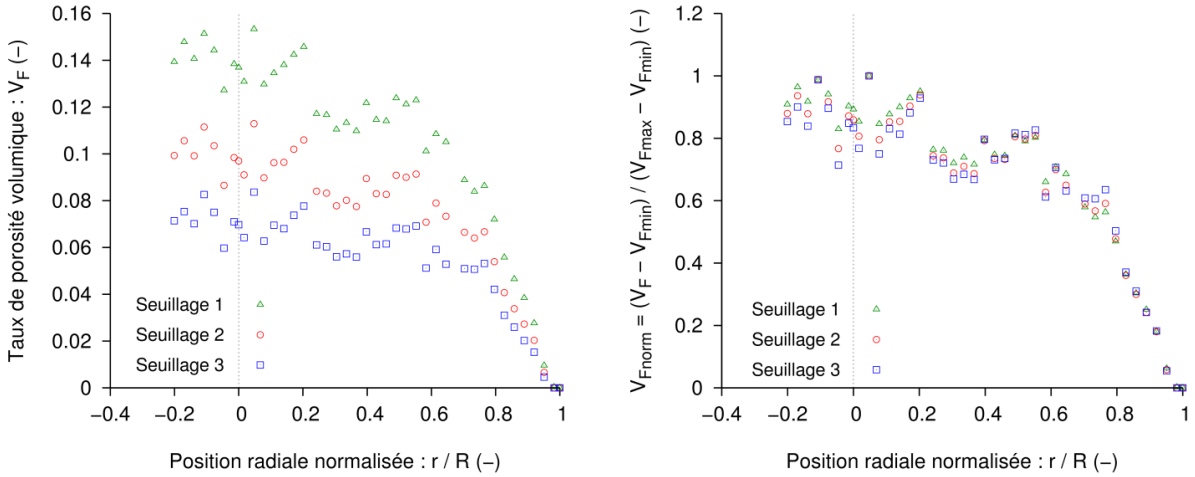
Le taux de porosité est un paramètre essentiel dans l'étude des phénomènes de cavitation. Il est souvent utilisé pour définir des critères de rupture ou de fin de vie de structures ou d'éprouvettes de laboratoire (en comparant le taux de porosité à un taux de porosité critique). En effet, il permet de rendre compte notamment du niveau de développement de l'endommagement physique puisqu'il est défini comme le rapport entre le volume de toutes les cavités d'un VIS et le volume total du VIS. Il est donc bien question ici d'un taux de porosité volumique, V_F. Il s'agit d'un des avantages exceptionnel de la tomographie et de la laminographie puisque ces techniques permettent d'accéder à des résultats en 3D.

Il a été mentionné précédemment que l'opération de seuillage permettant d'obtenir le volume de tomographie ou de laminographie binarisé pouvait introduire des biais et des incertitudes. En effet, le choix de la valeur seuil de niveau de gris a une influence, notamment sur la valeur du taux de porosité volumique calculé au sein d'un VIS. Sur la Figure 3.2.a, l'évolution radiale de V_F (évolution dans la section nette d'une éprouvette NT4 déformée en traction monotone, du centre jusqu'à la surface d'entaille) est représentée pour différentes valeurs de seuil : les seuillages 1, 2 et 3 correspondent respectivement à des valeurs de niveau de gris seuil de 110, 100 et 90. Pour un même VIS, plus la valeur de seuil est élevée, plus le nombre de voxels seuillés et considérés comme étant de la matière cavitée est élevé et donc plus V_F est élevé. Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012] ont donc proposé d'étudier, dans une étude en tomographie sur le PA6 de l'étude, les gradients de taux de porosité volumique normalisés qui peuvent être définis comme suit :

$$V_{Fnorm} = (V_F - V_{Fmin}) / (V_{Fmax} - V_{Fmin}) \quad (3.1)$$

avec V_{Fmax} (et respectivement V_{Fmin}) la valeur maximale (respectivement minimale) du taux de porosité volumique.

La Figure 3.2.b représente l'évolution radiale de V_{Fnorm} et les résultats sont quasiment identiques pour les trois niveaux de seuillage différents. Le taux de porosité volumique normalisé et son évolution spatiale sont donc indépendants de la valeur de seuillage, pourvu qu'elle soit cohérente. De plus, les valeurs brutes de V_F obtenues par le processus de traitement d'images présenté précédemment sont sujettes aux incertitudes dues à la résolution limitée des techniques de tomographie et de laminographie (résolution maximale de 0,7 µm dans le cadre des campagnes d'essais présentées dans la suite en tomographie et laminographie classique). En effet, cette limite de détection est supérieure par exemple à la taille des cavités initialement présentes dans le matériau non déformé (diamètre moyen de 0,1 µm) et ce type de porosité n'est pas pris en compte dans les calculs de taux de porosité volumique. Dans la suite, les valeurs brutes de V_F seront données à titre indicatif mais l'étude portera principalement sur les profils des gradients de taux de porosité volumique et donc sur la localisation des valeurs maximales et minimales de V_F.



a) **b)**

Figure 3. 2 *Influence de la valeur de niveau de gris seuil sur V_F. Evolution radiale du taux de porosité volumique (a) et du taux de porosité volumique normalisé (b).*

1.3.4. Dimensions et facteurs de forme des cavités individuelles

A la suite de l'opération de seuillage, chaque cavité est identifiée de manière individuelle et il est donc possible d'en étudier les caractéristiques principales. La connaissance des coordonnées de son centre de masse permet de la localiser et de l'attribuer au VIS auquel elle appartient. Le volume des cavités est aussi calculé, ce qui permet notamment d'éliminer les objets dont le volume en nombre de voxels est inférieur à un certain seuil (qui est différent selon la campagne expérimentale et donc selon la résolution des images). En effet, ces objets de très petite taille sont considérés comme du bruit et non effectivement comme des cavités [Poulet, 2017]. Enfin, les dimensions de Feret [Feret, 1932] de chaque cavités sont calculées (Figure 3.3). Cette mesure consiste tout d'abord en la définition d'une boite englobante minimale dont les axes (ici sur la Figure 3.3 dans le repère de coordonnées cylindriques (r, θ, z)) sont les axes du volume de tomographie reconstruit. Les cavités observées dans le PA6 de l'étude étant plutôt de forme cylindrique avec une base elliptique et perpendiculaire à la direction de chargement, les dimensions de cette boite seront définis comme suit : d_R et d_θ sont les

dimensions (diamètres) de la base elliptique selon les directions r et θ et h_Z est la dimension (hauteur) selon la direction z de chargement. Ces informations ont pu être obtenues grâce au caractère 3D des données de tomographie et de laminographie. Par ailleurs, les résultats obtenus concernant le volume des cavités individuelles ou de leur boite englobante présentent des dispersions expérimentales très importantes et il n'a pas été possible d'en étudier les évolutions et les gradients.

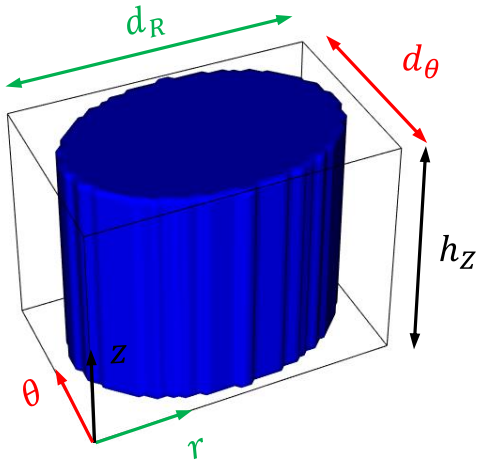


Figure 3. 3 *Définition des dimensions de Feret d'une cavité.*

Les incertitudes et les biais introduits par le choix de la valeur de seuillage ont aussi une influence sur les résultats concernant les dimensions des cavités individuelles. Il est donc aussi intéressant ici de s'affranchir de ces incertitudes en définissant des indices d'anisotropie ou facteurs de forme. De la même manière que dans les travaux de thèse de Poulet [Poulet, 2017], eux même inspirés de ceux de Blaise [Blaise, 2010], les facteurs de forme sont définis par le rapport suivant afin de comparer deux dimensions (ici h_Z et d_R) :

$$A = (h_Z - d_R) / (h_Z + d_R) \tag{3.2}$$

Ces facteurs de forme permettent donc d'apprécier la morphologie et l'anisotropie d'une cavité. Si $A < 0$ alors le diamètre d_R est supérieur à la hauteur h_Z et la cavité est un cylindre aplati, voire un disque. Si $A > 0$ alors le diamètre d_R est inférieur à la hauteur h_Z et la cavité est un cylindre allongé selon la direction de chargement. Un facteur de forme $A = 0$ indique une isotropie de la cavité dans le plan étudié (le plan (rz) dans cet exemple). Dans les articles publiés précédemment qui traitaient de la cavitation dans le PA6 de l'étude et de l'anisotropie des porosités [Laiarinandrasana et al., 2016] [Selles et al., 2016a] [Selles et al., 2016b] [Selles et al., 2017b], les facteurs de forme choisis pour rendre compte de l'anisotropie des cavités étaient caractérisés par un simple rapport de dimensions (du type h_Z / d_R). Les deux définitions donnent des résultats similaires puisqu'elles rendent comptent des mêmes phénomènes. Cependant la définition faisant intervenir le rapport de la différence sur la somme (équation 3.2) a été choisi afin d'étudier l'anisotropie des phénomènes de cavitation car elle permet une continuité de la fonction A entre -1 et 1 et une symétrie par rapport à la valeur 0 qui correspond à l'état d'isotropie. Il est important de noter alors que l'isotropie ainsi définie ne correspond pas forcément à une forme circulaire en 2D ou sphérique en 3D.

Dans chaque VIS, plusieurs dizaines de cavités (jusqu'à plusieurs centaines dans les VIS où le taux de porosité volumique est le plus élevé) sont identifiées. Il faut donc définir une variable statistique représentative de la population de cavités dans un VIS et plus précisément représentative de leurs dimensions et facteurs de forme. Afin d'étudier les gradients correspondant au sein d'une éprouvette déformée, les coordonnées du barycentre du VIS correspondant seront attribuées à cette variable [Laiarinandrasana et al., 2016b] [Selles et al., 2016a]. A titre d'exemple, l'histogramme du diamètre d_R des cavités situées dans le VIS localisé au centre d'une éprouvette NT4 déformée en fluage est représenté sur la Figure 3.4.

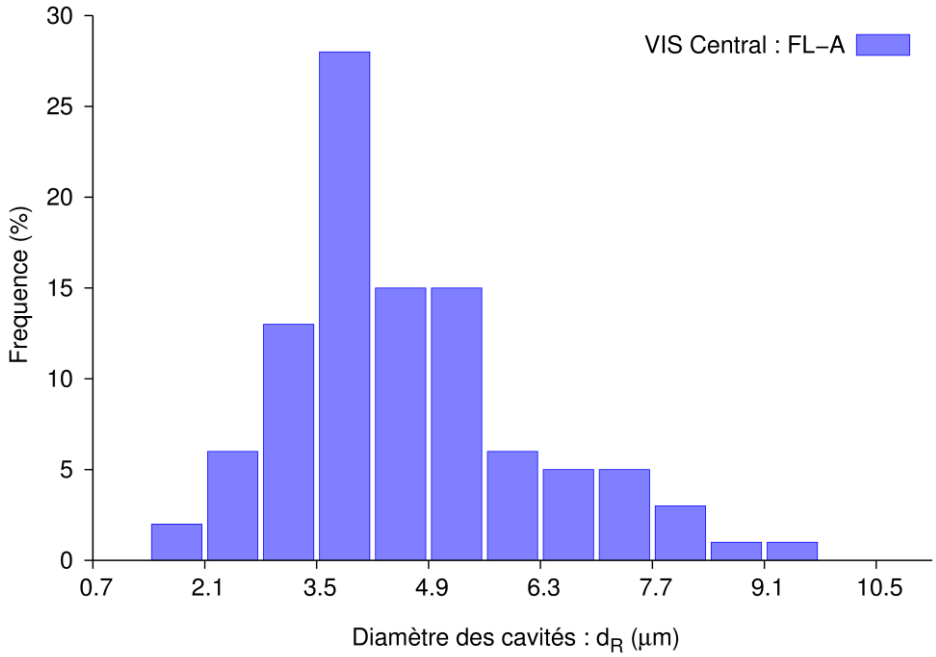


Figure 3. 4 *Histogramme de la répartition du diamètre des cavités (d_R) dans le VIS central d'une éprouvette entaillée NT4 déformée en fluage.*

Deux variables statistiques classiques ont été retenues pour leur complémentarité afin de représenter la population de cavités au sein d'un VIS et ont été comparées tout au long du manuscrit :

- la valeur moyenne qui correspond à la dimension moyenne calculée sur l'ensemble des cavités identifiées. Les valeurs minimales (bruit) et maximales (plusieurs cavités jointes et non séparées par la segmentation) de l'histogramme ont une influence importante sur cette variable bien qu'elles ne soient pas forcément représentatives du phénomène de cavitation réellement observé. Néanmoins, les résultats obtenus en considérant cette variable sont conformes aux tendances et gradients observés qualitativement.
- la valeur modale ou mode qui correspond à la dimension ayant la fréquence la plus élevée. Ce paramètre est moins influencé par les biais introduits par le traitement d'image qui touchent principalement les valeurs maximales et minimales. De plus, il est intéressant de représenter une population de cavités par la dimension qui correspond au plus grand nombre de cavités. Néanmoins, les profils et tendances des gradients de valeurs modales sont parfois plus difficiles à identifier et interpréter.

1.3.5. Transformée de Fourier rapide (FFT)

Afin de valider ces résultats quantitatifs obtenus grâce à la procédure de traitement d'images et d'identification des cavités individuelles, ils ont été comparés à des résultats obtenus par transformée de Fourier rapide (ou FFT en anglais pour « Fast Fourier Transform ») sur les volumes de tomographie et de laminographie.

1.3.5.1. Présentation de la technique

Le principal avantage de la FFT réside dans le fait que cette technique ne nécessite pas de procédure de seuillage puisqu'elle est fondée sur l'analyse directe des images brutes. Ainsi, les incertitudes et biais introduits par l'étape de seuillage sont évités. La méthode ne sera présentée que très brièvement, le lecteur pouvant se référer aux travaux de thèse de Blaise [Blaise, 2011], aux publications associées [Blaise et al., 2010] [Blaise et al., 2012] mais aussi aux travaux de thèse de Poulet [Poulet, 2017]. Une image (en niveaux de gris ou non) présente des caractéristiques fréquentielles. Ces caractéristiques sont mises en évidence grâce à la FFT car les images sont traitées dans l'espace réciproque et donc analysées en termes de représentation fréquentielle (et non plus classiquement en représentation spatiale de l'intensité réelle qui permet de visualiser les niveaux de gris). Alors des informations sur la texture de l'image (et donc sur les périodicités, les objets et leurs orientations) sont contenues dans le spectre de la transformée (qui correspond à l'amplitude ou au module d'amplitude) [Poulet, 2017] :

- les basses fréquences correspondent aux zones de niveau de gris homogène ;
- les hautes fréquences correspondent aux contours des objets, aux zones de changement brutal de niveau de gris.

La mise en œuvre de cette méthode sur un volume de tomographie ou de laminographie donné ne permet pas de localiser les différentes valeurs de fréquence au sein de ce volume. Chaque VIS (sous cube de 50 µm³ dans lequel l'état de cavitation est homogène) doit donc été traité individuellement et la procédure est présentée sur la Figure 3.5. Un VIS est constitué de l'empilement de plusieurs images 2D. Cet empilement peut être un empilement selon la direction z d'images dans le plan ($r\theta$) (Figure 3.5.a) ou un assemblage selon la direction θ d'images dans le plan (rz) (Figure 3.5.b). Le choix du plan d'étude déterminera donc quelles dimensions des cavités et quel facteur de forme associé sont étudiés. Les images dans le plan ($r\theta$) donnent des informations sur les diamètres d_R et d_θ alors que les images dans le plan (rz) donnent des informations sur le diamètre d_R et la hauteur h_Z. Le module d'amplitude de la FFT est calculé pour chaque image 2D (aussi appelée « slice » ou « tranche » de l'image 3D). Ensuite, la moyenne du module de la FFT de toutes les slices du VIS est calculée, ce qui permet d'obtenir des résultats de FFT beaucoup moins bruités que ceux obtenus pour une slice seule. Les motifs FFT obtenus sont représentés en échelle logarithmique dans l'espace réciproque et sont centrés afin que la fréquence nulle soit au centre de l'image.

Une première analyse qualitative peut alors être menée. Dans le plan ($r\theta$) (Figure 3.5.a), le motif FFT obtenu est circulaire et donc isotrope, ce qui est en accord avec la forme des cavités observées sur l'image en intensité réelle : les diamètres d_R et d_θ des cavités sont donc similaires et le facteur de forme dans ce plan est proche de 0. Dans le plan (rz) (Figure 3.5.b), le motif FFT obtenu n'est plus circulaire, ce qui correspond bien à la forme des cavités dans ce plan qui sont plutôt rectangulaires. La partie verticale du motif renseigne sur l'arrangement particulier des cavités en colonnes parallèle à la direction de sollicitation z qui est un autre élément de la texture de l'image en intensité réelle.

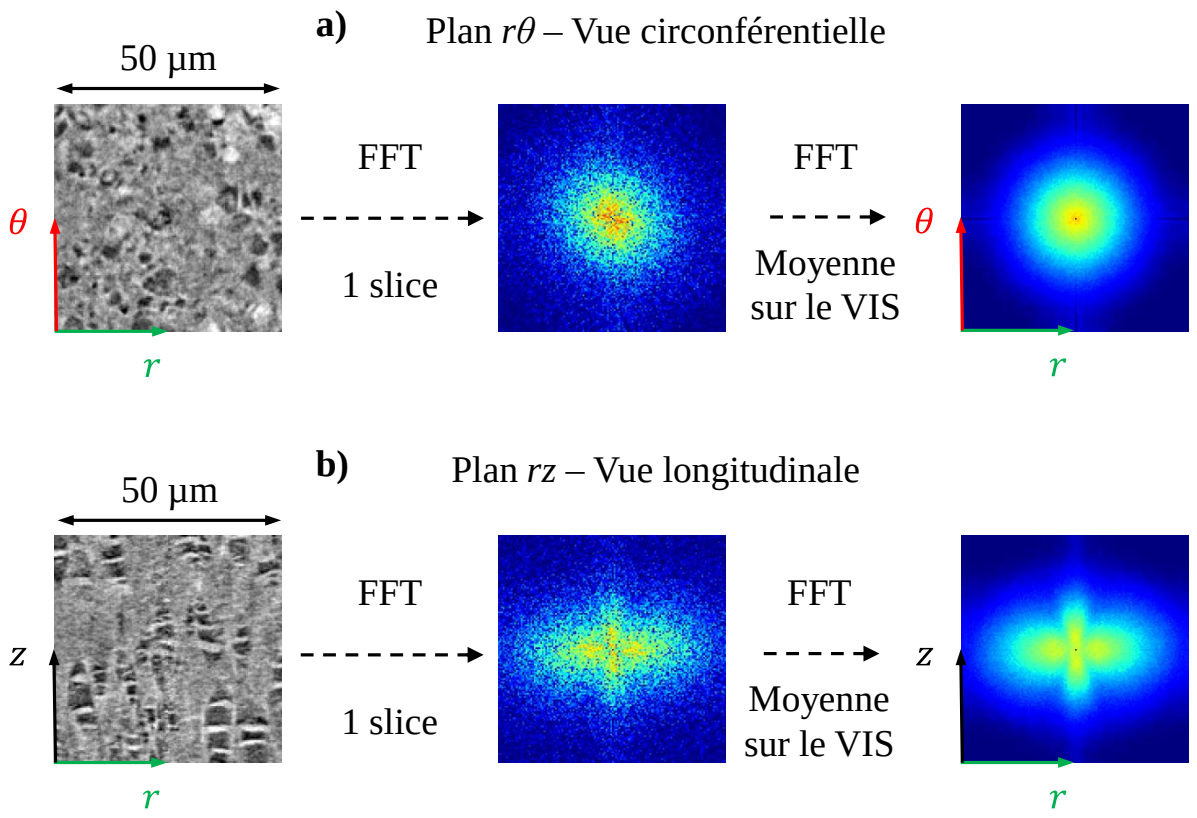


Figure 3. 5 *Présentation de la méthode de la transformée de Fourier rapide (FFT) sur un volume d'intérêt statistique (VIS) selon différents plans. (a) Plan (rθ) et (b) Plan (rz).*

1.3.5.2. Traitement des données et résultats obtenus

Les motifs obtenus peuvent donc être étudiés de manière qualitative comme cela vient d'être évoqué. De plus, le traitement des données de FFT permet d'étudier de manière quantitative l'anisotropie de l'état de cavitation [Blaise, 2011]. Pour illustrer cette procédure, le VIS central d'une éprouvette NT4 sera étudié dans le plan (*rz*) (Figure 3.6.a). L'image FFT doit, dans un premier temps, être transposée dans un repère de coordonnées polaires (p, φ) dont le centre coïncide avec le centre de l'image. Ensuite, une intégration angulaire est réalisée et, pour un rayon p donné, les valeurs d'intensité sont moyennées sur tous les φ [Poulet, 2017]. Ces opérations aboutissent au tracé du graphique sur la Figure 3.6.b, sur lequel l'intensité moyenne I (en échelle logarithmique) est représentée en fonction de la fréquence spatiale f_{SP}. Un seul pic est observé, à la fréquence spatiale f_{SP} *Pic*, alors que la présence de pics multiples peut permettre de définir la taille des objets étudiés [Blaise, 2011]. Les cavités au sein d'un VIS présentent donc certainement une dispersion de taille trop importante pour que la méthode FFT permette d'en définir une valeur caractéristique. En revanche, l'anisotropie des cavités est accessible.

Afin d'étudier cette anisotropie des cavités observées sur les images en intensité réelle, l'évolution du logarithme de l'intensité I à la fréquence spatiale du pic (f_{SP} *Pic*) est tracée en fonction de la coordonnée angulaire φ (Figure 3.6.c). Les angles 0° et ± 180° correspondent à la direction verticale de l'image FFT (direction z dans ce cas) et les angles ± 90° correspondent à la direction horizontale de l'image FFT (direction r dans ce cas). Sur la Figure 3.6.c, il est important de remarquer la forme de la

courbe : l'intensité est minimale aux angles 0° et ± 180° et maximale aux angles ± 90°. Cela traduit le caractère anisotrope des cavités dans le plan (*rz*), avec une dimension des cavités selon la direction z beaucoup plus faible que la dimension selon la direction *r*. Blaise a proposé dans ses travaux de thèse [*Blaise, 2011*] de quantifier cette anisotropie par un facteur de forme similaire à celui déjà défini précédemment :

$$A_{FFT} = (I_0 - I_{90}) / (I_0 + I_{90}) = (I_Z - I_R) / (I_Z + I_R) \quad (3.3)$$

avec $I_0 = I_Z$ l'intensité à l'angle 0° et donc selon la direction *z* dans cet exemple ;
$I_{90} = I_R$ l'intensité à l'angle 90° et donc selon la direction *r* dans cet exemple.

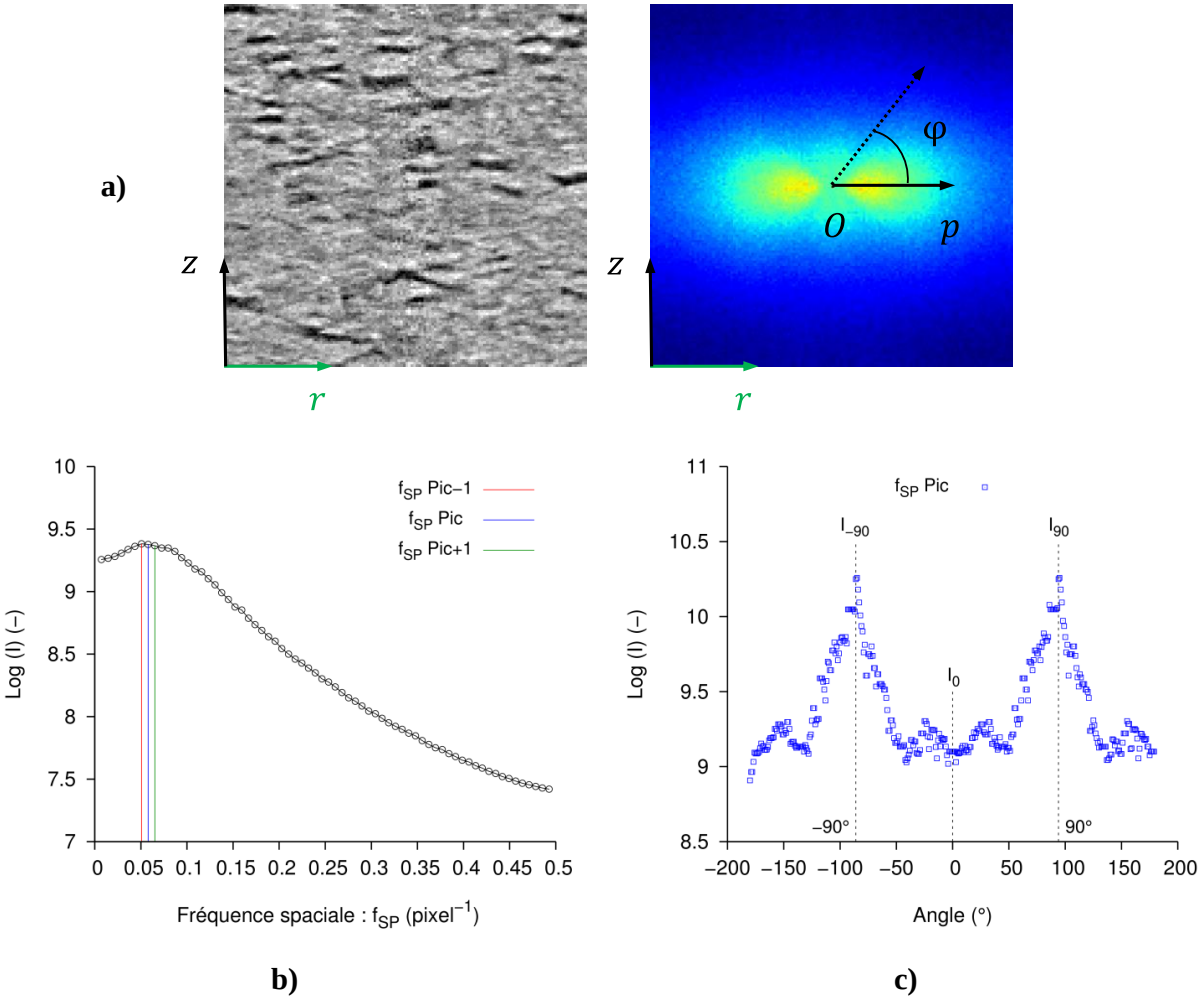
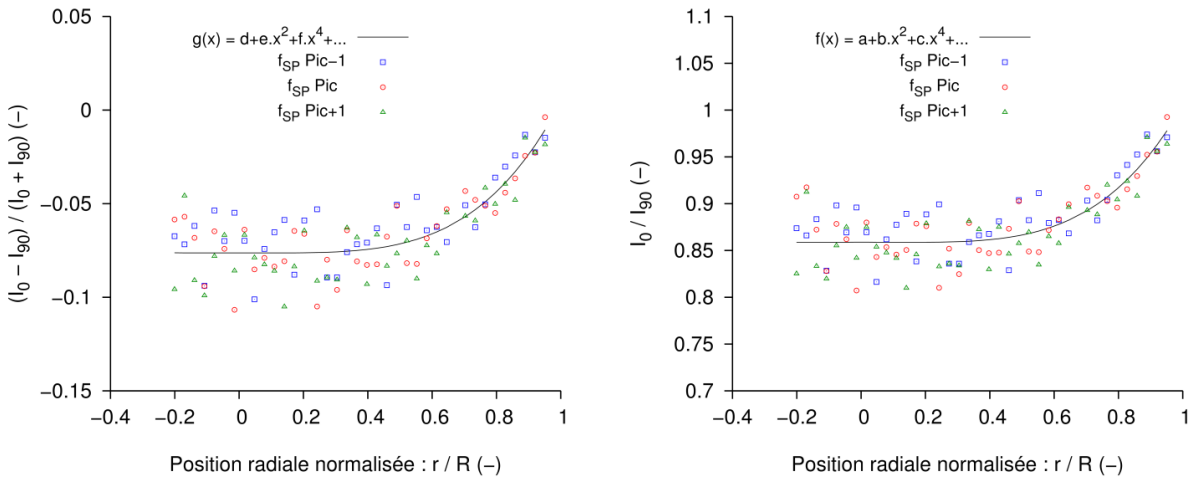


Figure 3. 6 *Etude de l'anisotropie de la cavitation grâce à la méthode FFT. (a) Images en intensité réelle et fréquentielle (b) Evolution de l'intensité fréquentielle après intégration angulaire (I) en fonction de la fréquence spatiale (f_{SP}) (c) Variation angulaire de l'intensité à la fréquence spatiale du pic f_{SP} Pic.*

Le pic d'intensité étant parfois difficile à déterminer sur la Figure 3.6.b, le facteur de forme A_{FFT} a été calculé pour les points juste avant (f_{SP} *Pic-1* en rouge) et juste après (f_{SP} *Pic+1* en vert) le supposé pic.

Cette procédure a été mise en place afin de déterminer les variations spatiales de A_{FFT} et de les comparer avec les facteurs de forme correspondant obtenus grâce au traitement d'images par segmentation. Les évolutions spatiales (ici l'évolution radiale dans la section nette d'une éprouvette NT4 déformée en traction monotone) des facteurs de forme calculés en ces trois positions sont tout d'abord superposées sur le même graphique et présentent le même profil (Figure 3.7.a). Ces données expérimentales sont ensuite représentées par une fonction polynomiale dont les coefficients sont déterminés en minimisant l'erreur entre les données expérimentales et la représentation polynomiale par la méthode des moindres carrés. Cette procédure aboutit donc à l'obtention de gradients continus de facteurs de forme des cavités déterminés par la méthode FFT pouvant être comparé à ceux déterminés après segmentation et analyse des images en intensité réelle. Sur la Figure 3.7.b, l'évolution radiale du facteur de forme défini simplement par le rapport I_0 / I_{90} est donnée à titre indicatif afin de montrer que les résultats sont similaires et représentent bien les mêmes phénomènes.



a) **b)**

Figure 3. 7 *Représentation par une fonction polynomiale de l'évolution spatiale du facteur de forme des cavités déterminé par la méthode FFT.*

2. Eprouvettes entaillées NT4

Un état de contrainte multiaxial favorise l'apparition et le développement des phénomènes de cavitation au sein des matériaux polymères semi-cristallins. Les éprouvettes entaillées NT4 utilisées tout au long de ce travail de thèse permettent de produire un tel état de contrainte multiaxial et de le maitriser (et donc de faciliter l'observation et l'étude de l'état de cavitation). Cet état de contrainte est considéré comme un état à triaxialité modérée puisque le taux de triaxialité des contraintes maximal au centre des éprouvettes NT4 au début des essais est évalué à 0,54. L'étude de ces phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage au sein d'éprouvettes NT4 ainsi que leur comparaison ont fait l'objet de plusieurs publications [Cayzac et al., 2013] [Laiairinandrasana et al., 2016b] [Selles et al., 2016a]. Il est important de noter que ces études et les résultats présentés dans la suite concernent le matériau PA6 dans son état sec. Par ailleurs, ces études ont été enrichies par le développement et l'utilisation de nouveaux outils comme notamment la technique de la FFT présentée précédemment.

2.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation

L'objectif de cette campagne expérimentale est de comparer les phénomènes de cavitation au sein d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone et en fluage. Les essais de fluage *in-situ* étant (pour l'instant) impossible à mettre en œuvre, il a été décidé de mener des essais interrompus en différents points caractéristiques des courbes de chargement. Les éprouvettes déformées ont ensuite été déchargées, démontées puis inspectées en tomographie aux rayons X synchrotron. Cette procédure expérimentale est détaillée dans la suite.

2.1.1. Essais interrompus

2.1.1.1. Traction monotone

Trois essais de traction monotone ont été menés sur des éprouvettes NT4 et interrompus en des points caractéristiques de la courbe de chargement représentée sur la Figure 3.8. Les éprouvettes ont été ensuite déchargées puis démontées. Les photos correspondantes ont été prises dans l'état déchargé après déformation. Il est important de noter que la forme de cette courbe de chargement obtenue pour le matériau PA6 sec est la même que celle de la courbe de chargement obtenue pour le matériau conditionné à HR50 et présentée au Chapitre II. L'éprouvette A (dénommée dans la suite TM-A) a été déformée jusqu'au pic de contrainte et sur la photo correspondante, aucun blanchiment ni ré-entaillage n'est observé. L'éprouvette B (dénommée dans la suite TM-B) a été soumise à un essai interrompu à la fin de la phase d'adoucissement et le blanchiment ainsi que le ré-entaillage peuvent être identifiés sur la photo de l'éprouvette déformée. Enfin, l'éprouvette C (dénommée dans la suite TM-C) a été déformée jusqu'à un état proche de la rupture finale, et le blanchiment ainsi que le ré-entaillage se sont développés par rapport à l'éprouvette TM-B. Les phénomènes de blanchiment et de ré-entaillage étant des manifestations macroscopiques de la présence de porosités au sein du matériau, l'état de cavitation devrait être de plus en plus développé de l'éprouvette TM-A à l'éprouvette TM-C et donc lorsque la déformation macroscopique augmente.

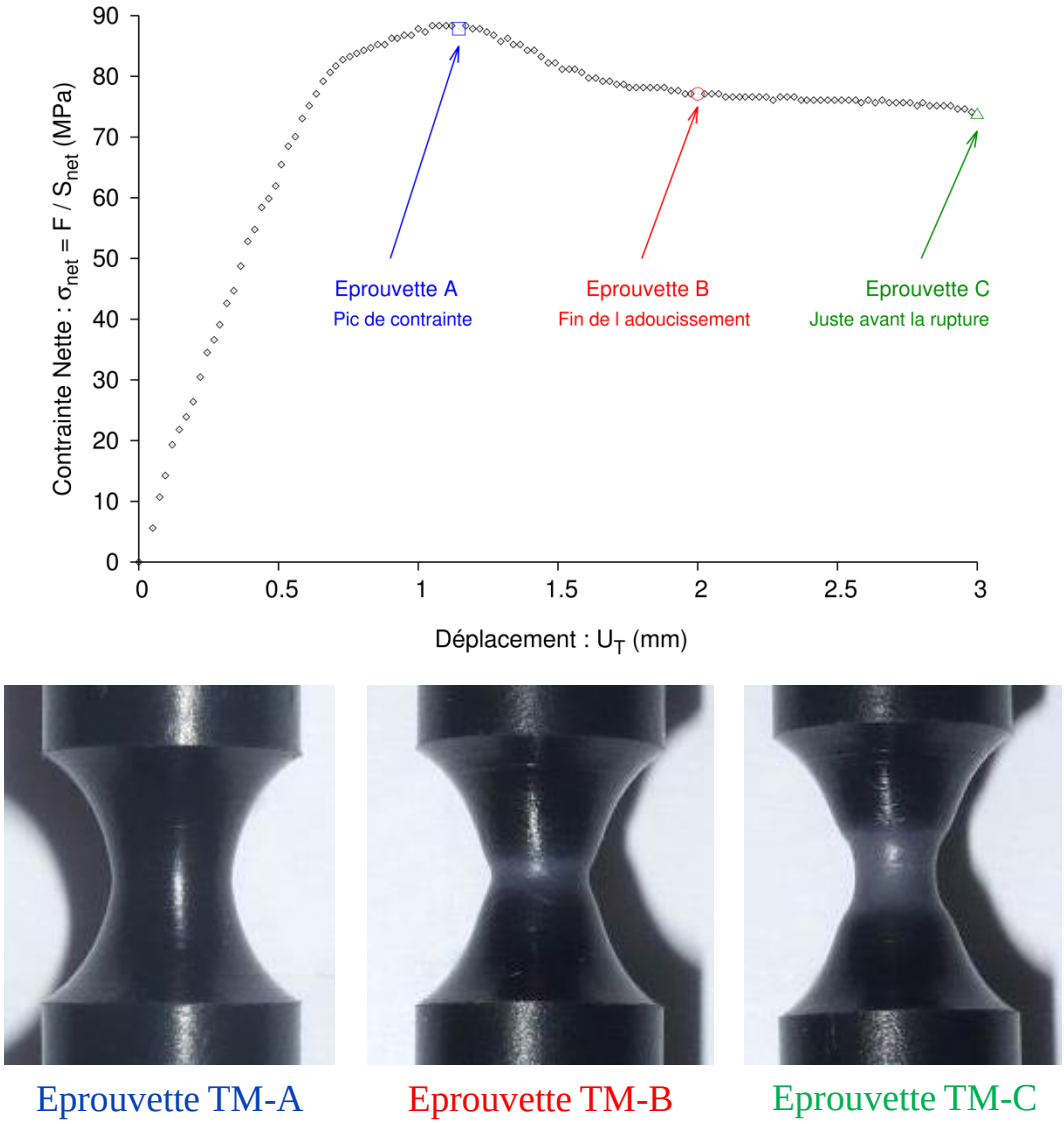


Figure 3. 8 *Essais interrompus de traction monotone sur éprouvettes NT4. Matériau sec.*

2.1.1.2. Fluage

De la même manière qu'en traction monotone, trois essais de fluage interrompus ont été menés sur des éprouvettes NT4. Les courbes de chargement ainsi que les photos des éprouvettes déchargées après déformation sont représentées sur la Figure 3.9. Là encore, ces courbes de chargement présentent bien les mêmes stades classiques (primaire, secondaire et tertiaire) qui ont été identifiés et décrit dans le Chapitre II pour le matériau conditionné à HR50. L'éprouvette A (dénommée dans la suite FL-A) a été soumise à un essai de fluage à une contrainte nette de 71 MPa qui a été interrompu au début de la phase de fluage tertiaire (ou de manière équivalente à la fin du fluage secondaire). L'éprouvette B (dénommée dans la suite FL-B) a aussi été déformée jusqu'au début du stade de fluage tertiaire mais sous une contrainte nette plus élevée de 75,4 MPa. Pour ces deux essais, l'aspect des éprouvettes déformées est le même que celui de l'éprouvette TM-A : le blanchiment ainsi que le ré-entaillage sont tout juste perceptibles. Il sera donc particulièrement intéressant de comparer les états de cavitation au sein de ces éprouvettes (FL-A et FL-B) avec celui au sein de l'éprouvette TM-A afin d'étendre

l'équivalence entre pic de contrainte en traction monotone et fin du stade de fluage secondaire en fluage aux phénomènes de cavitation. De plus, ces deux éprouvettes ont été soumises à des essais interrompus à des stades de fluage équivalents à des contraintes nettes de fluage différentes. La comparaison des résultats obtenus pour ces deux éprouvettes permettra donc d'établir l'influence de la contrainte nette de fluage sur l'état de cavitation à un stade de fluage donné. Enfin, l'éprouvette C (dénommée dans la suite FL-C) a été soumise à un essai de fluage mené à 71,5 MPa et interrompu lorsque le fluage tertiaire était bien établi, juste avant la rupture. L'aspect de cette éprouvette est d'ailleurs similaire à l'aspect de l'éprouvette TM-C puisque le blanchiment et le ré-entaillage sont assez développés. La comparaison des résultats obtenus pour les éprouvettes FL-A et FL-C permettra donc d'étudier l'influence d'une augmentation de la déformation macroscopique en fluage à une contrainte nette donnée sur l'état de cavitation.

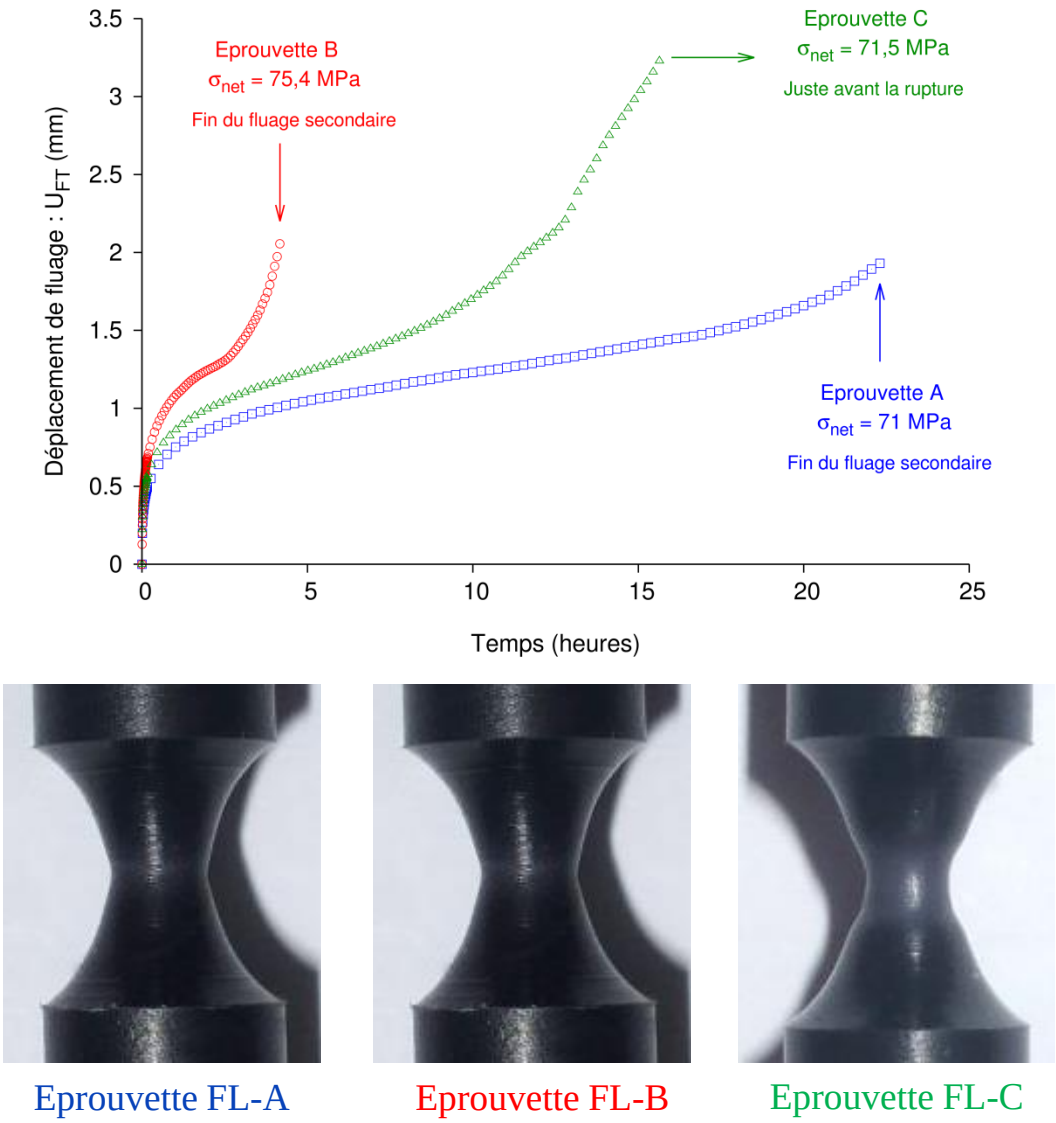


Figure 3. 9 *Essais interrompus de fluage sur éprouvettes NT4. Matériau sec.*

Par ailleurs, afin de comparer les états de déformation de fluage atteints au cours de ces trois essais, une procédure de normalisation est proposée. Grâce notamment aux courbes d'évolution des vitesses

de déplacement de fluage en fonction du temps (non représentées ici), le temps ainsi que le déplacement de fin de fluage secondaire sont identifiés et notés respectivement t_{II} et U_{FII}. Les courbes de fluage proposées sur la Figure 3.9 sont ensuite normalisées par ces grandeurs. Elles sont représentées sur la Figure 3.10. Les éprouvettes FL-A et FL-B ont été déformées jusqu'au début du stade de fluage tertiaire et que l'éprouvette FL-C a été déformée d'avantage au cours du fluage tertiaire, jusqu'à atteindre un état proche de la rupture.

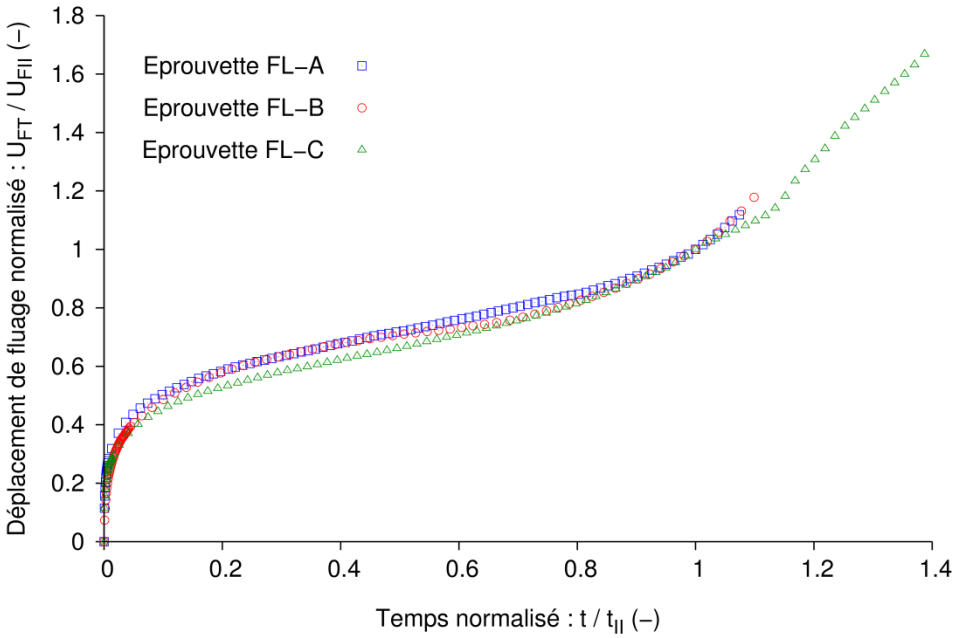


Figure 3. 10 *Courbes de fluage normalisées d'essais interrompus sur éprouvettes NT4.*

2.1.1.3. Eprouvettes déformées

Afin de comparer dans la suite les résultats obtenus pour chacune des éprouvettes et plus particulièrement les évolutions spatiales des grandeurs caractéristiques de la cavitation, une procédure de normalisation a été mise en place (et définie dans la suite). Cette procédure fait notamment intervenir le rayon de la section nette ou section minimale, R, défini selon l'axe r ainsi que la hauteur de la zone entaillée, δ, définie comme la distance entre les deux épaules de l'entaille selon la direction de chargement et donc selon l'axe z. La dimension h_b correspond à la hauteur de la zone blanchie. Cette dimension augmente de TM-A à TM-C et donc lorsque la déformation macroscopique augmente.

2.1.2. Tomographie à rayonnement synchrotron

2.1.2.1. Conditions expérimentales

Les inspections en tomographie de ces éprouvettes déformées ont été effectuées 2 mois après la réalisation des essais mécaniques à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble sur la ligne ID19. Les conditions expérimentales complètes ainsi que les différents paramètres d'acquisition ont été publié précédemment [Laiarinandrasana et al., 2012]. Seuls les paramètres les plus importants seront rappelés ici. Le faisceau utilisé est un faisceau parallèle monochromatique

caractérisé par une énergie de 17,6 keV. Un scan de tomographie est constitué de 1500 radiographies enregistrées sur 180° de rotation. Le temps d'exposition par radiographie est de 0,1 sec, ce qui a abouti à une durée totale de scan de 3 minutes, suffisamment petite pour considérer que la microstructure n'a pas été altérée par le faisceau. La taille des voxels isotropes est de 0,7 µm et la taille en voxels des volumes reconstruits de 1024 x 1024 x 512.

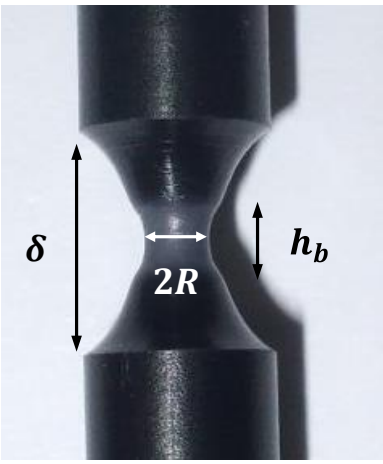


Figure 3. 11 *Dimensions caractéristiques des éprouvettes NT4 déformées.*

2.1.2.2. Tomographie locale – Volumes d'Intérêt Tomographiques (VIT)

Les volumes reconstruits, appelés Volumes d'Intérêt Tomographiques (VIT), sont cylindriques et ont une taille de 716 µm x 716 µm x 358 µm (dans le repère cylindrique (r, θ, z)). Ces dimensions sont largement inférieures aux dimensions du volume à inspecter, notamment au diamètre des sections nettes des éprouvettes déformées qui sont de l'ordre de 3 mm. Lorsque l'échantillon à observer est plus grand que le champ de vue du détecteur, la méthode dite de la « tomographie locale » peut être utilisée et permet d'éviter des coupes non maitrisées dans les échantillons [Youssef et al., 2005]. Cette méthode consiste en l'acquisition de plusieurs VIT dans les zones principales d'intérêt, et revient donc à une coupe virtuelle des échantillons. La localisation des VIT au sein des éprouvettes NT4 déformées est représentée en bleu sur la Figure 3.12.a. Ils peuvent être représentés par des rectangles dans le plan longitudinal (rz), l'axe z étant colinéaire à la direction de sollicitation, et par des cercles dans le plan circonférentiel ($r\theta$), soit le plan de la section nette. Le premier VIT est acquis au centre de l'éprouvette. Ensuite, l'éprouvette est déplacée selon les axes r ou z et plusieurs VIT sont acquis respectivement dans la section nette de l'éprouvette jusqu'à la surface de l'entaille et le long de l'axe de révolution de l'éprouvette en direction de l'épaulement.

2.1.2.3. Etude des gradients – Volumes d'Intérêt Statistiques (VIS)

Comme cela a été présenté précédemment, des gradients de taux de porosité volumique, de dimensions ou de facteurs de forme des cavités existent au sein d'un même VIT. Il est donc nécessaire de diviser les VIT en Volumes d'Intérêt Statistiques (VIS) de plus petite taille, définis comme des cubes de 50 µm de côté, au sein desquels les grandeurs caractéristiques de la cavitation sont considérées homogènes. Et l'analyse des gradients des grandeurs caractéristiques de l'endommagement laissent penser que cette hypothèse est raisonnable. La division des VIT en VIS (grille rouge en 2D) est illustrée par la Figure 3.12.b.

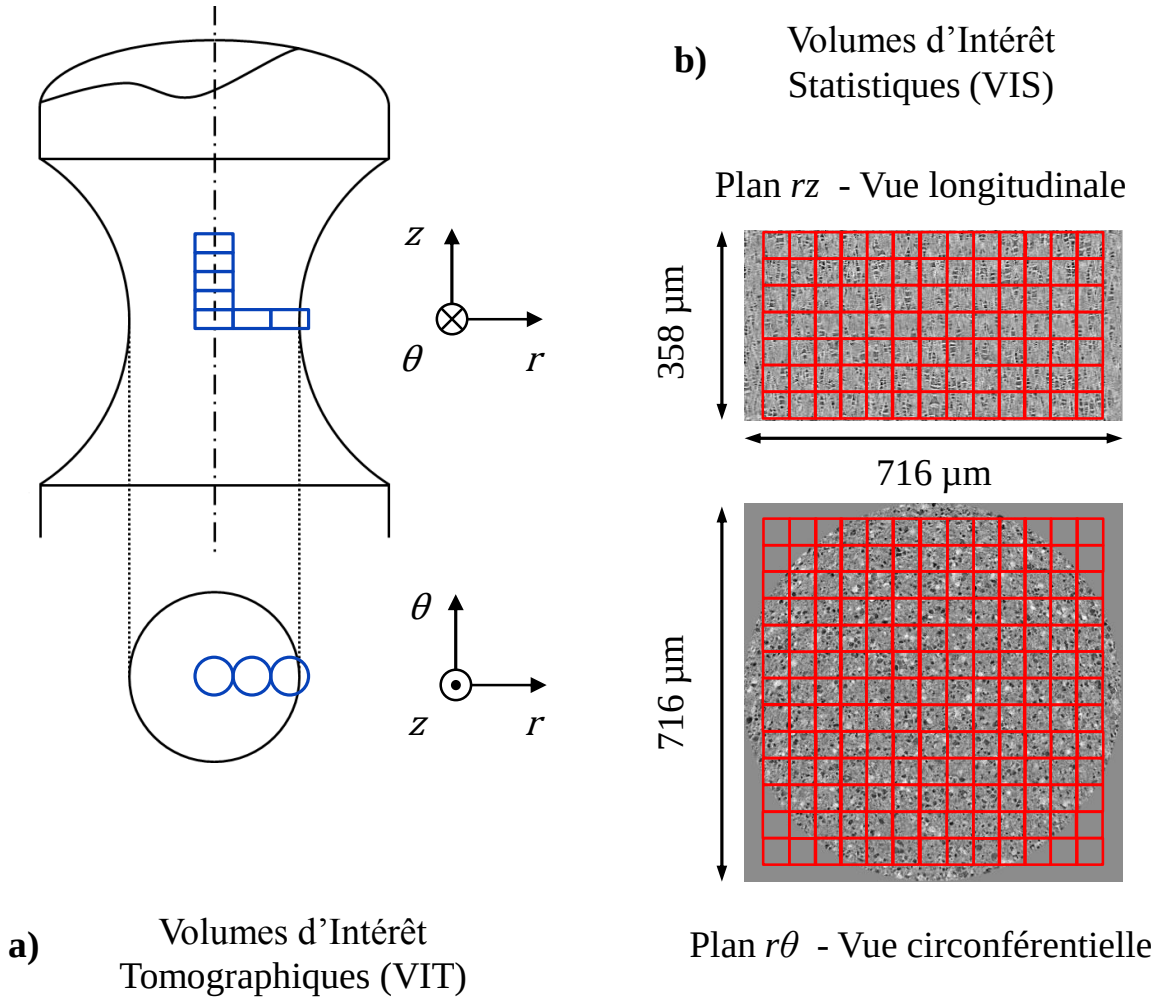


Figure 3. 12 *Méthode de la tomographie locale. Définition et localisation des volumes d'intérêt tomographiques (a) et statistiques (b). Eprouvettes NT4.*

2.2. Etude qualitative de la cavitation – Morphologie et distribution spatiale des cavités

La première étape de caractérisation de l'état de cavitation au sein des éprouvettes déformées consiste en l'étude qualitative des résultats et donc en la description des images et volumes en intensité réelle (et donc en niveaux de gris) obtenus par tomographie.

2.2.1. Au centre des éprouvettes

L'état de cavitation au centre des éprouvettes déformées en traction monotone et en fluage est représenté sur les Figures 3.13.a et 3.13.b respectivement par des cubes de matière de 140 µm³ dont la hauteur coïncide avec l'axe de révolution des éprouvettes et donc avec la direction de sollicitation. Les résultats pour les éprouvettes TM-A, FL-A et FL-B sont similaires ce qui encourage à étendre à l'état de cavitation l'équivalence entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin du stade secondaire

en fluage. De plus, le fait que ces résultats soient similaires entre FL-A et FL-B (ce qui est vrai pour l'ensemble des résultats de cette campagne expérimentale de tomographie) indique que le niveau de chargement d'un essai de fluage (et donc ici la contrainte nette appliquée) n'a pas d'influence sur l'état de cavitation pourvu que les essais soient interrompus à des stades de fluage équivalents. Au centre de ces éprouvettes, les cavités peuvent être assimilées à des cylindres aplatis dont la base est circulaire, dans le plan ($r\theta$) et donc perpendiculaire à la direction de sollicitation. Dans le plan (rz), les cavités peuvent être vues comme de fins rectangles, de fines bandes et la hauteur h_Z des cavités est plus faible que leur diamètre d_R ou d_θ. On parle parfois de « penny shape » ou de cavités oblates pour définir ce type morphologie. Au centre de l'éprouvette TM-B, les cavités sont toujours des cylindres mais leur hauteur a augmenté par rapport à TM-A. Enfin, la morphologie des cavités au centre des éprouvettes TM-C et FL-C, toutes deux issues d'essais interrompus juste avant la rupture finale, est similaire. Les cavités sont toujours cylindriques mais leur diamètre a diminué alors que leur hauteur a augmenté. Ces cavités tendent vers une morphologie de type prolate, surtout si l'on fait abstraction des parois minces qui séparent les cavités empilées en colonne. De plus, la densité et le volume des cavités semblent avoir augmenté par rapport à TM-A et FL-A.

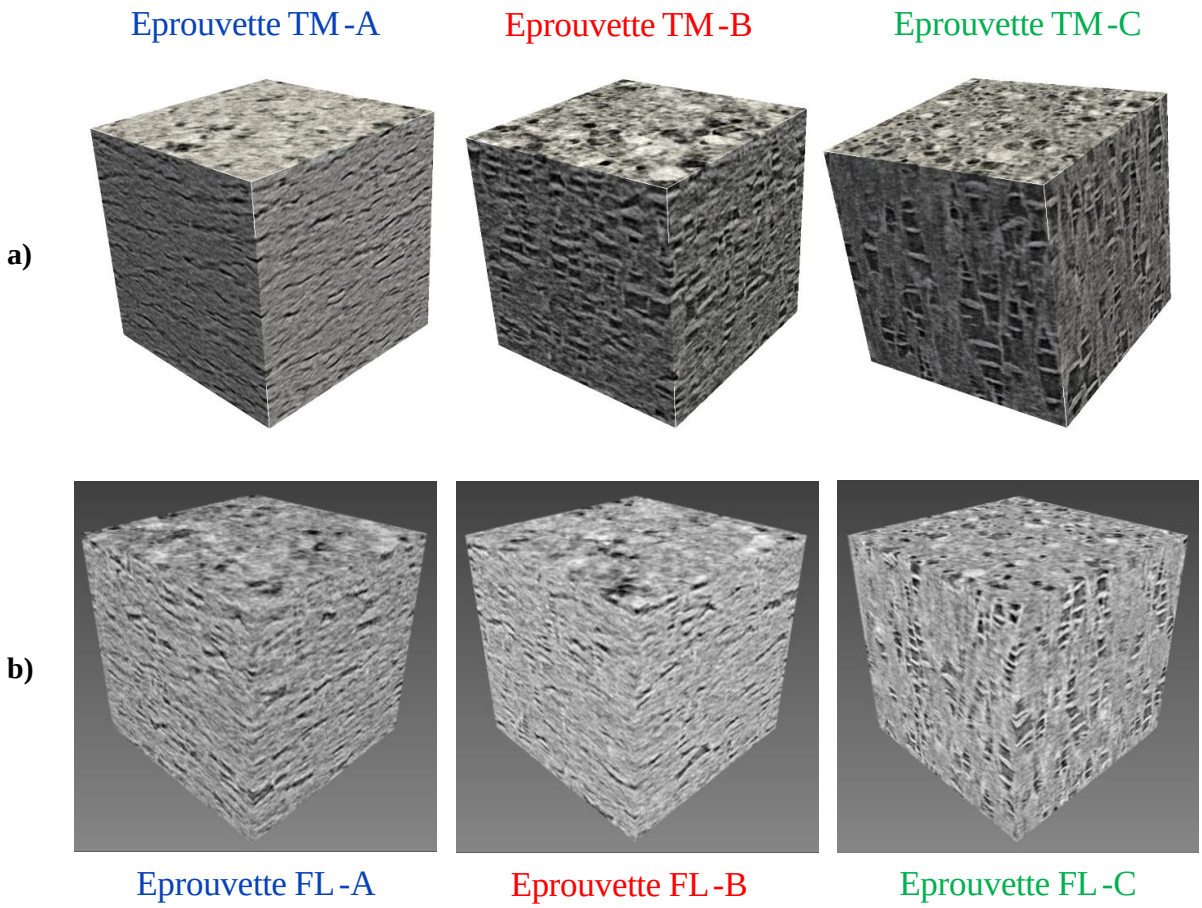


Figure 3. 13 *Morphologie des cavités au centre des éprouvettes NT4 déformées. La taille des cubes de matière représentés en 3D est de 140 µm³.*

Ces évolutions anisotropes de la morphologie des cavités avec l'augmentation de la déformation macroscopique sont conformes aux observations de Poulet et al. [Poulet et al., 2016] qui a mis en place un suivi par tomographie de la cavitation dans un PA11 au cours d'un essai de traction *in-situ*.

Les mécanismes de cavitation observés en *in-situ* sont donc bien les mêmes que ceux observés *ex-situ* après des essais interrompus. De plus, cette évolution caractéristique a aussi été identifiée grâce aux techniques SAXS et IPSLT [Humbert et al ., 2010] [Farge et al., 2013]. Enfin, dans les éprouvettes les plus déformées, une organisation des cavités en colonnes parallèles à la direction de chargement, séparées par des fines zones de matière saine (qui ressortent très blanches du fait du contraste de phase) est identifiée. Il s'agit d'une organisation de type « polar-fan » déjà observée par Pawlak et Galeski dans la zone strictionnée d'une éprouvette de polypropylène [Pawlak et Galeski, 2008] [Pawlak et Galeski, 2010] ou par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2010] aussi dans la zone strictionnée d'une éprouvette initialement lisse de PA6. Ces polar-fans sont observés lorsque le taux de triaxialité des contraintes est faible à modéré : c'est le cas notamment dans les éprouvettes lisses ou les éprouvettes NT4 de cette campagne expérimentale.

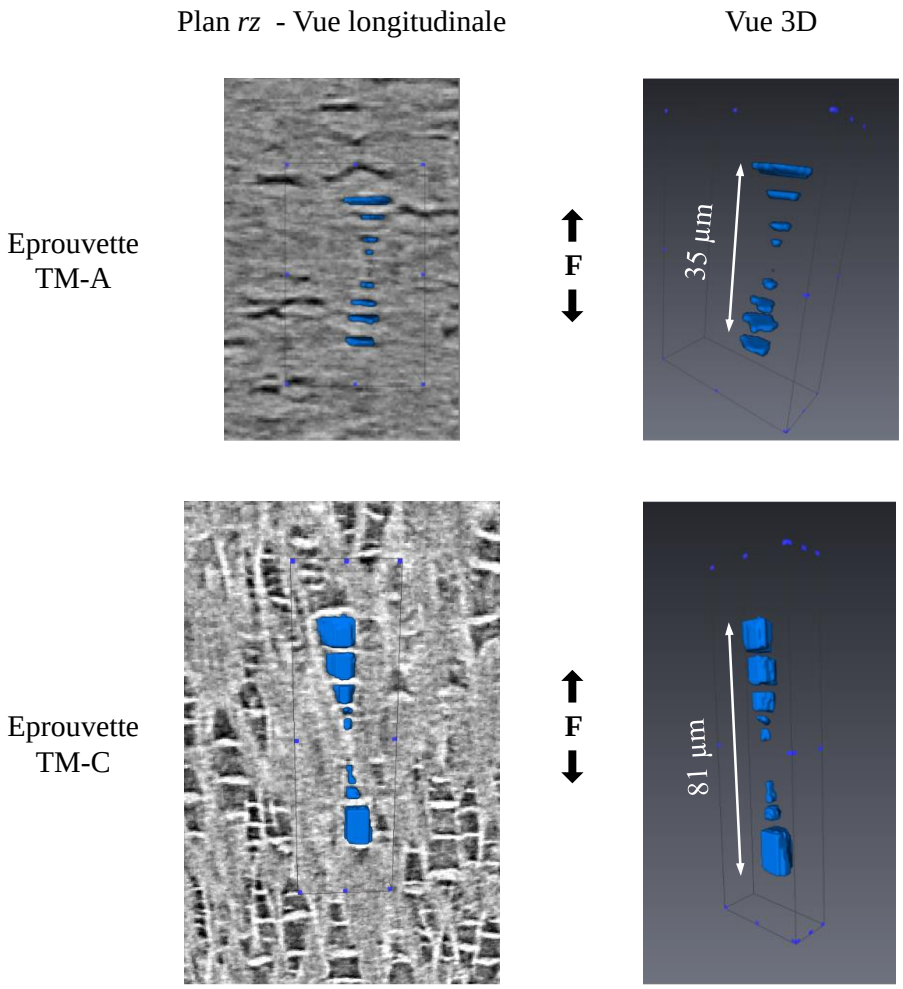


Figure 3. 14 *Evolution de la morphologie des cavités et des polar-fans au cours de la déformation au centre des éprouvettes NT4 [Laiarinandrasana et al., 2016b].*

Les polar-fans n'ont pas été identifiés uniquement dans les éprouvettes TM-C et FL-C mais aussi dans toutes les autres éprouvettes, même si dans les éprouvettes qui ont été plus faiblement déformées, cette organisation particulière des cavités n'est pas systématique. Leurs dimensions caractéristiques sont différentes en fonction du niveau de déformation, ce qui est illustré sur la Figure 3.14 qui propose la

comparaison, en vue longitudinale et en vue 3D d'un polar fan localisé au centre de l'éprouvette TM-A et d'un autre localisé au centre de l'éprouvette TM-C. De TM-A à TM-C, la forme conique de deux colonnes (appelées fans nord et sud [Laiarinandrasana et al., 2016a]) ayant un sommet commun au centre du polar-fan est identique, la hauteur des cavités individuelles augmente, la hauteur de la zone inter-cavités diminue et la hauteur totale du polar-fan augmente. De plus, un gradient du diamètre des cavités est observé au sein des fans nord et sud, puisque ce diamètre est minimal au sommet du cône et augmente vers la base circulaire que constitue la plus grosse cavité. Une étude plus précise des polar-fans et de leurs dimensions caractéristiques est proposée dans la suite et a fait l'objet d'une publication [Selles et al., 2017a].

2.2.2. Distribution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Afin d'étudier la distribution radiale des porosités dans la section nette des éprouvettes ($z = 0$), du centre vers l'entaille, les coupes longitudinales (dans le plan rz) des trois VIT acquis dans cette section nette sont accolés et représentés sur la Figure 3.15.a pour l'éprouvette TM-C (respectivement sur la Figure 3.15.b pour l'éprouvette FL-C).

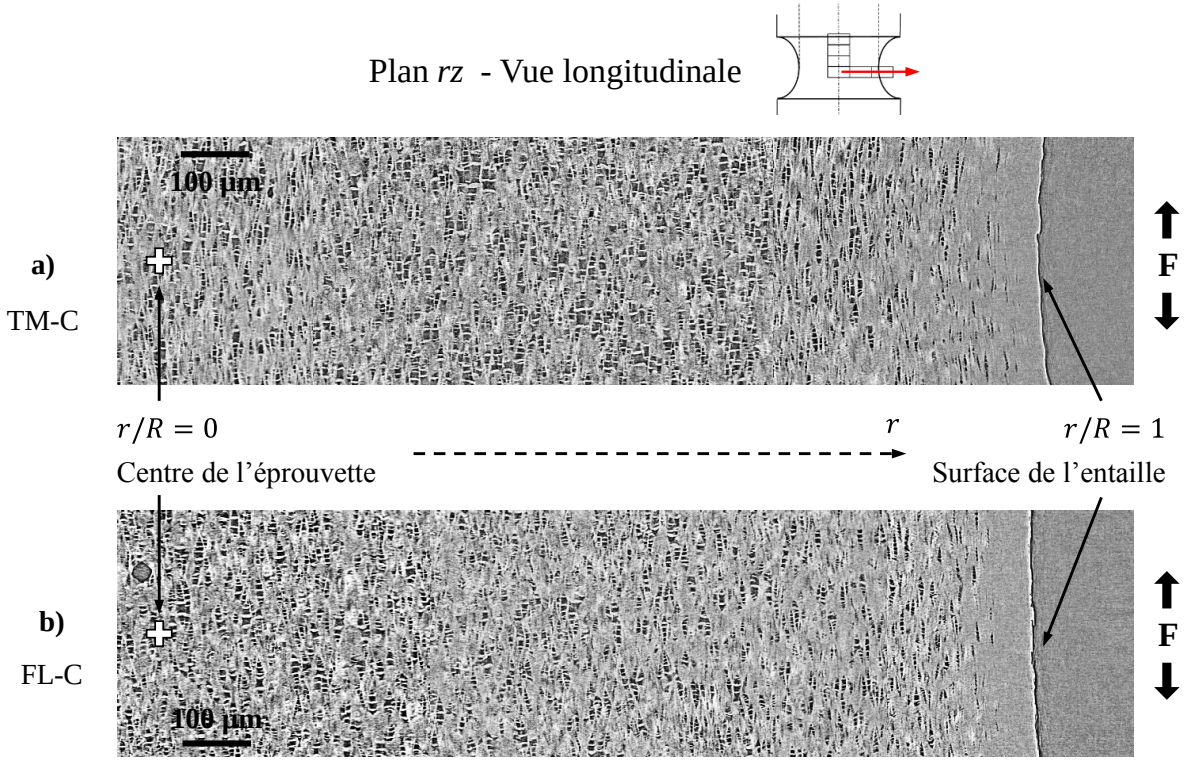


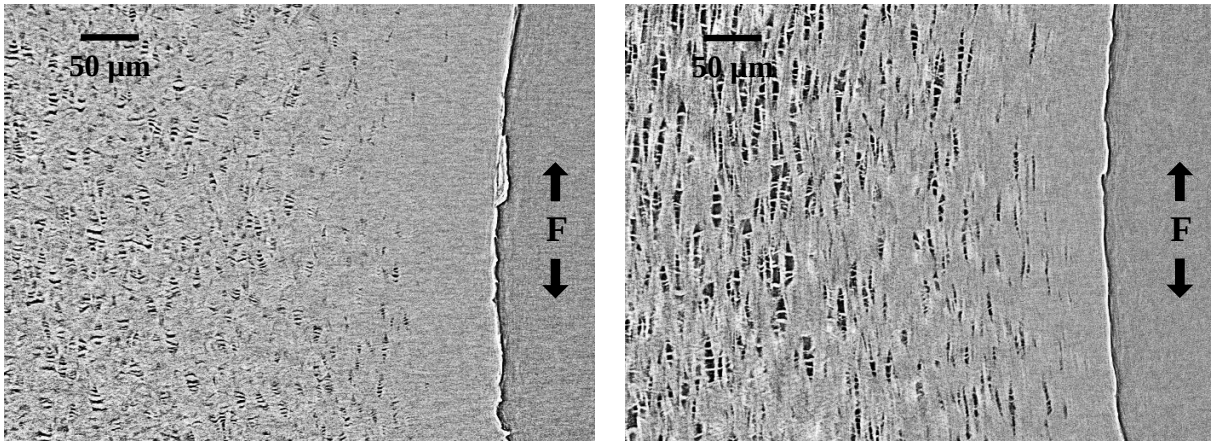
Figure 3. 15 *Distribution radiale des porosités dans la section nette (z = 0) des éprouvettes TM-C (a) et FL-C (b). Vues longitudinales dans le plan rz.*

Ces images permettent de définir le centre de l'éprouvette caractérisé par une coordonnée radiale $r = 0$ et donc par une coordonnée radiale normalisée $r / R = 0$ ainsi que la surface d'entaille caractérisée par $r / R = 1$. De plus, l'état de cavitation et les gradients de taux de porosité volumique et de morphologie des cavités semblent identiques pour ces éprouvettes déformées en traction monotone et en fluage respectivement jusqu'à un état proche de la rupture finale. V_F semble maximal au centre de l'éprouvette

(les cavités y sont plus grosses et plus nombreuses) et diminuer lorsque la coordonnée radiale augmente et que l'on se rapproche de la surface d'entaille. Une zone sans cavitation visible est identifiable en fond d'entaille. Cette évolution est d'ailleurs similaire à l'évolution du diamètre des cavités qui semble aussi diminuer du centre de l'éprouvette vers la surface de l'entaille.

Sur la Figure 3.16, l'état de cavitation dans la section nette et à proximité immédiate de l'entaille est représenté pour les éprouvettes TM-A et TM-C. Il est intéressant d'observer que la zone en fond d'entaille sans cavités visibles semble moins large dans l'éprouvette TM-C que dans l'éprouvette TM-A, ce qui est en accord avec le fait que l'état de cavitation dans TM-C est le plus développé. De plus, les gradients de V_F, de morphologie, de nombre et de volume des cavités sont très importants dans cette zone. Enfin, les polar-fans en fond d'entaille sont orientés selon la courbure du fond d'entaille.

Plan *rz* - Vue longitudinale



a) TM-A **b)** TM-C

Figure 3. 16 *Morphologie des cavités à proximité immédiate de la surface de l'entaille pour les éprouvettes NT4 TM-A (a) et TM-C (b). Vues longitudinales dans le plan rz.*

2.2.3. Distribution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

La distribution axiale des porosités est étudiée le long de l'axe de révolution des éprouvettes ($r = 0$), du centre vers l'épaulement, et les coupes longitudinales (dans le plan *rz*) des VIT correspondants sont accolés et représentés sur la Figure 3.17.a pour l'éprouvette TM-C (respectivement sur la Figure 3.17.b pour l'éprouvette FL-C). La coordonnée axiale z vaut 0 au centre de l'éprouvette qui est donc caractérisé par une coordonnée axiale normalisée $2z / \delta = 0$. Elle augmente lorsque l'on s'éloigne du centre vers l'épaule de l'entaille. Au niveau de cet épaulement, la coordonnée axiale normalisée vaut 1. La distribution de porosité est la même pour les deux types de chargement. Au centre la densité de cavités ainsi que leur volume et donc le taux de porosité volumique sont élevés. De plus, l'organisation des porosités individuelles en polar fans est systématique. En s'éloignant du centre et donc lorsque la coordonnée axiale z augmente, la hauteur des cavités diminue et elle adopte une morphologie du type oblate. Enfin, proche de l'épaulement, la cavitation n'est plus que ponctuelle, jusqu'à l'établissement d'une zone de matière non endommagée.

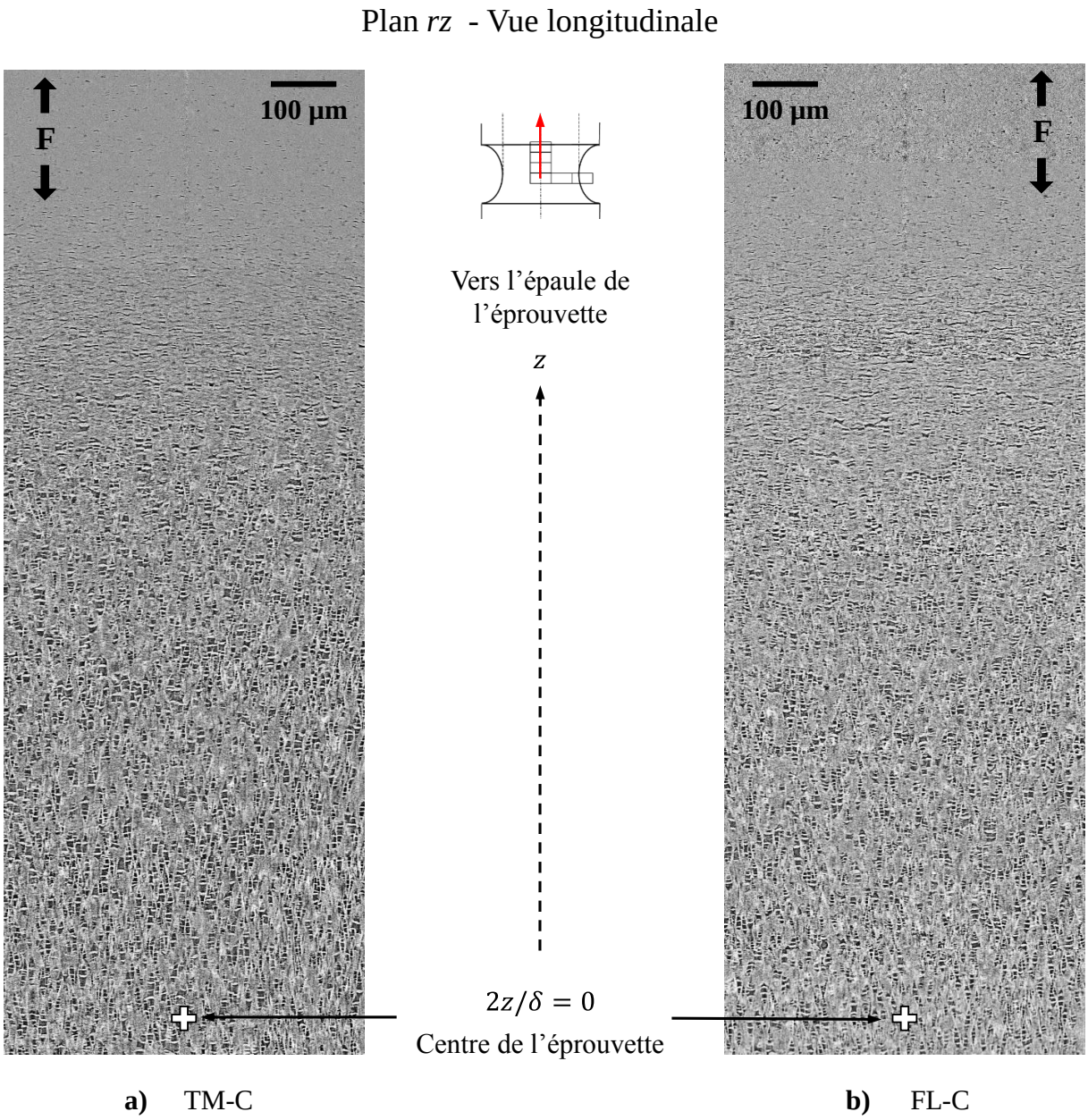


Figure 3. 17 *Distribution axiale des porosités le long de l'axe de révolution (r = 0) des éprouvettes NT4 TM-C (a) et FL-C (b). Vues longitudinales dans le plan rz.*

2.2.4. Macro-cavités : Origine de la rupture finale ?

Au sein des éprouvettes les plus déformées (TM-C et FL-C), plusieurs cavités de tailles plus importantes que les autres ont été observées. Ces macro-cavités sont localisées aléatoirement dans la section nette, mais pas à proximité immédiate de l'entaille. Sur la Figure 3.18, une de ces macro-cavités (observée au centre de TM-C) est représentée à la fois en 2D dans les plans ($r\theta$) et (rz) et en 3D. En vue circonférentielle, la cavité est circulaire et donc isotrope. En vue longitudinale, la cavité semble aussi isotrope mais possède en forme en losange. Finalement, ces macro-cavités en 3D sont

isotropes : la hauteur et les diamètres sont équivalents et valent un peu moins de 100 µm. Elles semblent se former par coalescence radiale des cavités formant des polar-fans voisins. Il est alors immédiat de relier la rupture finale des éprouvettes à la croissance de ces macro-cavités par coalescence des micro-cavités. Les mêmes mécanismes d'apparition de cavités de grandes tailles pouvant mener à la rupture finale ont été observés dans le PVF2 [Brusselle-Dupend et al., 2011] [Rosenberg et al., 2011].

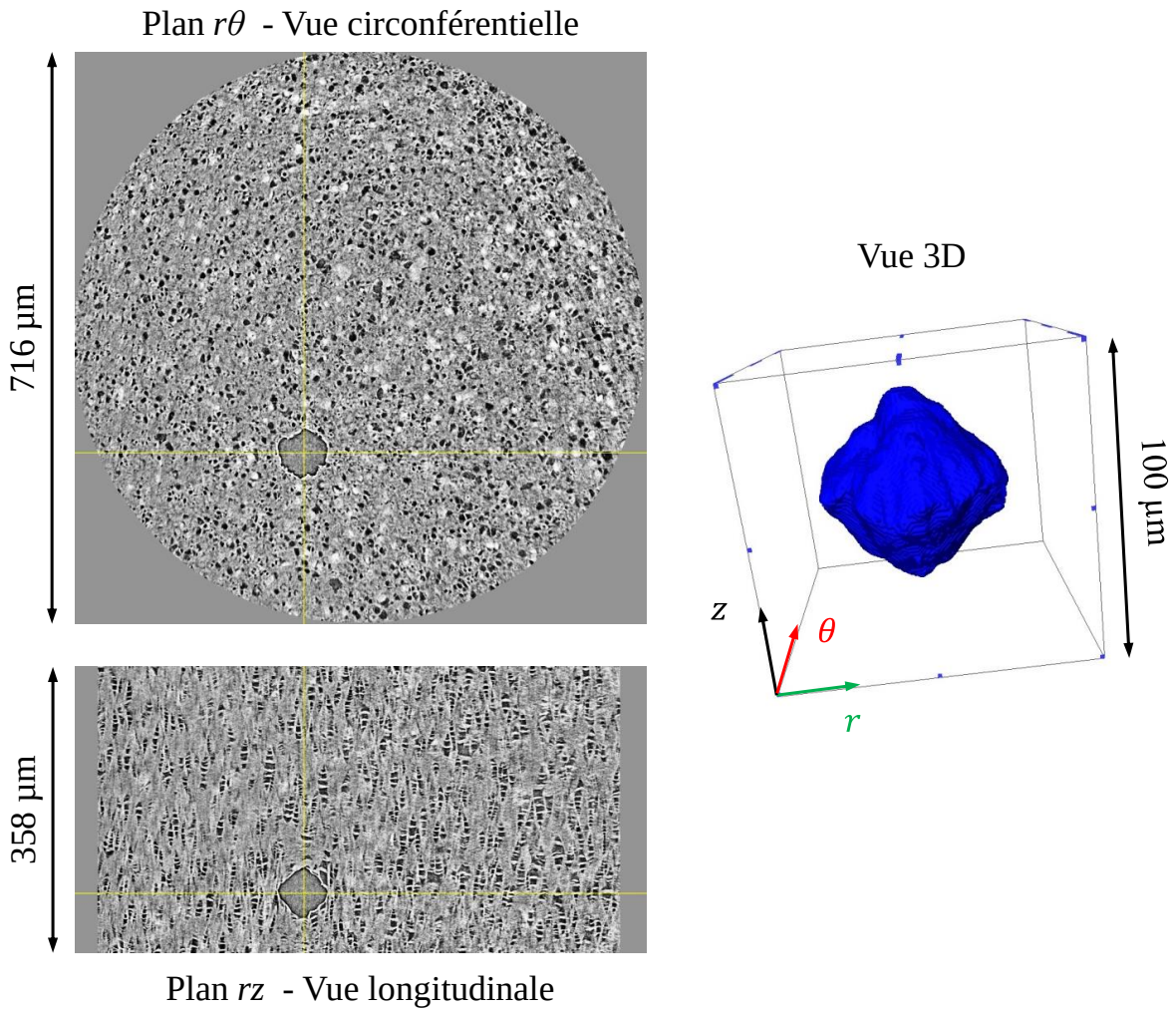


Figure 3. 18 *Observations et 2D et 3D d'une macro-cavité au centre de l'éprouvette TM-C.*

2.3. Etude quantitative de la cavitation – Taux de porosité volumique et dimensions des cavités

Les phénomènes de cavitation au sein d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone et en fluage ont donc été étudiés de manière qualitative à partir des images 2D et volumes 3D en intensité réelle fournis par la tomographie. Le traitement de ces volumes par segmentation et identification des cavités mais aussi par la méthode FFT permet maintenant de quantifier les évolutions des grandeurs caractéristiques de ces phénomènes.

2.3.1. Taux de porosité volumique

2.3.1.1. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

L'évolution radiale du taux de porosité volumique V_F (et des autres grandeurs caractéristiques de la cavitation dans la suite) est évaluée dans la section nette des éprouvettes, du centre (qui correspond à $r / R = 0$) à la surface de l'entaille (qui correspond à $r / R = 1$). Les résultats pour les éprouvettes déformées en traction monotone sont donnés sur la Figure 3.19.a (respectivement sur la Figure 3.19.b pour le fluage). Pour l'ensemble des éprouvettes, le profil des courbes correspond à une parabole inversée : V_F est maximal au centre et minimal en fond d'entaille, comme ce qui avait été observé qualitativement. Il semblerait néanmoins que les profils concernant les éprouvettes déformées en fluage soient légèrement plus aplatis au centre que ceux concernant les éprouvettes déformées en traction monotone. Cela pourrait s'expliquer par un effet de « régularisation » et d'homogénéisation de l'état de cavitation au cours du chargement de fluage qui peut être considéré comme plus conciliant que le chargement en traction monotone. Ce genre de profil a par ailleurs déjà été observé lors d'observations au MEB d'échantillons de PA11 (au préalable déformés en traction monotone) préparés par microtomie [Boisot et al., 2011] ou lors d'essais de traction monotone *in-situ* suivis en tomographie, toujours sur du PA11 [Poulet et al., 2016] ou du PVF2 [Rosenberg et al., 2011]. De plus, même si nous rappelons que les valeurs brutes de V_F sont sujettes aux incertitudes mais que le profil des courbes est indépendant de la procédure de traitement d'image, il est intéressant de noter que la valeur maximale de V_F augmente lorsque la déformation macroscopique appliquée augmente (de TM-A à TM-C et de FL-A à FL-C). Cela avait d'ailleurs été observé précédemment sur les images en intensité réelle.

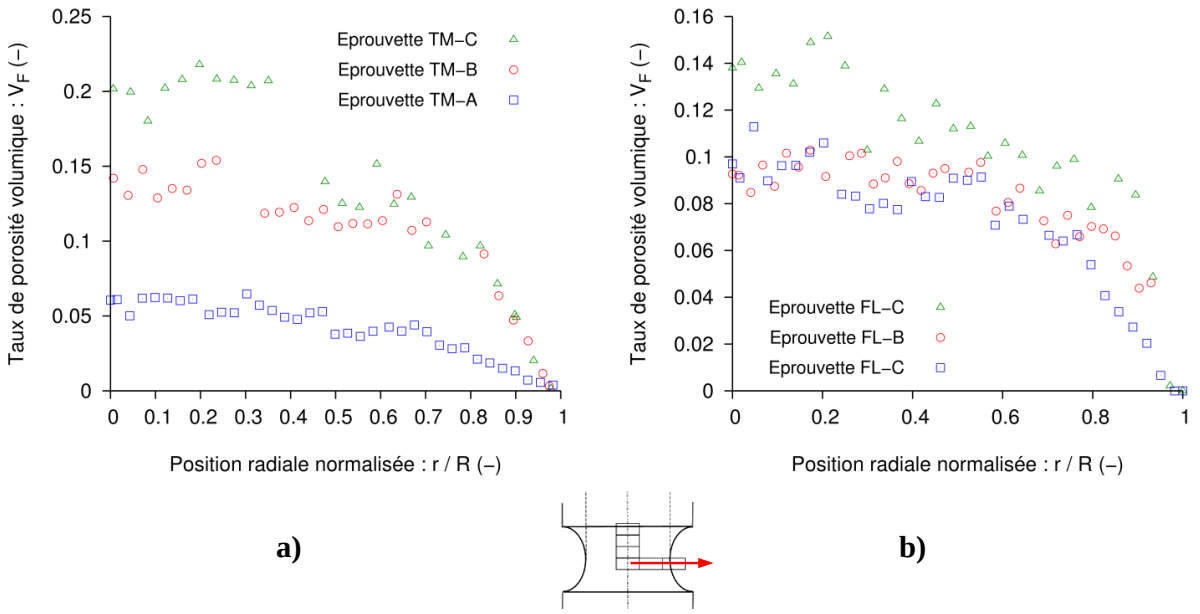


Figure 3. 19 *Evolution radiale du taux de porosité volumique V_F dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (a) et en fluage (b).*

Enfin, d'après la relation de Bridgman [Bridgman, 1944], l'évolution radiale dans la section nette du taux de triaxialité des contraintes présente aussi un profil de type parabolique, avec un maximum (ici de 0,54 pour les éprouvettes entaillées NT4) localisé au centre de l'éprouvette et un minimum (de 0,33) localisé à la surface de l'entaille. Le taux de triaxialité des contraintes semble donc bien être un paramètre mécanique directement lié au paramètre microstructural qu'est le taux de porosité volumique. Ce résultat est de première importance, notamment vis à vis du développement et de l'utilisation de lois de comportement endommageables.

2.3.1.2. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

L'évolution axiale du taux de porosité volumique V_F (et des autres grandeurs caractéristiques de la cavitation dans la suite) est évaluée le long de l'axe de révolution des éprouvettes, du centre (qui correspond à $2z / \delta = 0$) vers l'épaule de l'entaille (qui correspond à $2z / \delta = 1$). Les résultats pour les éprouvettes déformées en traction monotone sont donnés sur la Figure 3.20.a (respectivement sur la Figure 3.20.b pour le fluage). Là encore, les résultats de traction monotone et de fluage sont similaires. Le profil des courbes est parabolique et aplati au centre. La valeur maximale de V_F est localisée au centre des éprouvettes et V_F diminue lorsque la coordonnée axiale z augmente. Trois zones peuvent d'ailleurs être définies le long de l'axe de révolution : la zone au centre sur laquelle V_F est maximal et constantc (plateau), ensuite la zone où V_F diminue et enfin la zone où V_F est nul. La hauteur selon la direction de chargement de la zone au centre sur laquelle V_F est maximal augmente lorsque la déformation macroscopique augmente. V_F est constant et maximal respectivement pour les éprouvettes TM-A, TM-B et TM-C jusqu'aux coordonnées axiales normalisées $2z / \delta = 0{,}1$; $2z / \delta = 0{,}14$ et $2z / \delta = 0{,}2$ (de la même manière en fluage respectivement pour les éprouvettes FL-A, FL-B et FL-C jusqu'aux coordonnées axiales normalisées $2z / \delta = 0{,}1$; $2z / \delta = 0{,}12$ et $2z / \delta = 0{,}2$). De plus, il est intéressant d'observer que la hauteur de la zone endommagée selon la direction de chargement augmente aussi lorsque la déformation macroscopique augmente. En effet, V_F devient nul respectivement pour les éprouvettes TM-A, TM-B et TM-C aux coordonnées axiales normalisées $2z / \delta = 0{,}23$; $2z / \delta = 0{,}3$ et $2z / \delta > 0{,}33$. Ce phénomène est aussi observé en fluage (V_F devient nul respectivement pour les éprouvettes FL-A, FL-B et FL-C aux coordonnées axiales normalisées $2z / \delta = 0{,}21$; $2z / \delta = 0{,}3$ et $2z / \delta = 0{,}4$) et peut être relié au fait que la hauteur de la zone blanchie en surface des éprouvettes augmente aussi avec la déformation macroscopique. Le phénomène de blanchiment est donc bien un indicateur de l'état de progression spatiale de la cavitation au sein d'une éprouvette lors de la déformation. Cependant, la cavitation se développe avant l'apparition du blanchiment puisque dans les éprouvettes TM-A et FL-A, de nombreuses cavités sont observées alors que le blanchiment est à peine perceptible. Il a d'ailleurs été montré [Laiarinandrasana et al., 2012] [Selles et al., 2016a] que la hauteur de la zone blanchie est systématiquement plus faible que la hauteur de la zone endommagée à cœur.

Une légère différence a été observée entre les éprouvettes FL-A et FL-B. En effet, le plateau sur lequel V_F est constant et maximal est plus étendu au sein de FL-B que de FL-A, de la même manière que la zone endommagée. Cela pourrait être considéré comme un effet du chargement (contrainte nette imposée de 71 MPa pour FL-A et de 75,4 MPa pour FL-B) puisque les deux éprouvettes ont été déformées jusqu'au même stade de fluage. Cela pourrait aussi venir du fait que la définition et l'identification du début du stade de fluage tertiaire est délicate et qu'il est impossible d'interrompre manuellement un essai de fluage exactement à ce qui pourrait être considéré comme le début du stade de fluage tertiaire.

L'extension de la relation de Bridgman, initialement écrite uniquement pour la section nette des éprouvettes entaillées, le long de l'axe de révolution a été développée par Beremin [Bermin, 1980]. Le profil axial du taux de triaxialité des contraintes proposé est aussi parabolique, avec un maximum localisé au centre de l'éprouvette. Ce profil de triaxialité des contraintes est donc encore une fois similaire à la distribution de V_F le long de l'axe de révolution des éprouvettes déformées en traction monotone ou en fluage.

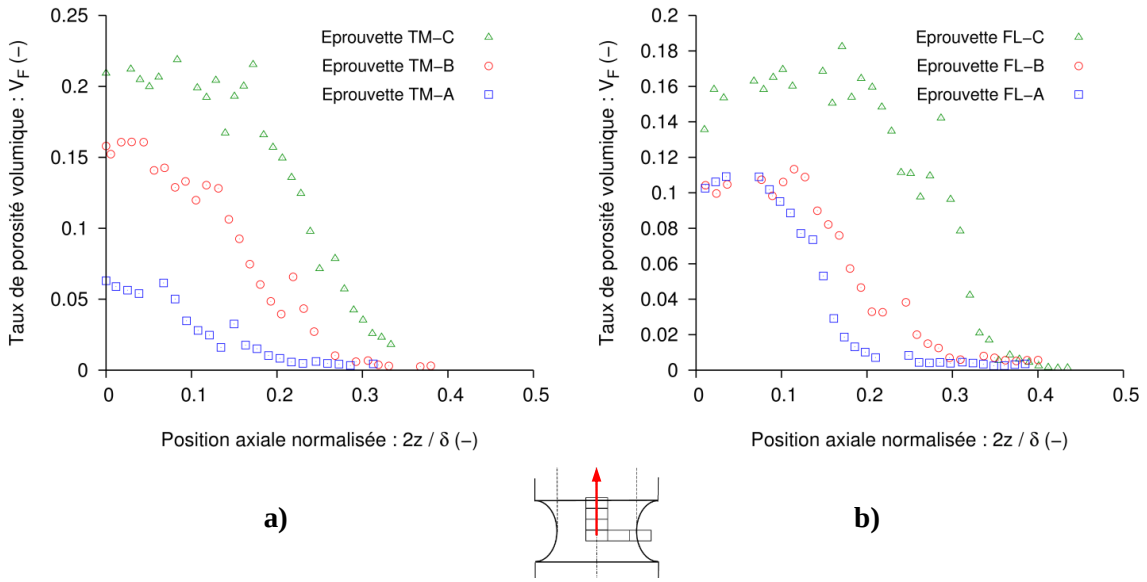


Figure 3. 20 *Evolution axiale du taux de porosité volumique V_F le long de l'axe de révolution (r = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (a) et en fluage (b).*

Il est aussi possible de trouver dans la littérature scientifique qui traite de la cavitation en traction monotone au sein des polymères semi-cristallins [Brusselle-Dupend et al., 2011] [Poulet et al., 2016] des profils de taux de porosité volumique le long de l'axe de révolution d'éprouvettes axisymétriques entaillées dit « en M » et dont la valeur maximale n'est pas localisée au centre, dans la section nette, mais décalée en direction de l'épaulement de l'éprouvette. Ce genre de profil pourrait être perçu pour l'éprouvette FL-C, avec une valeur maximale de V_F qui est localisée en $2z / \delta = 0{,}2$. Cependant, ce résultat est à nuancer par le fait que ces données expérimentales sont sujettes à une dispersion expérimentale importante.

2.3.2. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques

2.3.2.1. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Les évolutions radiales, dans la section nette de toutes les éprouvettes ($z = 0$), du diamètre d_R et de la hauteur h_Z sont représentées respectivement sur les Figures 3.21 et 3.22. Les résultats en termes de mode (symboles colorés) et de moyenne (symboles noirs) des données statistiques recueillies dans chaque VIS sont systématiquement superposés et comparés.

L'évolution radiale du diamètre d_R des cavités est la même pour les deux types de chargement et pour tous les niveaux de déformation macroscopique : d_R est maximum au centre et minimum en fond d'entaille, de la même manière que V_F, que ce soit en utilisant le mode ou la moyenne pour représenter la population de cavités dans un VIS (Figure 3.21). Le profil est parabolique inversé et aplati au centre. Comme cela a été observé sur les coupes de tomographie, le gradient est particulièrement important dans la zone proche de l'entaille, notamment pour $r / R > 0{,}8$. En revanche, les valeurs moyennes sont toujours supérieures aux valeurs modales. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que les valeurs moyennes prennent en compte les valeurs maximales au sein de la population des cavités, qui sont fortement sujettes aux incertitudes, alors que la valeur modale n'est pas biaisée par les valeurs minimales et maximales. Enfin, du point de vue purement quantitatif, la valeur modale du diamètre d_R des cavités au centre des éprouvettes diminue lorsque la déformation macroscopique augmente, passant de 4 µm pour TM-A et FL-A à 3 µm pour TM-C et FL-C environ.

L'évolution radiale de la hauteur h_Z des cavités dans la section nette des éprouvettes est différente de celle du diamètre. Elle est similaire pour l'ensemble des éprouvettes et pour les valeurs modales et moyennes : h_Z est minimum au centre de l'éprouvette et augmente lorsque l'on se rapproche de la surface d'entaille (Figure 3.22). A proximité immédiate de l'entaille la hauteur h_Z diminue pour certaines éprouvettes à cause de la zone sans cavités visibles en fond d'entaille. Il n'est pas encore établi si des cavités existent dans cette zone mais qu'elles sont trop petites pour être observées à la résolution de ces images (0,7 µm) ou si l'usinage des entailles a modifié la microstructure en fond d'entaille (par chauffage par exemple) rendant la cavitation beaucoup moins importante. Ce profil peut être, encore une fois relié aux gradients de l'état de contrainte dans la section nette des éprouvettes. En effet, le taux de triaxialité est minimum en fond d'entaille et y vaut 0,33. Dans cette zone, l'état de contrainte est donc uniaxial, dans la direction de sollicitation z, ce qui tend à favoriser la croissance des cavités selon cette direction. De plus, l'augmentation du diamètre est limitée du fait de la valeur quasiment nulle de la composante radiale du tenseur des contraintes. Cependant, ce phénomène est en concurrence avec le fait que V_F et le volume des cavités diminuent. Finalement, un état de contrainte uniaxial est favorable à l'extension des cavités dans la direction de sollicitation mais défavorable à une augmentation de volume de ces cavités (et donc à une augmentation des dimensions) car le taux de triaxialité des contraintes associé est faible. De plus, au centre des éprouvettes, la hauteur des cavités augmente lorsque la déformation macroscopique augmente, conformément aux observations qualitatives. La valeur modale de h_Z vaut 1,5 µm au centre des éprouvettes TM-A et FL-A et 3 µm au centre des éprouvettes TM-C et FL-C. Cette évolution peut être reliée au phénomène de ré-entaillage. En effet, ce phénomène entraine la formation d'une zone lisse localement au centre de l'entaille et donc une diminution du taux de triaxialité des contraintes (jusqu'à la valeur 0,33 lorsque localement l'éprouvette est totalement lisse) au centre de l'éprouvette d'où l'extension des cavités dans la direction de sollicitation.

Enfin, il est important de préciser que l'état de cavitation observé au sein de TM-B ainsi que l'état de déformation macroscopique correspondant (fin de la phase d'adoucissement) est intermédiaire entre le pic de contrainte et la rupture finale en traction monotone. Cet état intermédiaire est très difficile à obtenir en fluage puisque le stade de fluage tertiaire est un stade qui n'est caractérisé par aucune rupture de pente sur la courbe de fluage et donc par aucun « évènement » identifiable particulier (comme la fin de l'adoucissement et le début du plateau de contrainte en traction monotone). Son début est caractérisé par les éprouvettes FL-A et FL-B et sa fin (et donc un état proche de la rupture finale) par l'éprouvette FL-C.

2.3.2.2. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

Les évolutions axiales, le long de l'axe de révolution de toutes les éprouvettes ($r = 0$), du diamètre d_R et de la hauteur h_Z sont représentées respectivement sur les Figures 3.23 et 3.24. Les résultats en termes de mode (symboles colorés) et de moyenne (symboles noirs) des données statistiques recueillies dans chaque VIS sont systématiquement superposés et comparés.

La comparaison des résultats obtenus en considérant la valeur modale ou la valeur moyenne afin de représenter la série statistique que constitue l'ensemble des cavités d'un VIS est particulièrement intéressant ici. En effet, le fait de travailler avec la valeur moyenne permet, sur la Figure 3.23, d'identifier des variations très fines du diamètre d_R des cavités le long de l'axe de révolution qui ne sont pas toujours identifiables en étudiant uniquement les résultats en valeurs modales. Du centre vers l'épaulement de l'entaille, d_R est tout d'abord constant puis augmente légèrement pour atteindre une valeur maximale (valeur modale légèrement supérieure à 5 µm dans tous les cas). Cette valeur maximale est atteinte pour une déformation normalisée qui augmente lorsque la déformation macroscopique augmente : respectivement $2z / \delta = 0{,}15$; $2z / \delta = 0{,}2$ et $2z / \delta = 0{,}3$ pour les éprouvettes A, B et C. La zone sur laquelle le diamètre des cavités diminue s'étend donc lorsque le ré-entaillage se développe et lorsque la déformation macroscopique augmente. Enfin, lorsque la valeur maximale de d_R est atteinte, ce diamètre diminue jusqu'à ce que la zone sans cavités visibles caractérisée par un taux de porosité volumique nul. Ce profil particulier dit en « M », n'est par exemple pas observé sur les courbes représentant l'évolution axiale de la valeur modale de d_R dans les éprouvettes FL-A, TM-A et FL-B.

L'étude de l'évolution axiale de la hauteur h_Z est beaucoup plus triviale (Figure 3.24). Les résultats en valeurs modales et moyennes présentent les mêmes profils pour toutes les éprouvettes : la hauteur h_Z des cavités diminue du centre vers l'épaule de l'entaille, la valeur maximale étant localisée au centre des éprouvettes et qui augmente lorsque la déformation macroscopique augmente. Il est aussi intéressant de noter la chute brutale à 0 de la valeur moyenne de la hauteur des cavités lorsque la zone sans cavités visibles est atteinte. Ce profil abrupt, tout comme celui du diamètre d_R dans la même zone, ne semble pas retranscrire la réalité physique de l'état de cavitation au sein de ces éprouvettes puisque la diminution de h_Z depuis le centre lorsque z augmente est clairement linéaire et continue. La limite de résolution des images de tomographie semble donc à l'origine de ce phénomène et des cavités de plus petites tailles, inférieures à la limite de résolution (0,7 µm) et donc non identifiables sont susceptibles d'exister dans ces zones dites à cavités non visibles.

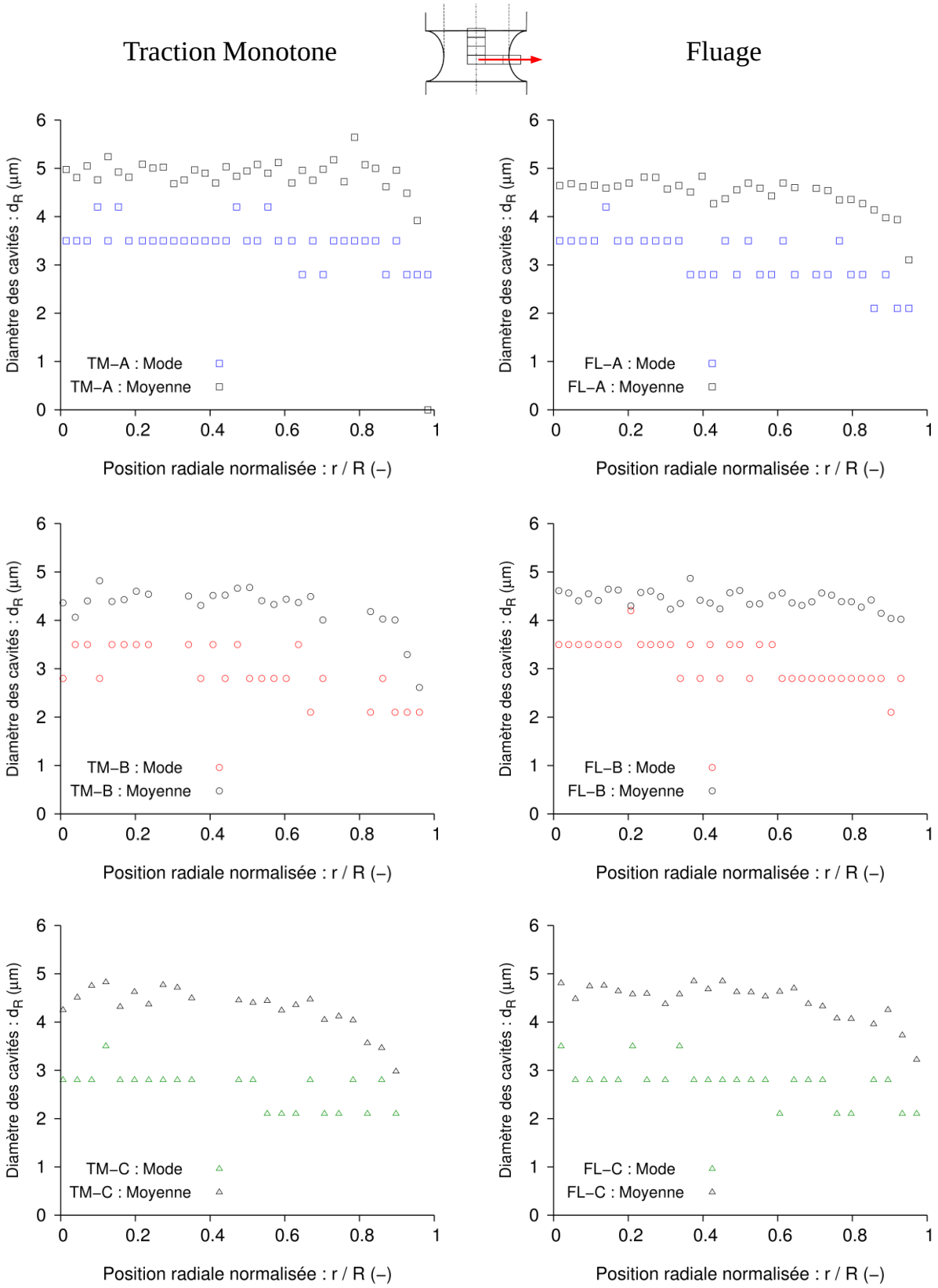


Figure 3. 21 *Evolution radiale du diamètre d_R des cavités dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

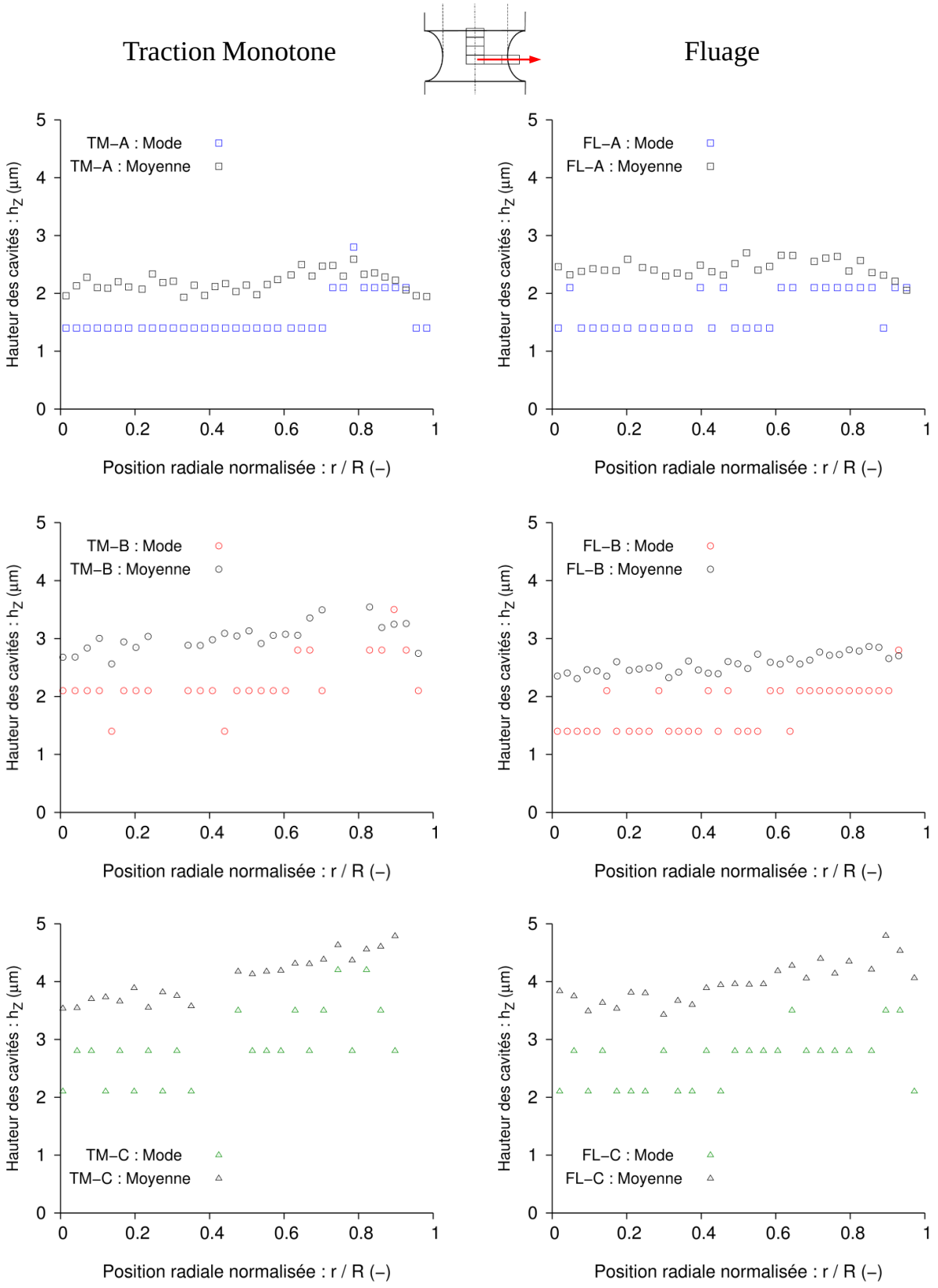


Figure 3. 22 *Evolution radiale de la hauteur h_Z des cavités dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

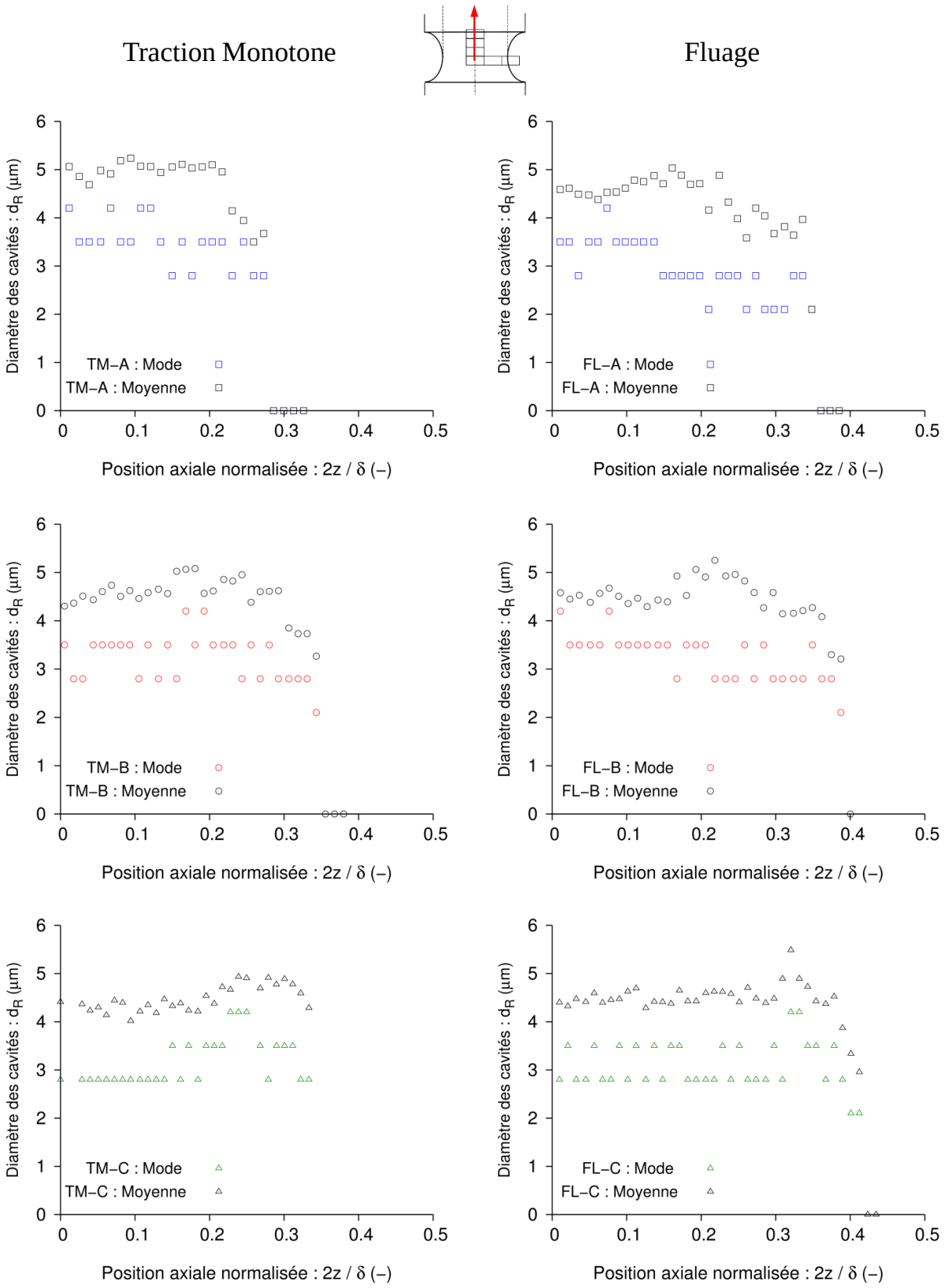


Figure 3. 23 *Evolution axiale du diamètre d_R des cavités le long de l'axe de révolution (r = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

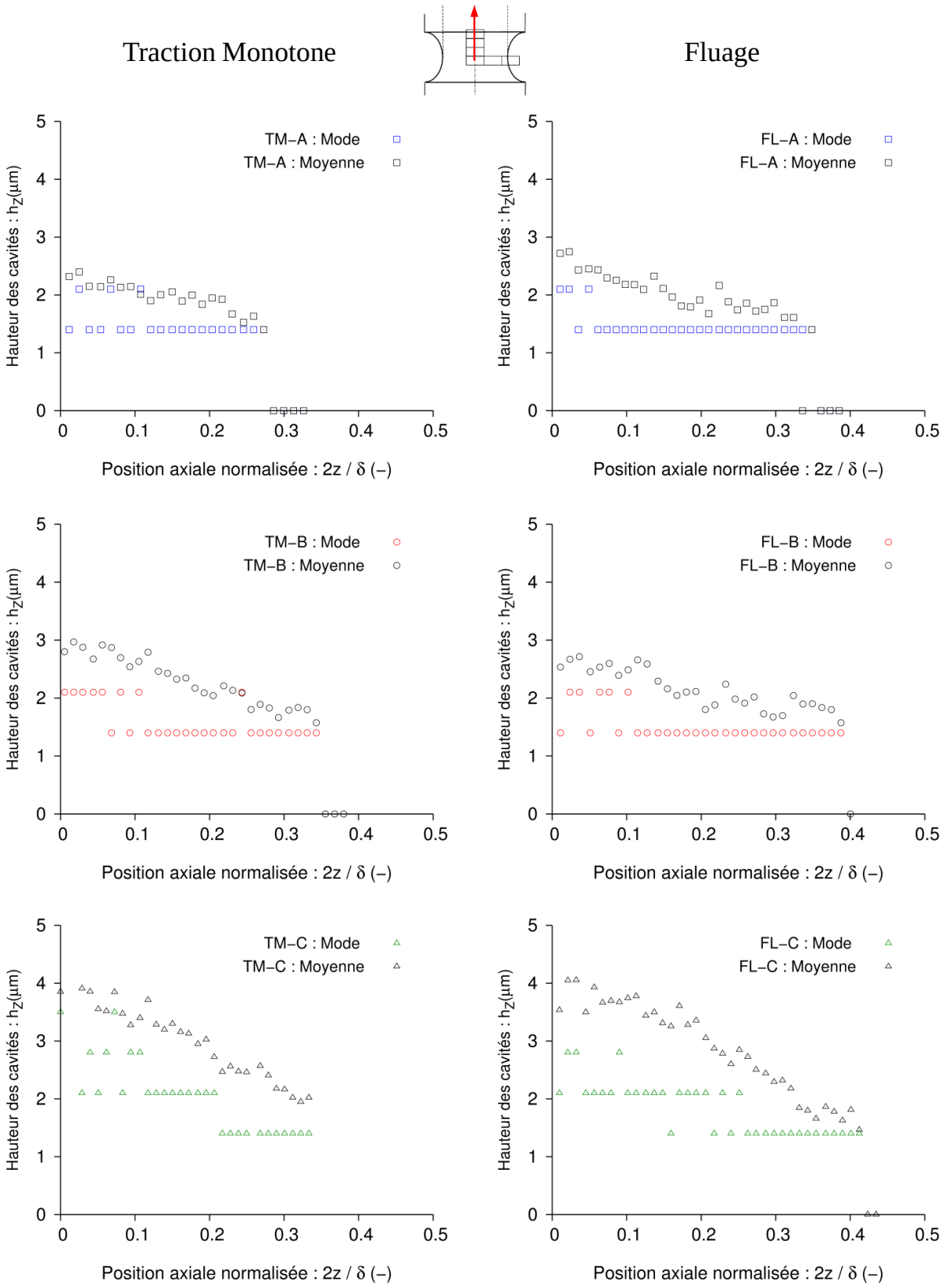


Figure 3. 24 *Evolution axiale de la hauteur h_Z des cavités le long de l'axe de révolution (r = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

2.3.3. Morphologie des cavités – Facteurs de forme

Les dimensions caractéristiques des cavités (d_R, h_Z et d_θ) ainsi que leurs évolutions spatiales sont connues et ont été déterminées par le traitement des images basé sur la segmentation des niveaux de gris et l'identification individuelle (labélisation) des cavités. Ces résultats présentent une importante dispersion expérimentale et travailler sur les facteurs de forme (définis précédemment) permet de réduire cette dispersion et d'étudier l'anisotropie de l'état de cavitation. De plus, l'aspect quantitatif des résultats est sujet aux incertitudes dues au choix de la valeur seuil lors de la segmentation. Travailler sur les facteurs de forme permet aussi de limiter ces incertitudes puisque des dimensions sont comparées. Enfin, la méthode FFT est utilisée afin de valider ces résultats concernant l'anisotropie des cavités au sein des éprouvettes NT4 déformées en traction monotone et fluage. Sur les graphiques suivants, les valeurs modale et moyenne des facteurs de forme obtenues après segmentation sont représentées par des symboles sur l'axe des ordonnées de gauche et le facteur de forme obtenu par FFT est représenté par une ligne continue sur l'axe des ordonnées de droite.

2.3.3.1. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

La Figure 3.25 présente l'évolution radiale dans la section nette des éprouvettes du facteur de forme des cavités défini dans le plan circonférentiel ($r\theta$). Rappelons que ce facteur de forme s'écrit :

$$A_D = (d_R - d_\theta) / (d_R + d_\theta) \tag{3.4}$$

Dans un premier temps, notons que les résultats obtenus en traitant les cavités individuellement (symboles) et les résultats de FFT (ligne continue) sont parfaitement en accord. De plus, contrairement à ce qui a été observé précédemment dans le cas des dimensions des cavités, les valeurs moyennes des facteurs de forme ne sont pas du tout sur-estimées par rapport aux valeurs modales. Le profil radial de A_D est une parabole inversée. A_D est maximal au centre des éprouvettes et vaut 0 : les cavités dans le plan ($r\theta$) ont des formes circulaires et sont isotropes. Vers l'entaille, A_D diminue et atteint une valeur minimale négative (proche de -0,25 en considérant les cavités individuelles) en fond d'entaille : les cavités sont alors elliptiques dans le plan ($r\theta$) et d_θ est supérieur à d_R. Cette évolution radiale de A_D dans la section nette des éprouvettes est illustrée par la Figure 3.26. Les motifs FFT correspondant aux coordonnées radiales normalisées 0 (centre) et 0,9 (proximité de la surface d'entaille) y sont représentés pour les éprouvettes TM-C et FL-C. Ces motifs sont les mêmes pour les deux types de chargement et mettent bien en évidence que les cavités sont isotropes et circulaires dans le plan ($r\theta$) au centre de l'éprouvette et plutôt elliptiques en fond d'entaille.

La Figure 3.27 présente l'évolution radiale dans la section nette des éprouvettes du facteur de forme des cavités défini dans le plan longitudinal (rz). Ce facteur de forme s'écrit :

$$A_H = (h_Z - d_R) / (h_Z + d_R) \tag{3.5}$$

Là encore, les résultats de traitement individuel des cavités après segmentation et les résultats FFT sont équivalents. La forme des courbes est la même pour toutes les éprouvettes. La valeur minimale de A_H est négative et localisée au centre des éprouvettes. En revanche, cette valeur varie en fonction des niveaux de déformation macroscopique : elle augmente de -0,6 dans les éprouvettes TM-A, FL-A et FL-B jusqu'à une valeur de -0,2 dans les éprouvettes TM-C et FL-C.

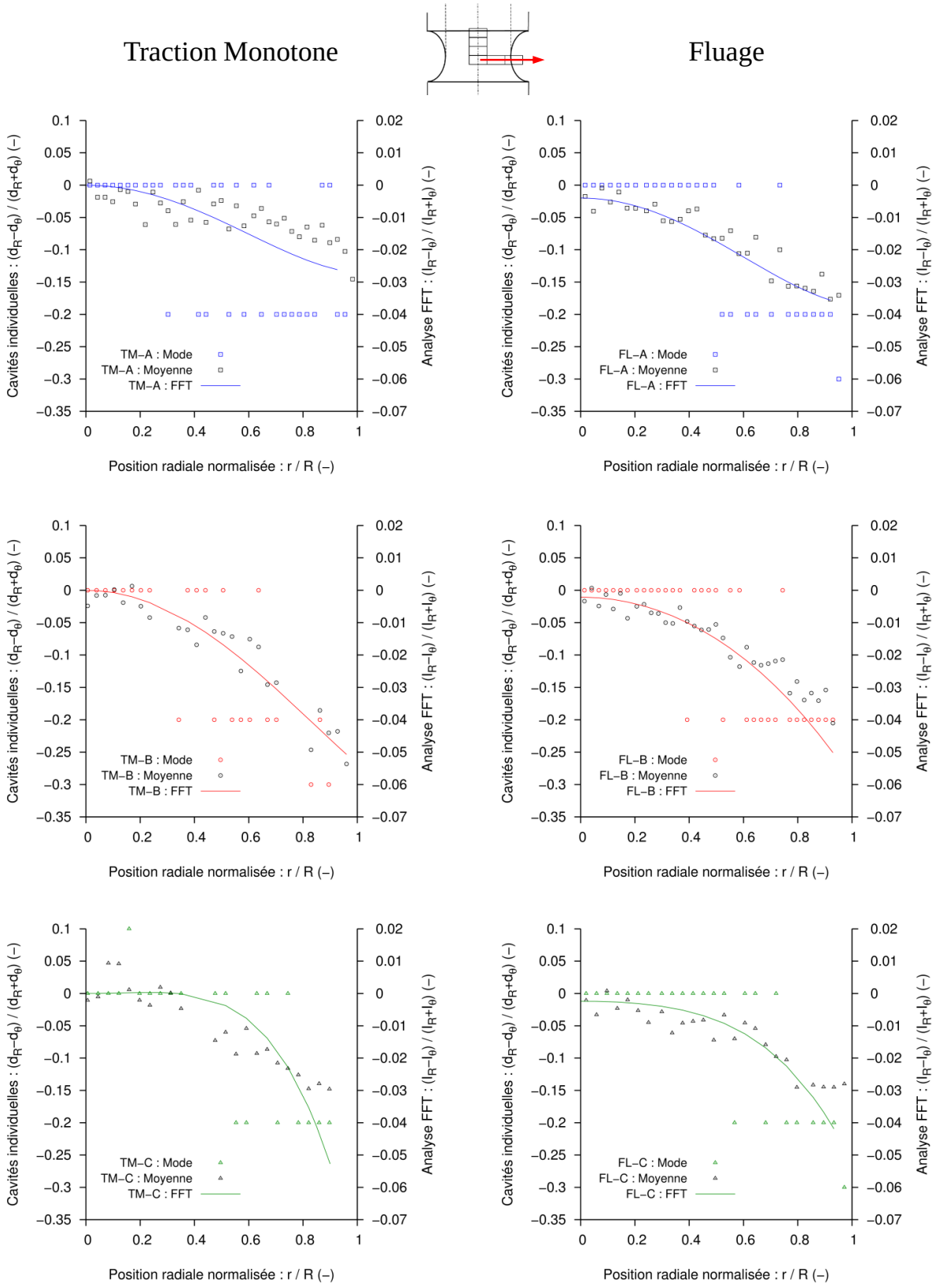


Figure 3. 25 *Evolution radiale du facteur de forme A_D des cavités dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

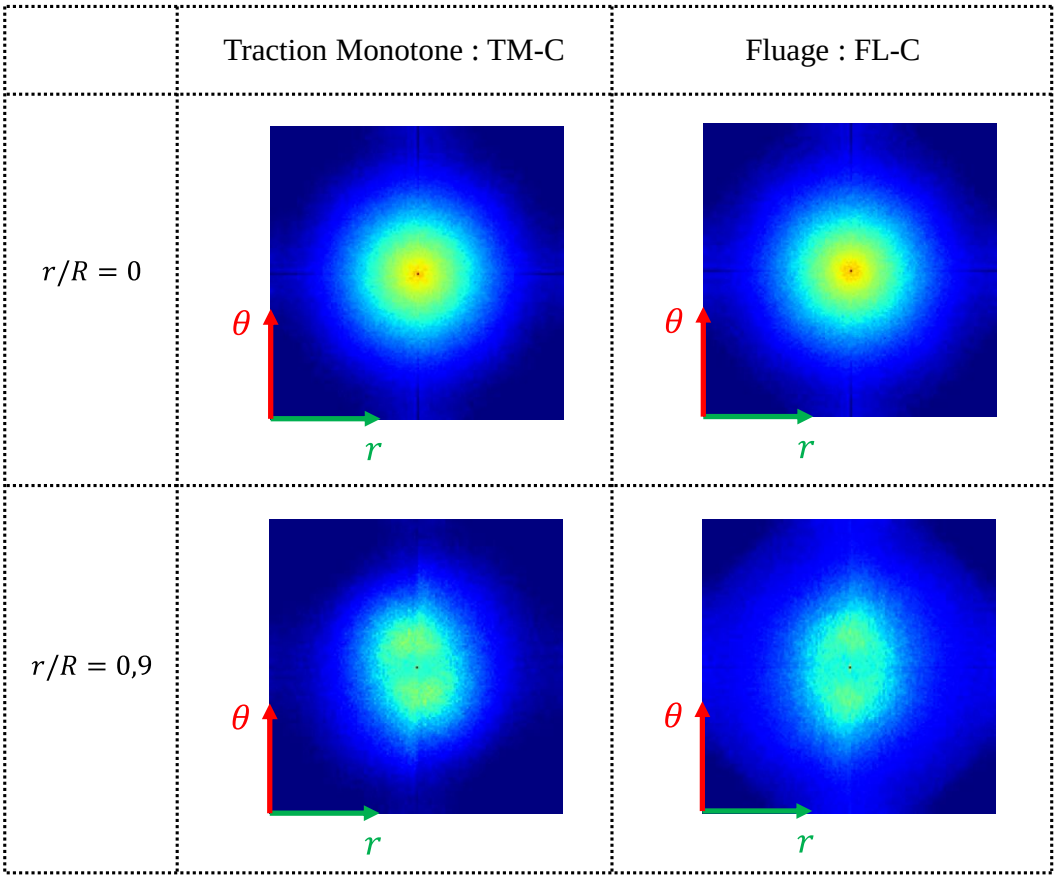


Figure 3. 26 *Motifs FFT représentant l'état de cavitation dans le plan (rθ) au centre (r / R = 0) et en fond d'entaille (r / R = 0,9) dans la section nette des éprouvettes TM-C et FL-C.*

Comme observé sur la Figure 3.13, la morphologie des cavités au centre des éprouvettes évolue lorsque la déformation macroscopique augmente. Au pic de contrainte en traction monotone et au début du stade tertiaire en fluage (quelle que soit la contrainte de fluage appliquée puisque les résultats de FL-A et FL-B sont identiques), ces cavités ont une forme plutôt oblate avec un diamètre (d_R et d_θ étant égaux au centre) beaucoup plus grand que la hauteur. Juste avant la rupture en revanche (les résultats pour les éprouvettes TM-C et FL-C étant similaires), les cavités sont beaucoup plus élancées selon la direction de traction puisque la hauteur a beaucoup augmenté et est presque équivalente au diamètre qui a légèrement diminué. Ensuite, A_H augmente lorsque la coordonnée radiale augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale proche de 0 (puisque la hauteur augmente et que le diamètre diminue comme évoqué précédemment). Ce profil est par ailleurs l'inverse de celui du taux de triaxialité des contraintes comme cela pouvait être attendu puisque une faible triaxialité (par exemple en fond d'entaille) favorise le développement de cavités élancées selon la direction de sollicitation.

Enfin, de manière similaire à la Figure 3.26, l'évolution radiale de A_H dans la section nette des éprouvettes est illustrée par la Figure 3.28. Les motifs FFT correspondant aux coordonnées radiales normalisées 0 (centre) et 0,9 (proximité de la surface d'entaille) y sont représentés pour les éprouvettes TM-C et FL-C. Ces motifs ne sont plus circulaires ou elliptiques comme ceux obtenus dans le plan ($r\theta$) puisque dans le plan (rz) étudié ici, les cavités ont des formes rectangulaires. De plus, le changement de forme du motif d'une croix plutôt isotrope au centre à un motif très élancé dans la direction z en fond d'entaille est conforme aux graphiques et résultats quantitatifs de la Figure 3.27.

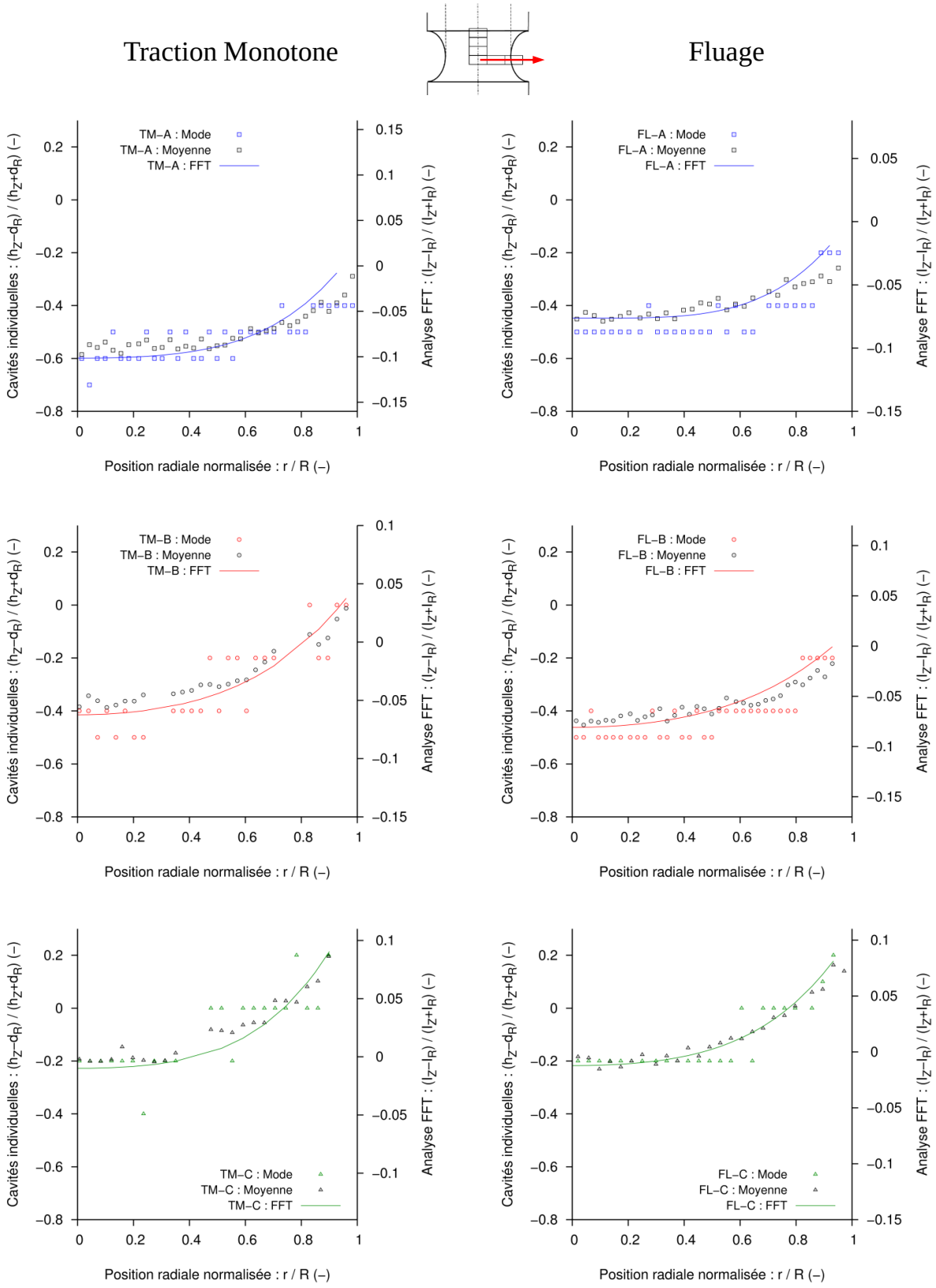


Figure 3. 27 *Evolution radiale du facteur de forme A_H des cavités dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

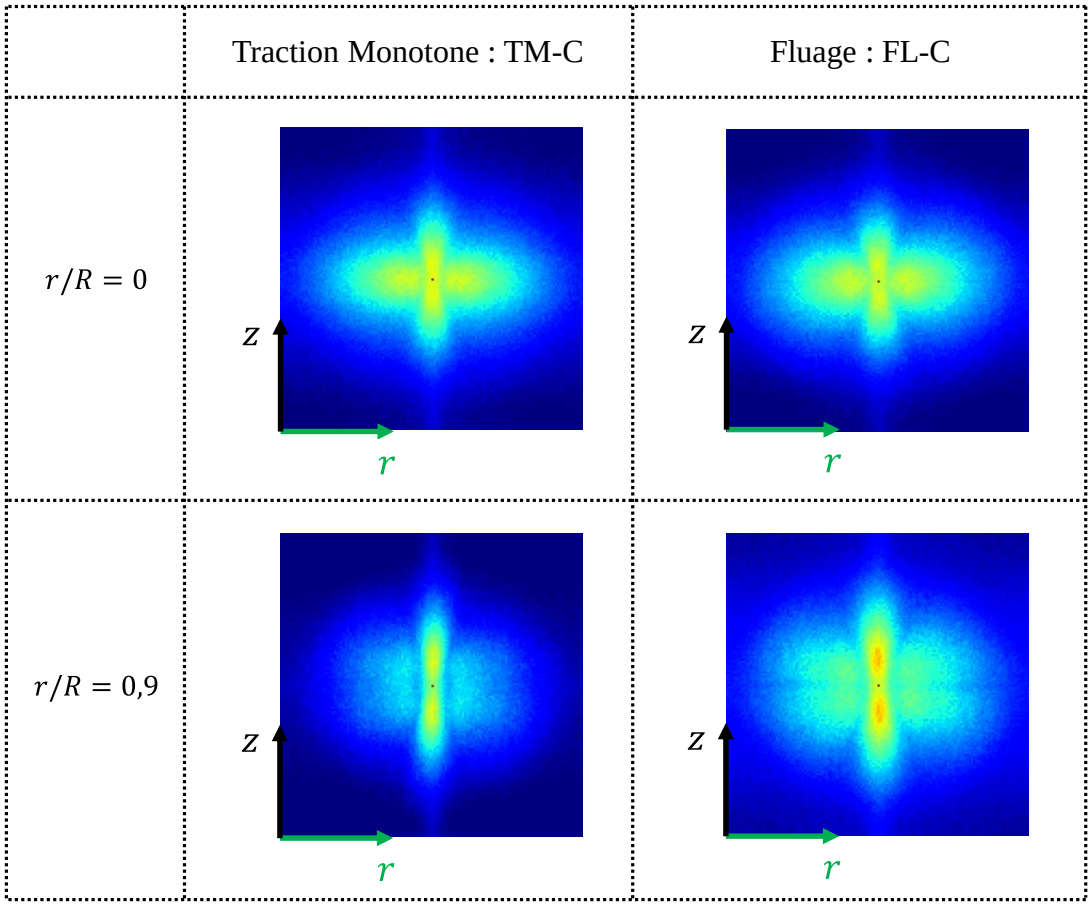


Figure 3. 28 *Motifs FFT représentant l'état de cavitation dans le plan (rz) au centre (r / R = 0) et en fond d'entaille (r / R = 0,9) dans la section nette des éprouvettes TM-C et FL-C.*

2.3.3.2. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

Le facteur de forme A_D reste égal à 0 le long de l'axe de révolution des éprouvettes ($r = 0$) et sur cet axe les cavités sont circulaires et isotropes dans le plan ($r\theta$). En revanche le facteur de forme A_H évolue depuis le centre vers l'épaulement des entailles, ce qui est illustré sur la Figure 3.29. A part pour l'éprouvette TM-A qui ne présente pas la diminution initiale (de la même manière que le diamètre d_R n'augmentait pas jusqu'à une valeur maximale pour TM-A sur la Figure 3.23), le profil de l'évolution axiale de A_H est le même pour toutes les éprouvettes : A_H diminue, atteint une valeur minimale négative de -0,6 puis augmente jusqu'à ce que la zone sans cavités visibles soit atteinte. A la limite de cette zone, A_H est proche de 0 et les cavités sont très petites et sphériques (donc isotropes). Cette évolution est illustrée par la Figure 3.30. La valeur minimale de A_H est atteinte pour la distance normalisée qui correspond à la valeur maximale de d_R : respectivement $2z / \delta = 0{,}15$; $2z / \delta = 0{,}2$ et $2z / \delta = 0{,}3$ pour les éprouvettes A, B et C. Ceci est dû à la définition de A_H et au fait que h_Z diminue de manière linéaire du centre vers l'épaule de l'entaille.

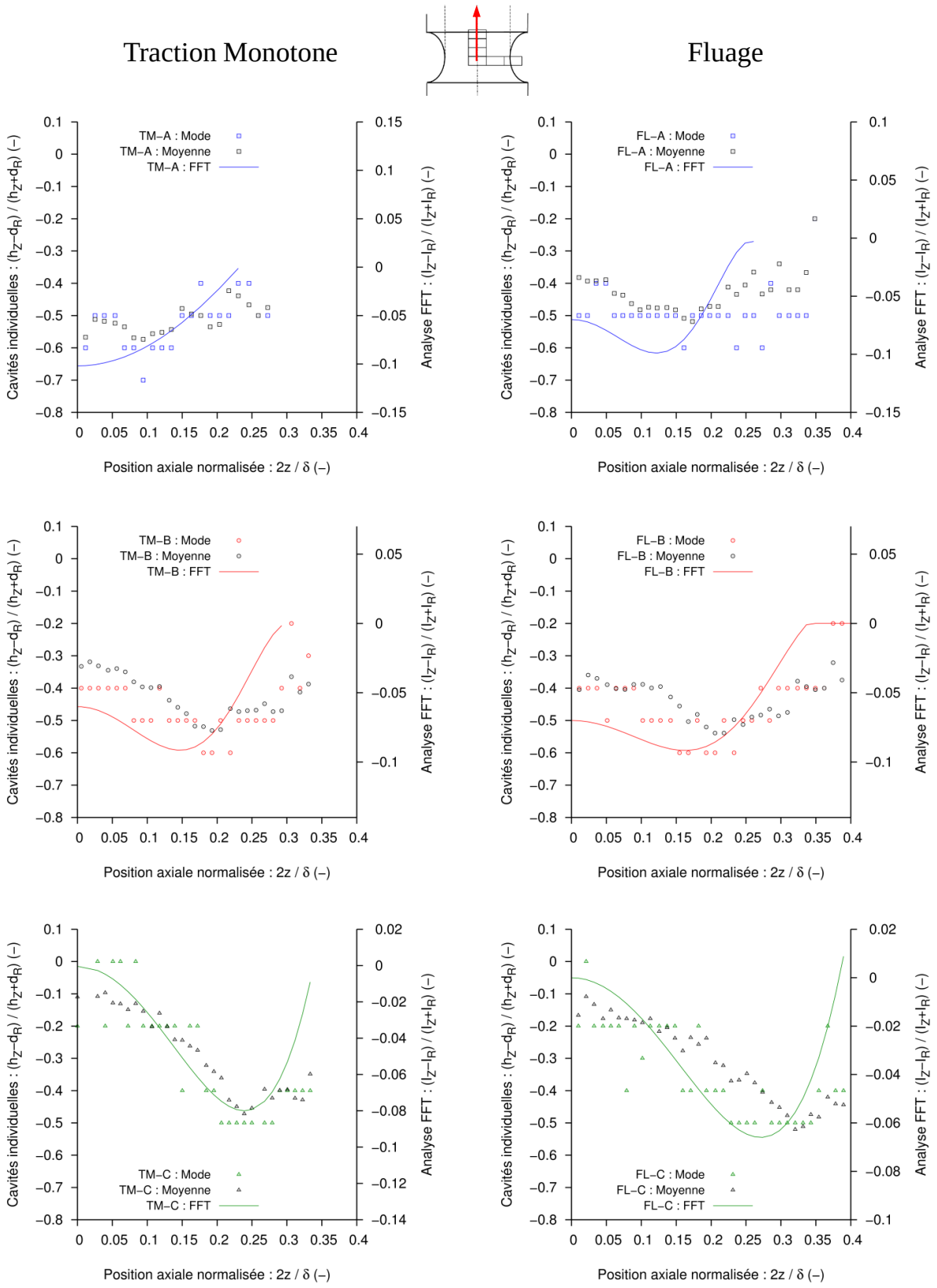


Figure 3. 29 Evolution axiale du facteur de forme *AH* des cavités le long de l'axe de révolution (r = 0) d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).

Finalement, l'état de cavitation caractérisé par A_H = -0,6 est décalé de plus en plus loin le long de l'axe de révolution des éprouvettes au fur et à mesure que la déformation macroscopique augmente. Ceci suggère que l'état de cavitation initial avant le pic de contrainte en traction monotone et le stade de fluage tertiaire en fluage au centre de l'éprouvette correspond celui-là. C'est ce que tendent à montrer les résultats de l'éprouvette TM-A. Ensuite, lorsque l'éprouvette s'allonge, l'état de cavitation au centre évolue, le diamètre des cavités diminue et la hauteur augmente, l'organisation en polar-fans se fait systématique. Les zones qui ne sont pas encore endommagées, localisées plus loin du centre commencent alors être soumises à de la cavitation qui se caractérise par l'état initial A_H = -0,6. Et le phénomène de cavitation progresse ainsi le long de l'axe de révolution des éprouvettes, et provoque la progression de la zone ré-entaillée et blanchie.

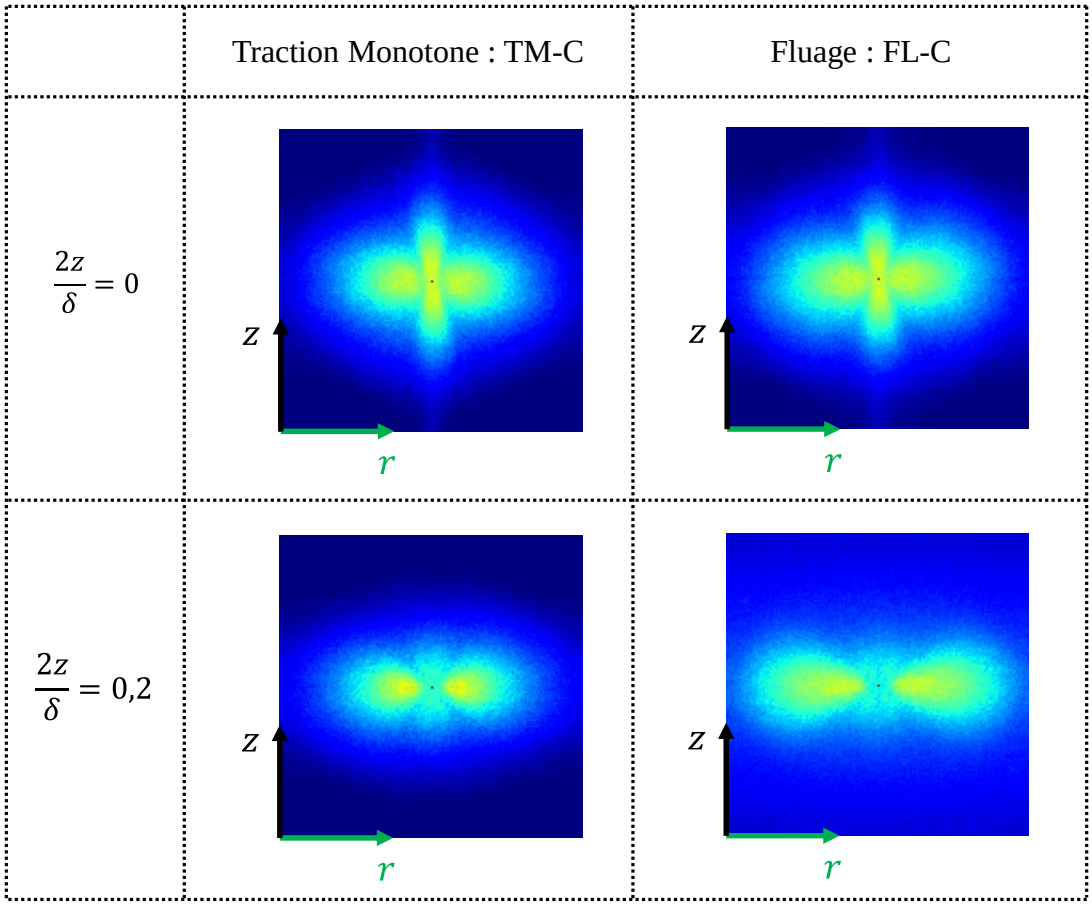


Figure 3. 30 *Motifs FFT représentant l'état de cavitation dans le plan (rz) le long de l'axe de révolution des éprouvettes TM-C et FL-C.*

2.4. Mécanismes de rupture

L'évolution des mécanismes de cavitation au sein d'éprouvettes NT4 déformées en traction monotone et en fluage étant maintenant connue, il est intéressant d'étudier les mécanismes de rupture et de tenter de relier ces deux phénomènes.

2.4.1. Matériau sec

Le matériau constituant les éprouvettes NT4 étudiées lors de cette campagne expérimentale de tomographie était sec. Il est donc important de présenter dans un premier temps les mécanismes de rupture en traction monotone et en fluage d'éprouvettes ne présentant aucune prise en eau. Ces mécanismes ont été présentés par Regrain [Regrain, 2009] et sont identiques pour les deux types de chargement de la même manière que les mécanismes de cavitation. Deux clichés MEB représentant la surface de rupture d'une éprouvette NT4 (de matériau sec) rompue en fluage sont proposés en Figure 3.31. La zone de rupture ductile est localisée plutôt au centre de l'éprouvette. Elle est assez perturbée, avec de nombreux sites d'amorçage qui peuvent être considérés comme des cupules plutôt circulaires d'une centaine de micromètres de diamètre. Il est alors naturel de relier ces cupules au développement des macro-cavités isotropes observées précédemment. Cependant, d'autres faciès présentant des zones de rupture ductile beaucoup moins perturbées (caractérisées par de grosses fibrilles orientées du cœur vers la périphérie de la zone), ainsi qu'un seul site d'amorçage au centre et similaires aux faciès obtenus sur éprouvettes lisses ont été observés. Ce type de surface de rupture peut être expliqué par le fait que le taux de porosité volumique est toujours maximal au centre des éprouvettes NT4.

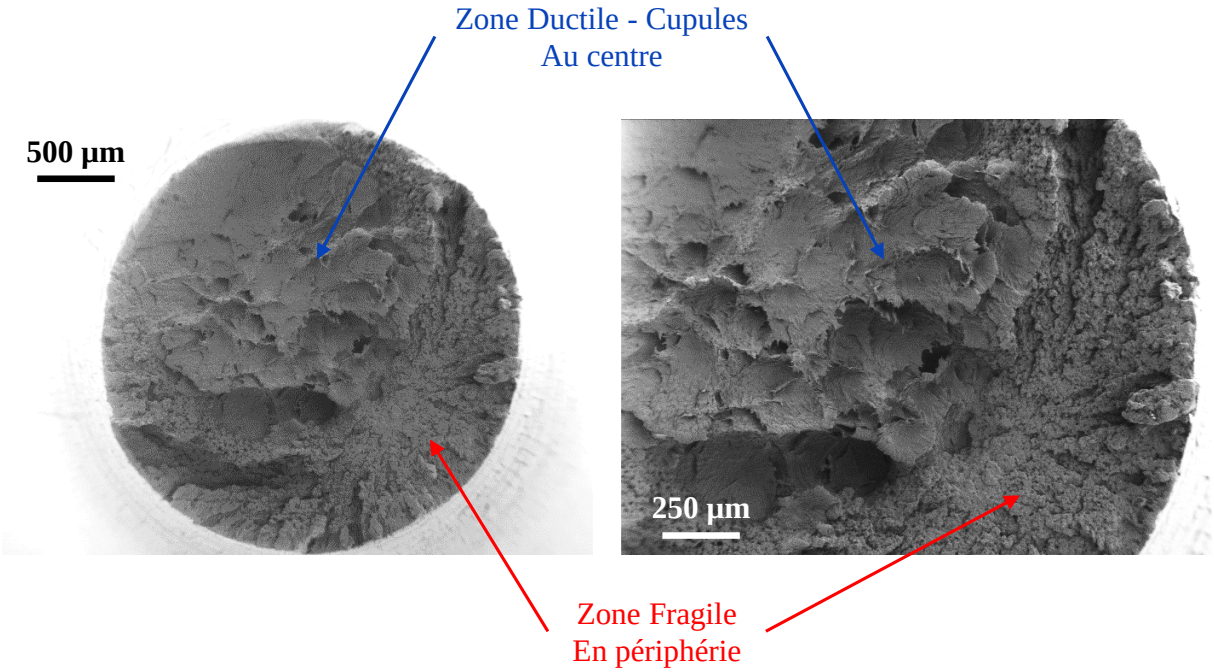


Figure 3. 31 *Observations au MEB de la surface de rupture d'une éprouvette NT4 sollicitée en fluage. Matériau sec.*

Enfin, la zone de rupture fragile, est localisée en périphérie de l'éprouvette, là où le taux de porosité volumique est le plus faible. Elle est caractérisée par un faciès très perturbée, similaire à ceux observés sur éprouvettes lisses, sur lequel des sphérolites ainsi que des creux (qui correspondent à des sphérolites arrachés qui se trouvent sur le faciès complémentaire) en alternance peuvent être identifiés en surface. Cette zone traduit les derniers instants de la rupture de l'éprouvette, lorsque la propagation ductile et donc la rupture par coalescence des macro-cavités ici laisse place à une rupture inter-sphérolitique brutale et rapide.

2.4.2. Matériau conditionné à HR50

La rupture en traction monotone et en fluage d'éprouvettes NT4 pour le matériau PA6 sec est donc gouvernée par les mécanismes de cavitation puisque l'amorçage (caractérisé par les zones ductiles) est localisé au centre de l'éprouvette tout comme la valeur maximale du taux de porosité volumique. Pour le matériau conditionné à HR50, les mécanismes de rupture sur le même type d'éprouvettes NT4 sont différents. En effet, comme la Figure 3.32 permet de l'illustrer en proposant des images des derniers instants avant la rupture lors d'un essai de traction monotone sur éprouvette conditionnée à HR50, l'amorçage est localisé à la surface, de manière axisymétrique, et non au centre. Cet amorçage en surface est certainement dû à un défaut, inévitablement introduit lors de l'usinage des entailles. Il est suivi d'une sorte de déchirure ductile puis de la rupture finale brutale localisée cette fois au centre de l'éprouvette.

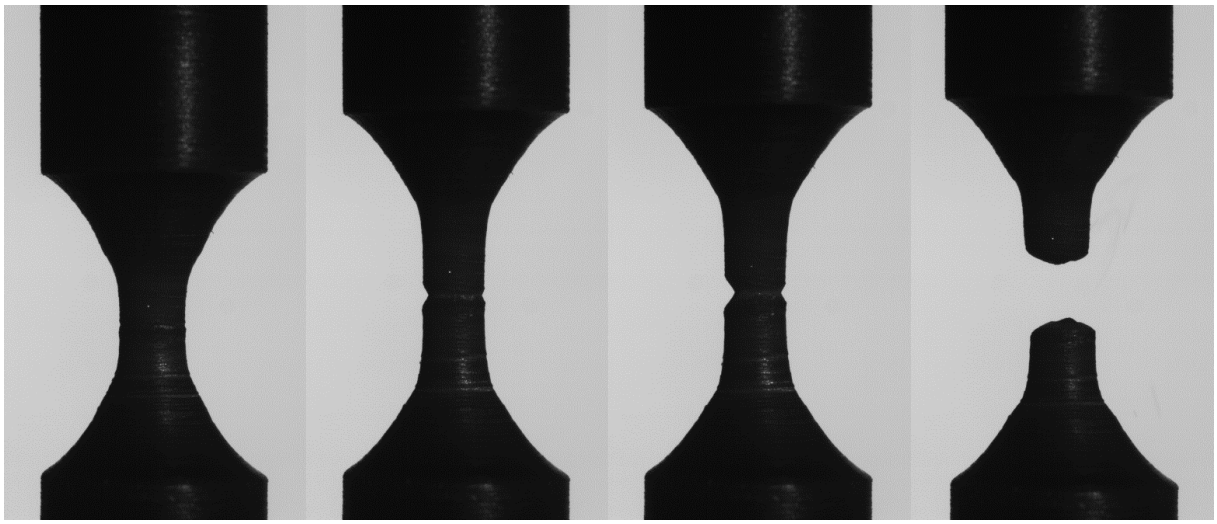


Figure 3. 32 *Mise en évidence de la localisation en surface de l'amorçage de la rupture finale lors d'un essai de traction monotone sur éprouvette NT4. Matériau conditionné à HR50.*

Ce scénario peut ensuite être relié aux surfaces de rupture de ces éprouvettes NT4 sollicitées en traction monotone et en fluage observées au MEB et représentées sur la Figure 3.33 pour le matériau conditionné à HR50. Ces faciès sont similaires pour les deux types de chargement. Du fait de la rupture initiée en surface des éprouvettes, la zone ductile est localisée en périphérie des éprouvettes, revêt bien un caractère axisymétrique et correspond à la phase de déchirure observée sur la Figure 3.32. La zone de rupture fragile est localisée au centre des éprouvettes et correspond à la phase de rupture finale et brutale. Entre ces deux zones, une zone dite « intermédiaire », de transition, présentant un type de faciès différent est également observée.

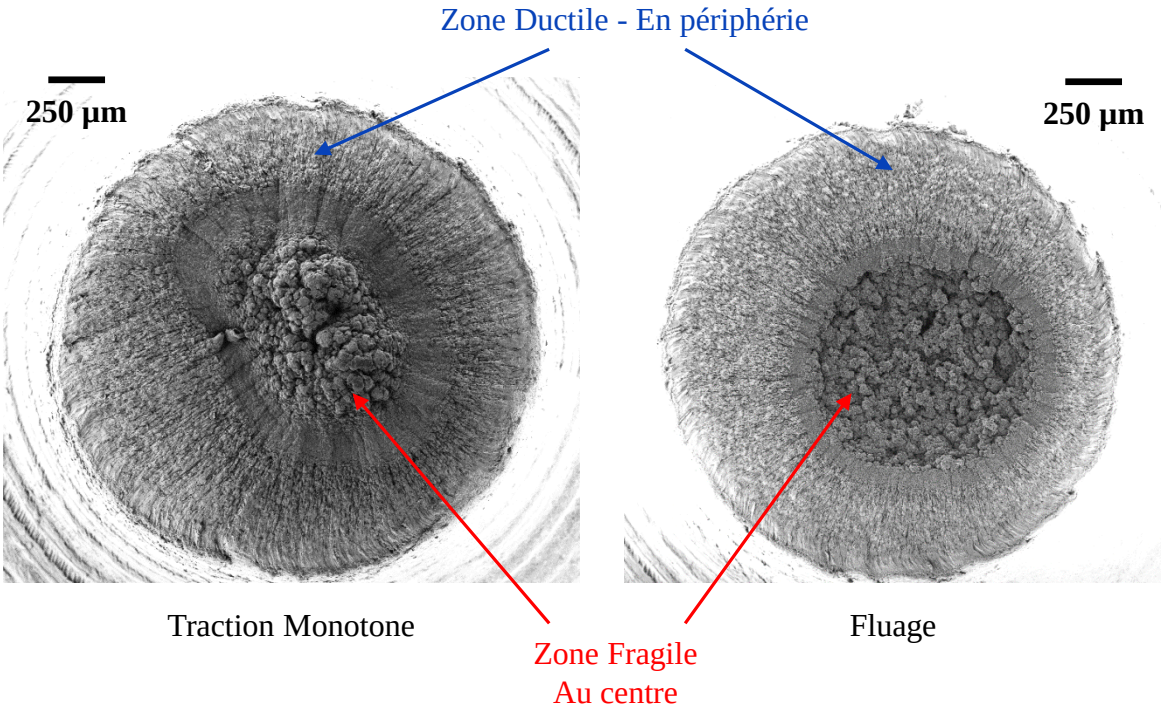


Figure 3. 33 *Observations MEB de surfaces de rupture d'éprouvettes NT4 sollicitées en traction monotone et en fluage. Matériau conditionné à HR50.*

Des observations plus fines de ces mécanismes de rupture sur matériau conditionné à HR50 sont proposées sur la Figure 3.34. La Figure 3.34.a permet de mettre en évidence le changement de type de faciès entre les zones de rupture ductile et fragile. Sur la Figure 3.34.b, de grosses fibrilles caractéristiques de la rupture ductile peuvent être observées. Ces fibrilles sont orientées depuis la surface vers le centre de l'éprouvette et renseigne donc sur la direction de propagation de la rupture ductile. De plus, elles possèdent une forme conique et leur taille (entre 40 et 50 µm de longueur) est égale à la hauteur du fan nord ou sud d'un polar-fan (et donc équivalente à la moitié de la hauteur du polar-fan entier, notée H_{PF}) observé juste avant la rupture (Figure 3.14). Sur la Figure 3.34.d, un scénario expliquant l'origine de la création de ces grosses fibrilles à partir de la microstructure du PA6 endommagé est proposé. Juste avant la rupture, les cavités sont organisées en polar-fans dans l'ensemble de la section nette de l'éprouvette, la densité de ces polar fans est très élevée et un polar-fan possède de nombreux voisins. La coalescence des cavités s'opère donc à la fois au sein d'un même fan par rupture des parois minces de matière entre les cavités (localisée sur la Figure 3.34.d par la flèche verte, il s'agit d'une coalescence en colonne) mais aussi entre les deux cavités de plus grandes dimensions, situées aux extrémités de deux polar-fans voisins cavités (localisée sur la Figure 3.34.d par la flèche bleue). Ce mécanisme peut par exemple être observé sur la Figure 3.13 (éprouvettes TM-C et FL-C). Cette coalescence mène alors à la création de cônes de matière non endommagée, entre les polar-fans, qui constituent, en retombant sur la surface, les fibrilles observées. Les zones de rupture fragile sont représentées à différentes échelles sur les Figures 3.34.c et 3.34.e. L'interprétation des mécanismes physiques à l'origine de ces faciès est beaucoup plus classique et est la même que celle proposée par Regrain [Regrain, 2009]. La rupture fragile est intersphérolitique et laisse apparaître sur les faciès la surface des sphérolites.

Finalement, deux mécanismes différents de rupture ductile ont pu être identifiés : la rupture par coalescence de macro-cavités menant à la formation de cupules circulaires d'une centaine de microns de diamètre et la rupture par coalescence des plus grandes cavités de deux polar fans voisins menant à la formation de grosses fibrilles couchées sur la surface.

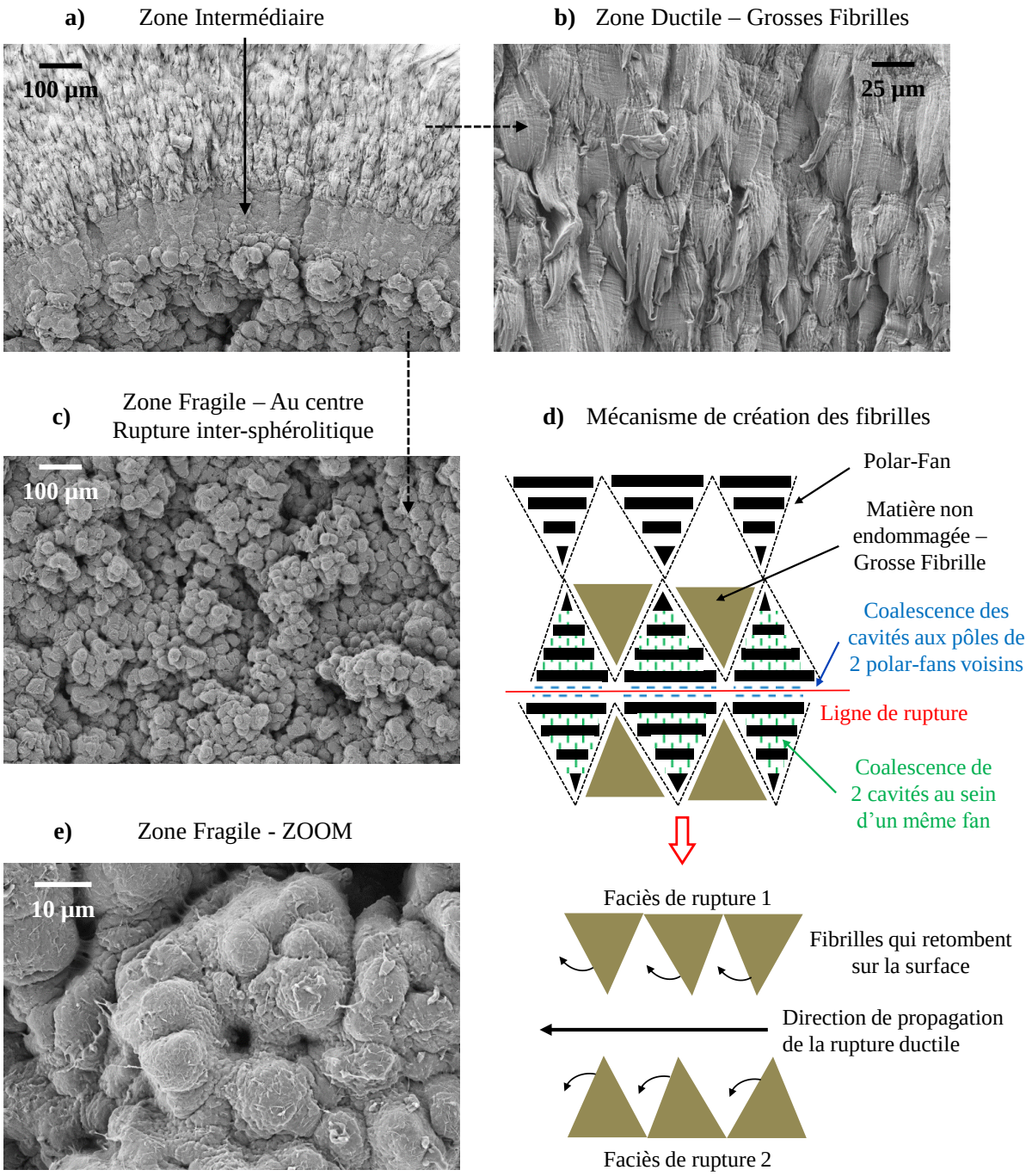


Figure 3. 34 *Observations MEB des différents faciès de la surface de rupture d'une éprouvette NT4 sollicitées en fluage. Matériau conditionné à HR50.*

3. Eprouvettes entaillées NT045

Les éprouvettes entaillées NT045 présentent un rayon de fond d'entaille plus faible que celui des éprouvettes NT4 qui viennent d'être étudiées. L'état de contrainte multiaxial et non homogène produit au sein de l'entaille de ces éprouvettes NT045 est donc différent, et les taux de triaxialité des contraintes atteints sont plus importants. Il est donc intéressant d'étudier les phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage au sein de ce type d'éprouvettes et d'établir le lien avec l'état de contrainte. Il sera alors possible d'établir s'il convient de considérer les éprouvettes NT045 comme des éprouvettes entaillées au sens de Bridgman [Bridgman, 1944] ou s'il est plus approprié de parler d'éprouvette pré-fissurée de la Mécanique de la Rupture. L'étude de ces phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage au sein d'éprouvettes NT045 ont fait l'objet d'une publication [Selles et al., 2017b]. Ces études et les résultats présentés dans la suite concernent le matériau PA6 conditionné à HR50. Par ailleurs, ces études ont été enrichies par le développement et l'utilisation de nouveaux outils comme notamment la technique de la FFT présentée précédemment.

3.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation

L'objectif de cette campagne expérimentale est de comparer les phénomènes de cavitation au sein d'éprouvettes NT045 déformées en traction monotone et en fluage. Cependant, interrompre manuellement des essais mécaniques aux points caractéristiques des courbes de chargement (pic de contrainte en traction monotone et début du fluage tertiaire en fluage) est difficile car la rupture intervient rapidement une fois ces instants atteints. Une procédure expérimentale basée sur l'utilisation d'éprouvettes doublement entaillées a donc été mise en place. Les éprouvettes déformées sont ensuite démontées puis inspectées en tomographie aux rayons X synchrotron de la même manière que pour les éprouvettes NT4.

3.1.1. Eprouvettes doublement entaillées

Une des originalités de cette campagne expérimentale réside donc dans la géométrie des éprouvettes testées. Cette géométrie d'éprouvettes axisymétriques doublement entaillées est représentée sur la Figure 3.35 et a rarement été utilisée pour l'étude des polymères semi-cristallins [Lafarge, 2004]. Deux entailles d'un même rayon en fond de 0,45 mm et d'une section nette S_{net} (minimale) ayant un diamètre de 3,5 mm sont usinées de manière symétrique. Ces entailles sont donc formellement identiques à celles des éprouvettes NT045 simplement entaillées étudiées au Chapitre II (Figure 2.36). Par soucis de simplification, ces éprouvettes doublement entaillées seront aussi appelées éprouvettes NT045 dans la suite.

La géométrie initiale d'une entaille de ces éprouvettes doublement entaillées (dans son état non déformé) a été étudiée en 3D grâce à un tomographe de laboratoire Versa 500 de ZEISS-Xradia. L'intensité du faisceau était d'environ 80 keV, le temps d'exposition de 4 secondes et le temps complet de scan d'environ 6 heures. La taille des voxels reconstruits était de 3,65 µm et la Figure 3.36 représente une coupe longitudinale, contenant l'axe de révolution de l'éprouvette, du volume de tomographie acquis. Cette observation permet de mettre en évidence que l'entaille n'est pas parfaitement circulaire et que la section nette n'est pas située exactement au centre de l'entaille et n'est pas symétrique par rapport aux deux épaulements. Cependant, ces éprouvettes peuvent

raisonnablement être considérées comme des éprouvettes NT045. Par ailleurs, sur cette image de tomographie, il est possible de définir le centre de l'entaille, située sur l'axe de révolution et dans la section nette : il est caractérisé par une coordonnée radiale normalisée $r / R = 0$. La surface de l'entaille est caractérisée par une coordonnée radiale normalisée $r / R = 1$.

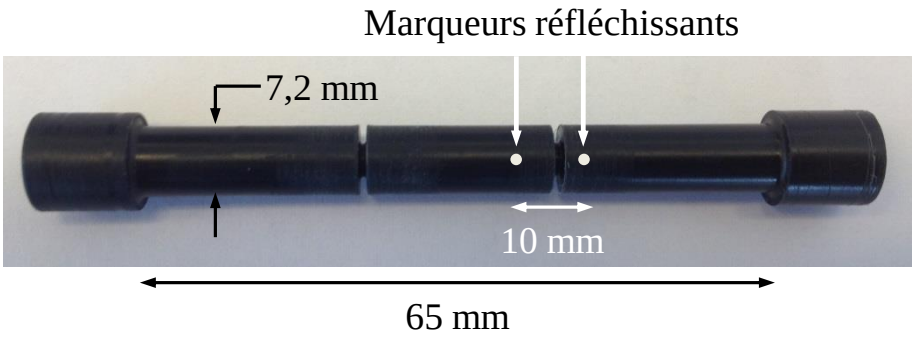


Figure 3. 35 *Géométrie d'une éprouvette axisymétrique doublement entaillées de rayon de fond d'entaille 0,45 mm.*

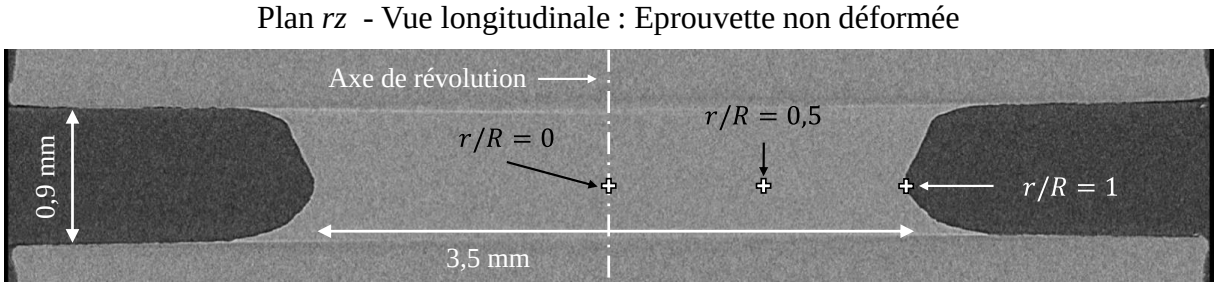


Figure 3. 36 *Géométrie réelle de l'entaille d'une éprouvette NT045 doublement entaillée observée en tomographie de laboratoire. Vue longitudinale.*

3.1.2. Essais de traction monotone et de fluage

La justification de l'utilisation de cette géométrie particulière se trouve dans la nécessité de produire des éprouvettes déformées à partir d'essais de traction monotone et de fluage interrompus au pic de contrainte et au début du fluage tertiaire respectivement. Cependant, le comportement mécanique des éprouvettes NT045 est caractérisé par une rupture rapide et brutale après la localisation de la déformation dans l'entaille, comme présenté au Chapitre II mais aussi observé par Cayzac et al. en traction monotone [Cayzac et al., 2013] ou Saï et al. en fluage [Saï et al., 2011]. Rappelons que la localisation intervient au pic de contrainte et au début du stade de fluage tertiaire. C'est pour cela que les essais mécaniques ont été effectués ici sur des éprouvettes NT045 doublement entaillées. Les essais sont menés jusqu'à la rupture d'une des deux entailles. L'autre entaille est alors non rompue mais déformée jusqu'à ce que le phénomène de localisation apparaisse : alors l'ensemble de la déformation imposée aux têtes des éprouvettes est localisé dans l'entaille qui va rompre. L'autre entaille est maintenue dans l'état de déformation caractéristique du pic de contrainte et du début du stade de fluage tertiaire (hormis les phénomènes réversibles dus à la visco-élasticité).

Les essais présentés dans la suite ont été menés dans une salle à température et hygrométrie relative contrôlées (20°C et 50 % HR respectivement). Des marqueurs réfléchissants, distants de 10 mm, ont été placés de part et d'autre d'une entaille afin d'étudier le déplacement d'ouverture d'entaille, noté U_L, par extensométrie laser (Figure 3.35). Les deux entailles sont donc soumises au même déplacement d'ouverture d'entaille jusqu'au début du phénomène de localisation. Les courbes de chargement correspondant aux différents essais effectués sont représentées sur la Figure 3.37.

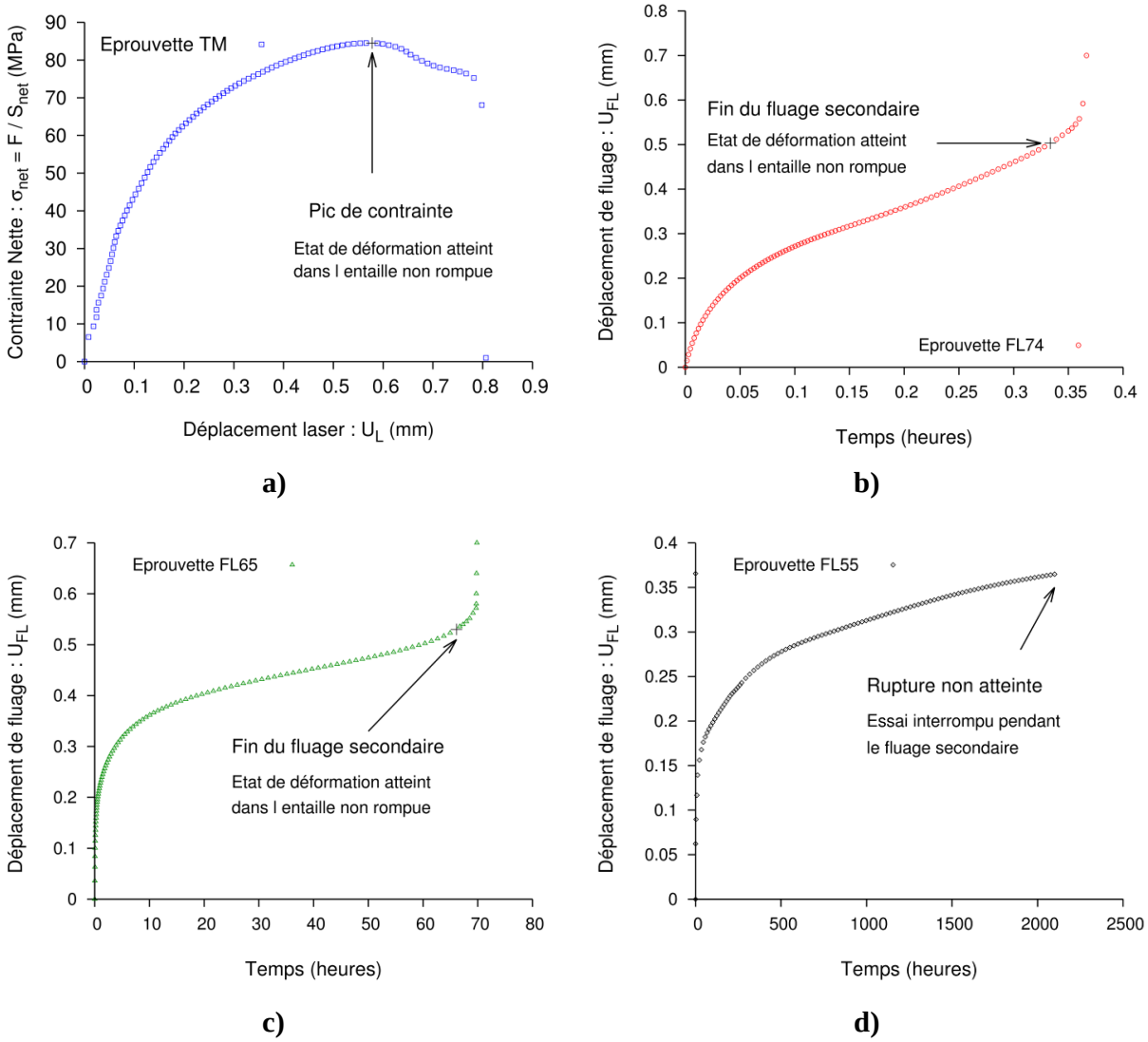


Figure 3. 37 *Essais de traction monotone (a) et de fluage à 74 MPa (b), 65 MPa (c) et 55 MPa (d) sur éprouvettes NT045 doublement entaillées. Matériau conditionné à HR50.*

Un essai de traction monotone a été mené à une vitesse de déplacement de la traverse de 0,1 mm/s. L'évolution jusqu'à la rupture de la contrainte nette σ_{net} est représentée en fonction du déplacement d'ouverture d'entaille U_L sur la Figure 3.37.a. L'allure de la courbe est la même que celle obtenue pour les éprouvettes NT045 simplement entaillées et l'éprouvette non rompue est déformée jusqu'au pic de contrainte caractérisé par σ_{net} = 83 MPa et U_L = 0,6 mm. Cette éprouvette et plus particulièrement l'entaille non rompue inspectée en tomographie sera appelée dans la suite éprouvette TM. Trois essais

de fluage menés respectivement à des contraintes nettes de 74 MPa, 65 MPa et 55 MPa ont été menés et les courbes de fluage correspondantes, représentant l'évolution (classique) du déplacement d'ouverture d'entaille de fluage (U_{FL}) en fonction du temps, sont données sur les Figures 3.37.b, 3.37.c et 3.37.d. Comme évoqué précédemment, le stade de fluage tertiaire est très court et la rupture intervient rapidement après la fin du fluage secondaire. Les essais à 74 et 65 MPa ont été menés jusqu'à rupture et l'entaille non rompue a été déformée jusqu'au début du stade de fluage tertiaire (ou de manière équivalente jusqu'à la fin du stade de fluage secondaire). L'essai à 55 MPa, a été interrompu avant la rupture finale de l'une des entailles, pendant le stade de fluage secondaire et les deux entailles ont été déformées de manière équivalente. Les éprouvettes de fluage seront dénommées dans la suite par les niveaux de chargement imposés : éprouvettes FL74, FL65 et FL55.

3.1.3. Tomographie à rayonnement synchrotron

Ces éprouvettes (plus précisément les entailles) déformées ont été observées au Synchrotron SOLEIL sur la ligne PSICHÉ (Pression Structure Imagerie par Contraste à Haute Energie). Les conditions expérimentales complètes ainsi que les différents paramètres d'acquisition ont été publié précédemment [Poulet et al., 2016]. Seulement les paramètres les plus importants seront rappelés ici. Le faisceau utilisé était un faisceau parallèle rose caractérisé par une énergie de 25 keV. Un scan de tomographie était constitué de 1500 radiographies enregistrées sur 180° de rotation. Le temps d'exposition par radiographie était de 50 ms, ce qui a abouti à une durée totale de scan de 2 minutes, suffisamment courte pour considérer que la microstructure n'était pas altérée par le faisceau. La taille des voxels isotropes était de 1,3 µm et les volumes reconstruits étaient des cylindres de diamètre et de hauteur égaux de 2,6 mm.

De la même manière que lors de la campagne expérimentale de caractérisation de la cavitation dans les éprouvettes NT4, la zone d'intérêt à étudier était plus grande que le champ de vue accessible en un seul scan de tomographie. La technique de la tomographie locale a donc été utilisée à nouveau [Youssef et al., 2005]. Trois Volumes d'Intérêt Tomographiques (VIT) ont été acquis pour chaque entaille et leurs localisations sont données sur la Figure 3.38.a. Le premier VIT est acquis au centre de l'entaille et contient l'axe de révolution de l'éprouvette (axe z qui correspond aussi à la direction de sollicitation). Les deux autres volumes sont acquis de part et d'autre du VIT central et permettent d'observer la surface d'entaille. Ces VIT sont représentés par des carrés dans le plan longitudinal (rz) et par des cercles dans le plan circonférentiel ($r\theta$). Afin d'étudier les gradients de taux de porosité volumique et de morphologie des cavités, les Volumes d'Intérêt Statistiques (VIS) sont définis comme des cubes de 50 µm de côté. Ces VIS sont représentés sur la Figure 3.38.b et sont localisés dans la section nette des éprouvettes, là où la cavitation est la plus intense, et où la coordonnée radiale r a été définie (Figure 3.36). Seulement les évolutions radiales des grandeurs caractéristiques de la cavitation seront donc étudiées ici, de l'axe de révolution des éprouvettes jusqu'à la surface de l'entaille. En effet, les évolutions axiales ne revêtent que peu d'intérêt.

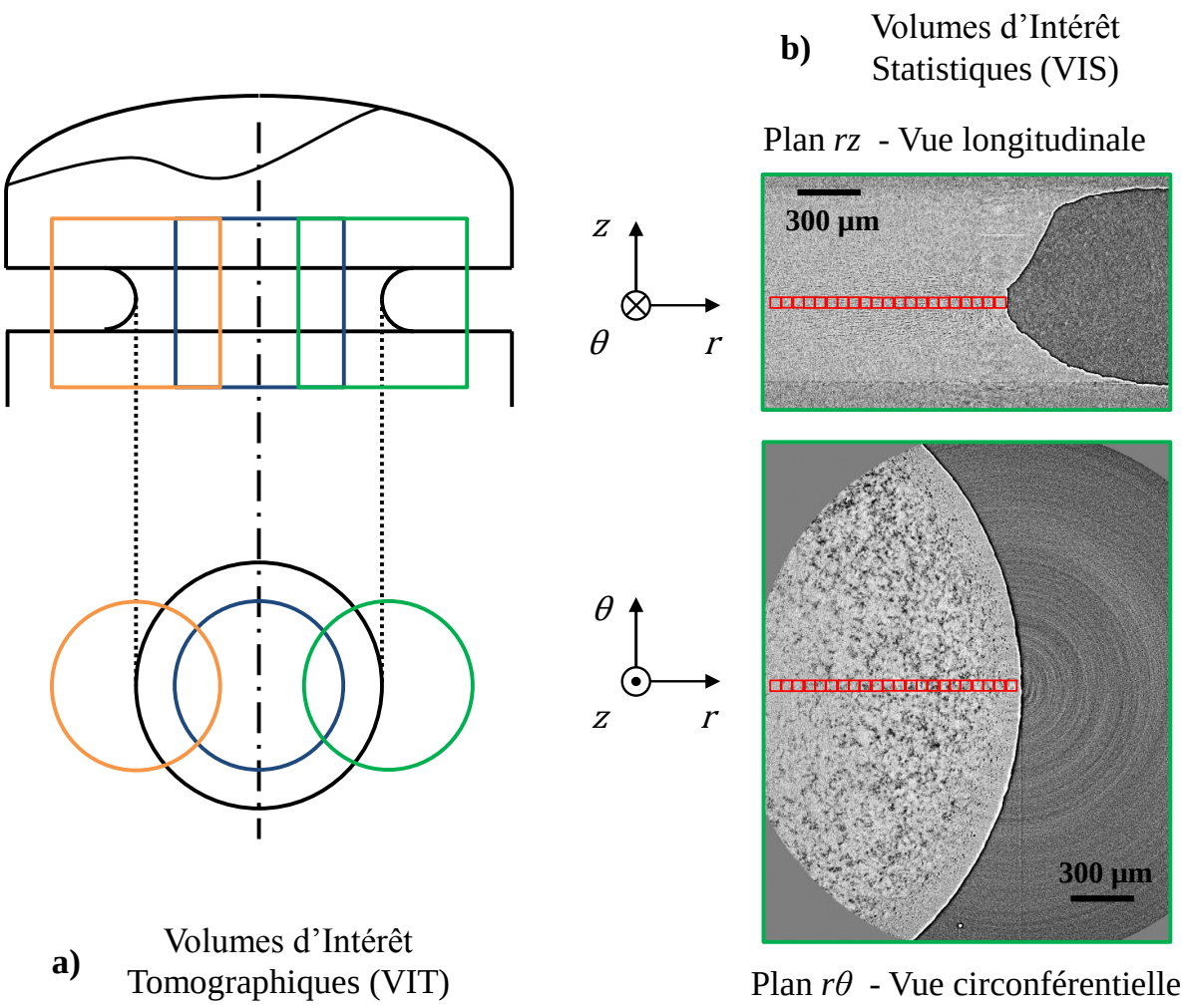


Figure 3. 38 *Méthode de la tomographie locale. Définition et localisation des volumes d'intérêt tomographiques (a) et statistiques (b). Eprouvettes NT045.*

3.2. Etude qualitative de la cavitation – Morphologie et distribution spatiale des cavités

3.2.1. Zone proche de la surface d'entaille

La Figure 3.39.a (respectivement 3.39.b) permet d'observer l'état de cavitation au sein de l'éprouvette TM (respectivement FL65) dans la zone proche de la surface de l'entaille. La matrice PA6 non endommagée est représentée en gris clair et les porosités en gris foncé, entourés de motifs très clairs voire blancs dus au franges de contraste de phase [Cloetens et al., 1997]. Cette figure tend à montrer que les micro-mécanismes de cavitation observés en traction monotone au pic de contrainte et en fluage au début du stade de fluage tertiaire sont similaires, même si l'état de cavitation est plus avancé dans l'éprouvette FL65. Dans le plan ($r\theta$), les cavités ont un aspect circulaire voire elliptique alors que dans le plan (rz) les cavités peuvent être assimilées à des bandes dont la hauteur h_Z (selon la direction de sollicitation z) est beaucoup plus faible que le diamètre (d_R par exemple dans la direction radiale r). La porosité est maximale dans la section nette des éprouvettes, là où les VIS ont été définis. La

hauteur de la zone endommagée est maximale à proximité immédiate de la surface de l'entaille. Ensuite cette hauteur diminue en direction du centre de l'éprouvette, donnant à la région endommagée une forme de « comète ». Un gradient de porosité est par ailleurs observé dans la section nette de l'éprouvette, le long de l'axe *r*. Le taux de porosité volumique maximal est localisé entre l'axe de révolution et la surface d'entaille. De plus une zone d'environ 50 à 100 µm sans cavités visibles peut être identifiée à la surface des entailles. Cette zone a aussi été observée sur les éprouvettes entaillées NT4 (Figure 3.16) et en utilisant la technique de la laminographie pour l'étude des phénomènes de cavitation au sein d'éprouvettes de type « Compact Tension » du même matériau PA6 déformées en traction monotone *in-situ* [Cheng et al., 2016].

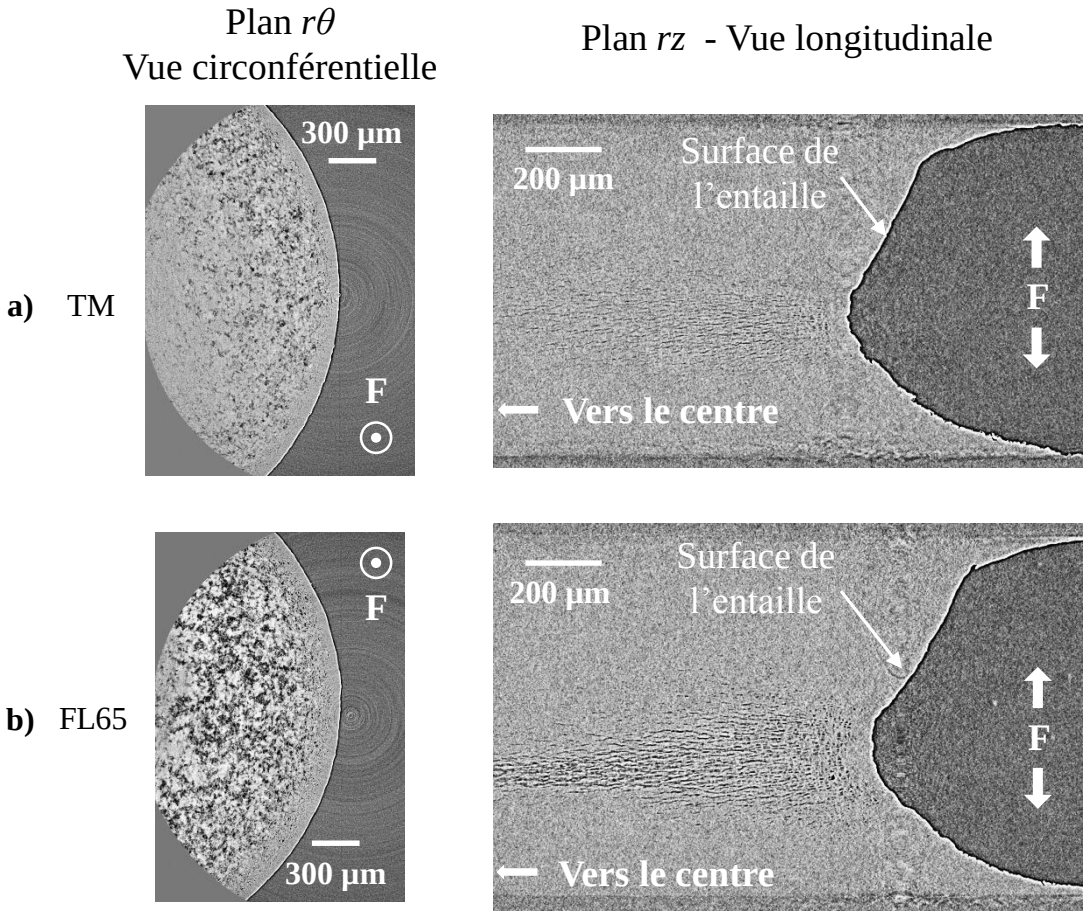


Figure 3. 39 *Morphologie des cavités à proximité de la surface de l'entaille pour les éprouvettes TM (a) et FL65 (b). Vues circonférentielle dans le plan (rθ) et longitudinale dans le plan (rz).*

L'état de cavitation dans la zone proche de l'entaille avant le début du stade de fluage tertiaire, c'est à dire pendant le fluage secondaire, est représenté sur la Figure 3.40 par une coupe longitudinale dans le plan (*rz*) de l'éprouvette FL55. Cette image est donc représentative des premiers stades du développement des cavités au sein d'une éprouvette entaillée NT045. La zone cavitée est moins étendue que dans les éprouvettes TM, FL74 et FL65 et le taux de porosité volumique maximal est plus faible et localisé plus proche de l'entaille. Depuis la surface de l'entaille vers le centre de l'éprouvette, il est possible d'observer :

- la zone sans cavités visibles ;
- des petites cavités sphériques, pas encore organisées en polar-fans ;
- des cavités de forme oblate, assimilables à des cylindres aplati dont la base est perpendiculaire à la direction de sollicitation.

Finalement, la cavitation s'initie pendant le stade de fluage secondaire ou avant le pic de contrainte en traction monotone à proximité de la surface de l'entaille puis elle progresse en direction du centre de l'éprouvette.

Plan *rz* - Vue longitudinale : FL55

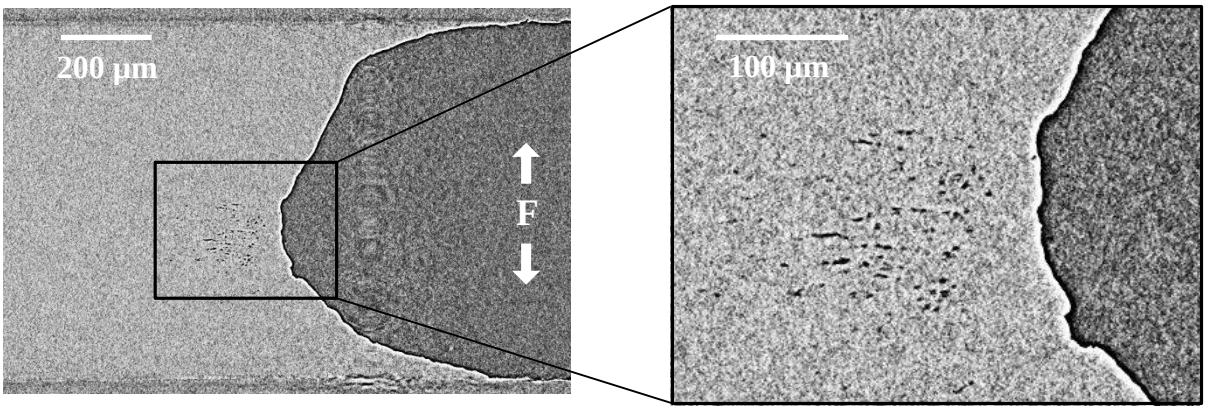


Figure 3. 40 *Morphologie des cavités à proximité de la surface de l'entaille pour l'éprouvette FL55. Vue longitudinale dans le plan (rz).*

3.2.2. Symétrie de la cavitation par rapport à l'axe de révolution

Les gradients identifiés grâce à la Figure 3.39 présentent en réalité un profil axisymétrique. Afin de mettre cela en évidence, les coupes longitudinales dans le plan contenant l'axe de révolution de l'éprouvette FL65 des 3 TVI acquis sont accolées et représentées sur la Figure 3.41 (le VIT central a été rogné). De plus, un zoom est effectué sur la zone proche de la surface de l'entaille pour observer avec plus de précision les différentes morphologies de cavités ainsi que leurs arrangements particuliers. En fond d'entaille (zone 1), le taux de triaxialité des contraintes est plus faible et aucune cavité n'est visible. Cette fine épaisseur de matière sans endommagement identifiable à l'échelle du micromètre a aussi été observée sur les éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone et en fluage [Laiarinandrasana et al., 2012] [Selles et al., 2016a]. Une valeur faible voire modérée du taux de triaxialité des contraintes peut être aussi à l'origine de l'organisation des cavités en polar-fans [Pawlak et Galeski, 2008] [Pawlak et Galeski, 2010] dans la zone 2. Ces colonnes sont orientées selon le profil de la surface d'entaille. Individuellement, les cavités dans cette zone sont de fins cylindres dont la hauteur est équivalente au diamètre. Enfin, vers le centre, c'est à dire dans la zone 3, le diamètre des cavités varie fortement alors que la hauteur reste constante. Ces cavités ont une morphologie du type « penny shape » ou oblate et peuvent être assimilées à des cylindres aplatis (dont le diamètre est plus grand que la hauteur).

Plan *rz* - Vue longitudinale : FL65

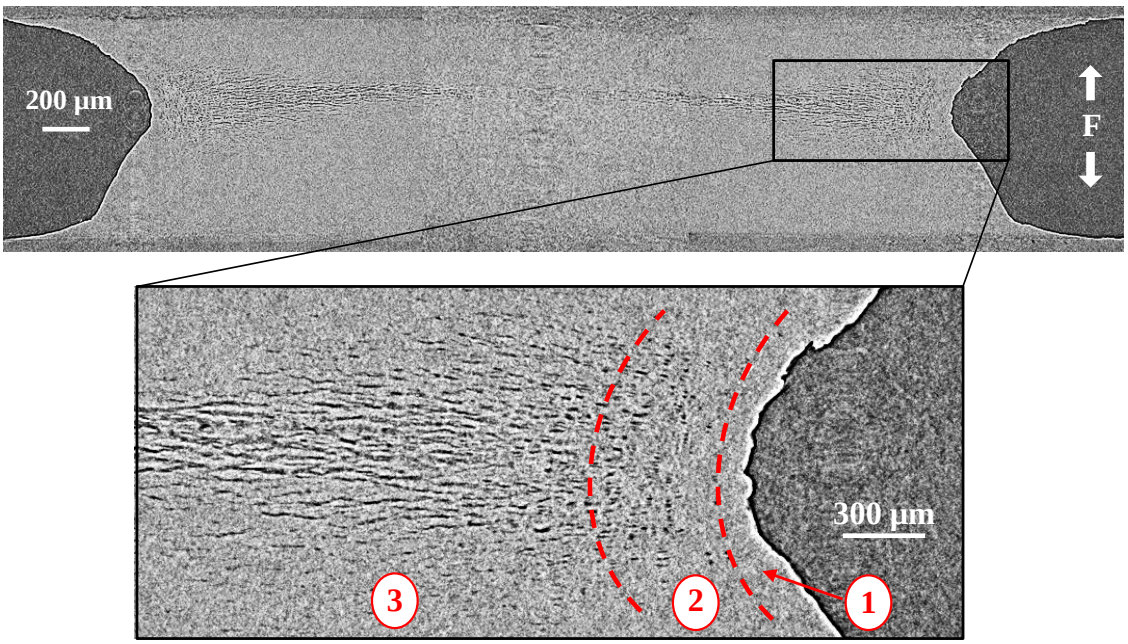


Figure 3. 41 *Mise en évidence du caractère axisymétrique de l'état de cavitation au sein de l'éprouvette FL65. Assemblage de coupes longitudinales des 3 VIT contenant l'axe de révolution de l'éprouvette.*

3.2.3. Macro-cavités : Origine de la rupture finale ?

De la même manière que dans les éprouvettes NT4, des macro-cavités, dont la taille dépasse largement la taille des autres cavités au sein de l'entaille, ont été observées dans les éprouvettes TM, FL74 et FL65. La morphologie de ces cavités est représentée dans les plans ($r\theta$) et (rz) mais en aussi en 3D sur la Figure 3.42. Ces cavités sont systématiquement localisées entre la surface de l'entaille et l'axe de révolution de l'éprouvette, dans la section nette. Elles ont une forme de cylindre aplati dont la base est circulaire et isotrope (vue circonférentielle). La hauteur (h_Z), de l'ordre de quelques micromètres, est très petite devant le diamètre (d_R ou d_θ de manière équivalente), de près de 200 µm (vue longitudinale). Ces cavités semblent donc se former par coalescence radiale puisque leur hauteur n'est pas tellement plus élevée que celle des cavités standards. Il est alors raisonnable de relier la rupture finale des éprouvettes à la croissance de ces macro-cavités par coalescence radiale des micro-cavités.

3.3. Etude quantitative de la cavitation – Taux de porosité volumique et dimensions des cavités

Les phénomènes de cavitation au sein d'éprouvettes NT045 déformées en traction monotone et en fluage ont donc été étudiés de manière qualitative à partir des images 2D et volumes 3D en intensité réelle fournis par la tomographie. Le traitement de ces volumes par segmentation des niveaux de gris et identification des cavités mais aussi par la méthode FFT permet maintenant de quantifier les évolutions radiales des grandeurs caractéristiques de ces phénomènes dans la section nette ($z = 0$).

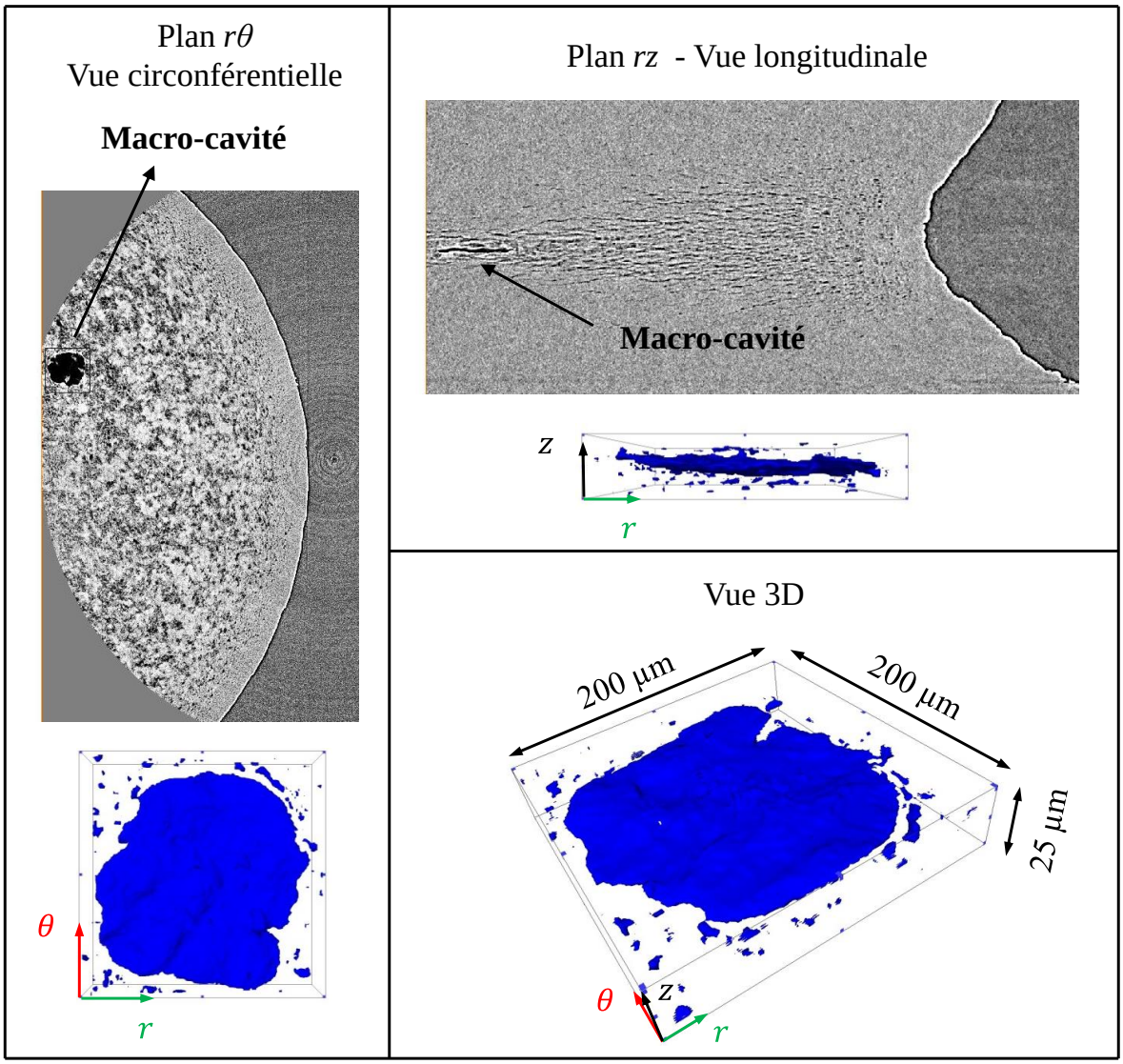


Figure 3. 42 *Observations et 2D et 3D d'une macro-cavité au sein de l'éprouvette FL65.*

3.3.1. Taux de porosité volumique

Les évolutions radiales du taux de porosité volumique V_F au sein de la section nette de toutes les éprouvettes sont représentées sur la Figure 3.43. La coordonnée radiale normalisée r / R est définie sur la Figure 3.36, mais rappelons qu'elle vaut 0 au centre de l'éprouvette (sur l'axe de révolution) et 1 à la surface de l'entaille. Rappelons aussi que le caractère purement quantitatif de ces résultats (et donc par exemple la valeur du taux de porosité maximal) est sujet à de nombreux biais et incertitudes. En revanche, les variations entre éprouvettes ainsi que le profil des gradients (localisation des valeurs maximales et minimales au sein de l'éprouvette par exemple) ne sont pas influencés par la procédure de segmentation. Pour l'ensemble des éprouvettes (aussi bien déformées en traction monotone qu'en fluage), la valeur maximale de V_F est localisée entre l'axe de révolution et la surface d'entaille, comme cela avait été observé qualitativement. En fond d'entaille et au centre, V_F est d'ailleurs très faible. Toujours en accord avec l'étude des images de tomographie, l'état de cavitation au sein de l'éprouvette FL65 est plus développé que dans les éprouvettes TM et FL74. En effet, la valeur maximale de V_F (de

presque 16 %) est localisée à la coordonnée radiale $r / R = 0{,}6$ dans l'éprouvette FL65 alors que la valeur maximale de V_F pour les éprouvettes TM et FL74 (de presque 10 %) est moins élevée et localisée plus près de la surface d'entaille ($r / R = 0{,}8$). Enfin, la valeur maximale de V_F (6 %) au sein de FL55 est la plus faible, et est localisée encore plus près de la surface d'entaille, en $r / R = 0{,}93$. La cavitation semble donc progresser au cours de la déformation macroscopique de la surface de l'entaille vers l'axe de révolution de l'éprouvette. De plus, les mécanismes de cavitation en traction monotone et en fluage sont les mêmes, et les états de cavitation atteints au pic de contrainte (éprouvette TM) en traction monotone et le début du fluage tertiaire (éprouvette FL74 mais aussi FL65) sont comparables.

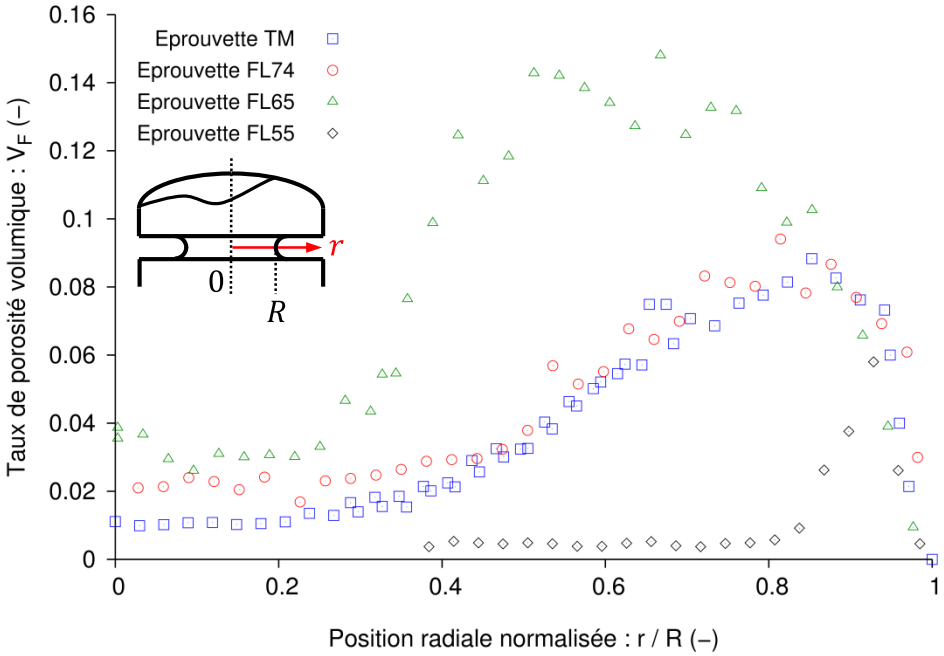


Figure 3. 43 *Evolution radiale du taux de porosité volumique V_F dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes NT045 déformées en traction monotone et en fluage.*

Rappelons par ailleurs, que la valeur maximale de V_F au sein des éprouvettes NT4 déformées en traction monotone et en fluage était localisée systématiquement dans la section nette, le long de l'axe de révolution et donc au centre de l'entaille. Ce résultat avait donc été relié aux profils de taux de triaxialité des contraintes et de plus grande contrainte principale dans les éprouvettes axisymétriques entaillées proposés par Bridgman [Bridgman, 1944] et par Beremin [Beremin, 1980] qui prévoient aussi une localisation au centre de l'entaille de leurs valeurs maximales. Cependant, la valeur maximale de V_F au sein d'éprouvettes NT045 est localisée à proximité de l'entaille et non plus au centre. Et ce résultat remet en question le lien entre distribution de taux de triaxialité des contraintes prévu par Bridgman et état de cavitation ! Il est cependant établi qu'un état de contrainte multiaxial favorise le développement de la cavitation. Il sera donc intéressant dans la suite de déterminer quelle grandeur mécanique issue du champ de contrainte peut être considérée comme la force motrice de la cavitation. Un certain lien a néanmoins été établi avec le taux de triaxialité des contraintes, notamment le fait qu'une triaxialité faible et un état de contrainte uniaxial conduisait à des taux de porosité faibles (en fond d'entaille particulièrement). Dans la suite, une attention particulière sera donc accordée à l'étude de la pression hydrostatique ou contrainte moyenne, qui entre dans l'expression du taux de triaxialité des contraintes.

Par ailleurs, les éprouvettes NT045 pourraient aussi être étudiées comme des éprouvettes fissurées de la Mécanique de la Rupture. Dans ce cas, l'entaille est considérée comme une fissure et les valeurs maximales de la plus grande contrainte principale et de la pression hydrostatique sont localisées en pointe de fissure. Cependant, l'entaille de rayon 0,45 mm des éprouvettes NT045 doit plutôt être considérée comme une singularité « émoussée » que comme une fissure (caractérisée par un rayon tendant vers 0). Dans ce cas, certains auteurs ont déterminé par éléments finis la distribution du champ de contraintes dans la zone proche de la singularité [Rice et Johnson, 1970] [Mc Meeking, 1977]. Ils prévoient que la valeur maximale de la plus grande contrainte principale et celle de la pression hydrostatique sont localisées à une petite distance de la surface de la singularité émoussée et que cette distance augmente lorsque le rayon de courbure de la singularité augmente. Or, lorsque la déformation macroscopique augmente (de traction monotone ou de fluage), l'ouverture d'entaille augmente et le rayon de courbure augmente. La valeur maximale de la plus grande contrainte principale est donc localisée de plus en plus loin du fond d'entaille lorsque la déformation augmente, et le taux de porosité volumique (et notamment la localisation de sa valeur maximale) évolue de la même manière.

Plan *rz* - Vue longitudinale : FL65

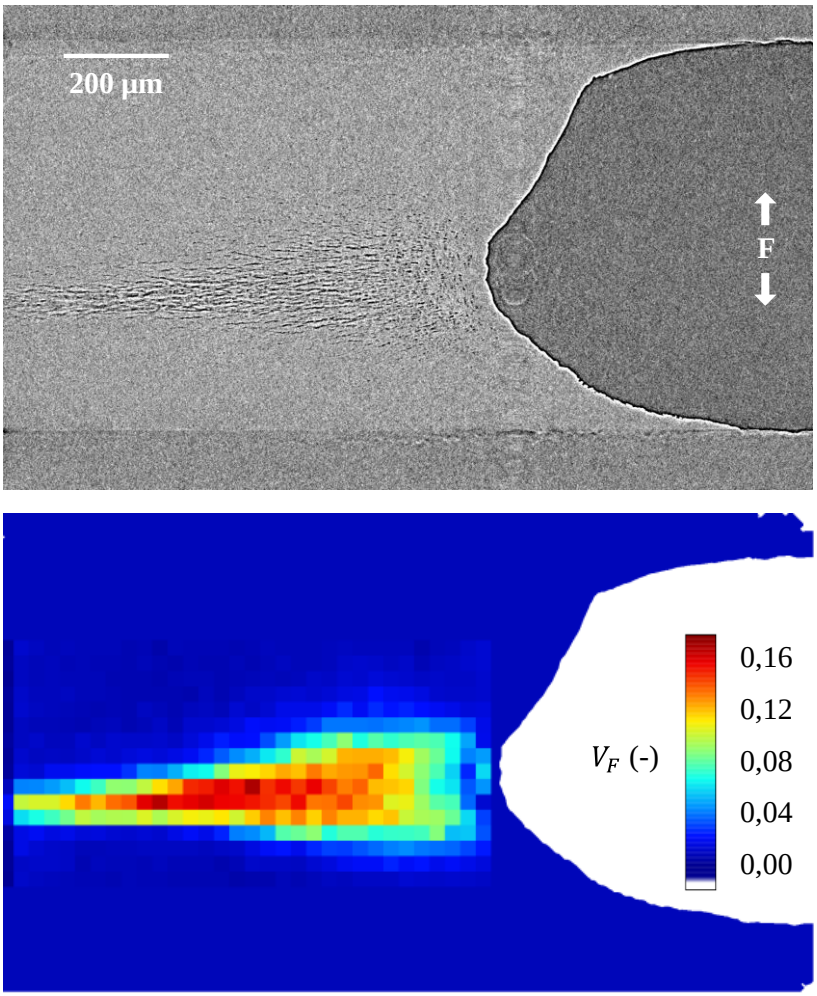


Figure 3. 44 *Image de tomographie en intensité réelle (en haut) et cartographie d'iso-valeurs du taux de porosité volumique V_F. Vue longitudinale dans le plan (rz) de l'éprouvette FL65.*

Enfin, sur la Figure 3.44, une vue longitudinale en intensité réelle du VIT proche de l'entaille de l'éprouvette FL65 est proposée (en haut) ainsi que la cartographie d'iso-valeurs correspondante représentant la distribution de V_F (toujours évalué sur des VIS de 50 µm³) dans ce plan (en bas). Ces images permettent de mettre en évidence que la valeur maximale de V_F est bien localisée dans la section nette, entre l'axe de révolution et le fond d'entaille et que la zone endommagée présente une forme de « comète » qui s'affine depuis la surface de l'entaille vers le centre de l'éprouvette. Ces images ont été réalisées notamment grâce aux procédures mise en place par Poulet [Poulet, 2017].

3.3.2. Morphologie des cavités – Facteurs de forme

L'évolution radiale des dimensions caractéristiques des cavités (d_R, h_Z et d_θ) ne sera pas analysée dans la suite. En effet, comme cela a été observé de manière qualitative, la hauteur des cavités h_Z ne varie pas dans la section nette des éprouvettes, et les gradients de morphologie sont essentiellement dus aux gradients de diamètres (d_R et d_θ). De plus, il a été montré lors de l'étude portant sur la cavitation au sein des éprouvettes NT4 que travailler sur les facteurs de forme permettait de limiter la dispersion expérimentale des résultats et que la représentation des données statistiques par la valeur modale ou la valeur moyenne donnait les mêmes résultats. Cette section concerne donc l'évolution radiale des facteurs de forme A_D et A_H définis respectivement par les équations 3.4 et 3.5. La méthode FFT est utilisée afin de valider et lisser ces résultats concernant l'anisotropie des cavités obtenus après segmentation des images en intensité réelle et traitement individuel des cavités. Sur les graphiques suivants, les valeurs modale et moyenne des facteurs de forme obtenues après segmentation sont représentées par des symboles sur l'axe des ordonnées de gauche et le facteur de forme obtenu par FFT est représenté par une ligne continue sur l'axe des ordonnées de droite.

Sur la Figure 3.45, les évolutions radiales dans la section nette ($z = 0$) du facteur de forme A_D sont représentées pour les éprouvettes TM, FL74 et FL65 et les résultats sont similaires pour les deux types de chargement mais aussi pour les deux méthodes mises en œuvre. Au centre de l'éprouvette, A_D est proche de 0 et les cavités sont isotropes et circulaires dans le plan ($r\theta$) puisque les diamètres d_R et d_θ sont quasiment égaux. Lorsque la coordonnée radiale augmente, c'est à dire lorsqu'on se rapproche de l'entaille, A_D augmente très légèrement, ou reste constant, puis diminue rapidement (lorsque $r / R > 0{,}6$). Alors d_θ devient plus grand que d_R, les cavités s'allongent dans la direction tangentielle et deviennent elliptiques dans le plan ($r\theta$). A la surface de l'entaille A_D (évalué après segmentation sur les cavités individuelles) a atteint la valeur de -0,2 pour les trois éprouvettes étudiées. Ce phénomène d'ovalisation des cavités en fond d'entaille dans le plan circonférentiel est équivalent à celui qui a été mis en évidence précédemment au sein des éprouvettes entaillées NT4 déformées aussi bien en traction monotone qu'en fluage.

Sur la Figure 3.46, les évolutions radiales dans la section nette ($z = 0$) du facteur de forme A_H sont représentées pour les éprouvettes TM, FL74 et FL65 et l'allure générale des courbes est encore une fois la même pour les deux types de chargement. De plus les résultats obtenus par étude des cavités individuelles et par FFT sont en concordance. La hauteur h_Z des cavités étant constante (entre 3 et 3,5 µm) dans la section nette des éprouvettes, le gradient de facteur de forme A_H est dû au gradient de diamètre d_R. Au centre des éprouvettes, A_H est proche de 0 et les quelques cavités sont isotropes dans le plan (rz). A_D étant aussi proche de 0 au centre de l'éprouvette, la cavitation dans cette zone est totalement isotrope en 3D et les cavités sont sphériques et de petites tailles. Il a été montré précédemment que le centre des éprouvettes NT045 était la zone qui était endommagée en dernier

dans la section nette puisque la cavitation progresse de la surface d'entaille vers le centre lorsque la déformation macroscopique augmente. Ainsi, l'état de cavitation le long de l'axe de révolution des éprouvettes est un état très peu développé (similaire à celui observé dans l'éprouvette FL55 par exemple). Finalement, il est possible de conclure que l'un des premiers stades de la cavitation dans le matériau PA6 de l'étude est la présence de porosités sphériques de petites tailles qui changent ensuite de morphologie en fonction notamment de la géométrie de l'éprouvette et donc de la distribution du taux de triaxialité des contraintes mais aussi de leur localisation dans l'éprouvette. Ce genre de morphologie a par exemple était identifié dans la zone peu endommagée le long de l'axe de révolution des éprouvettes NT4, juste avant la zone dans laquelle aucune cavité ne pouvait être identifiée.

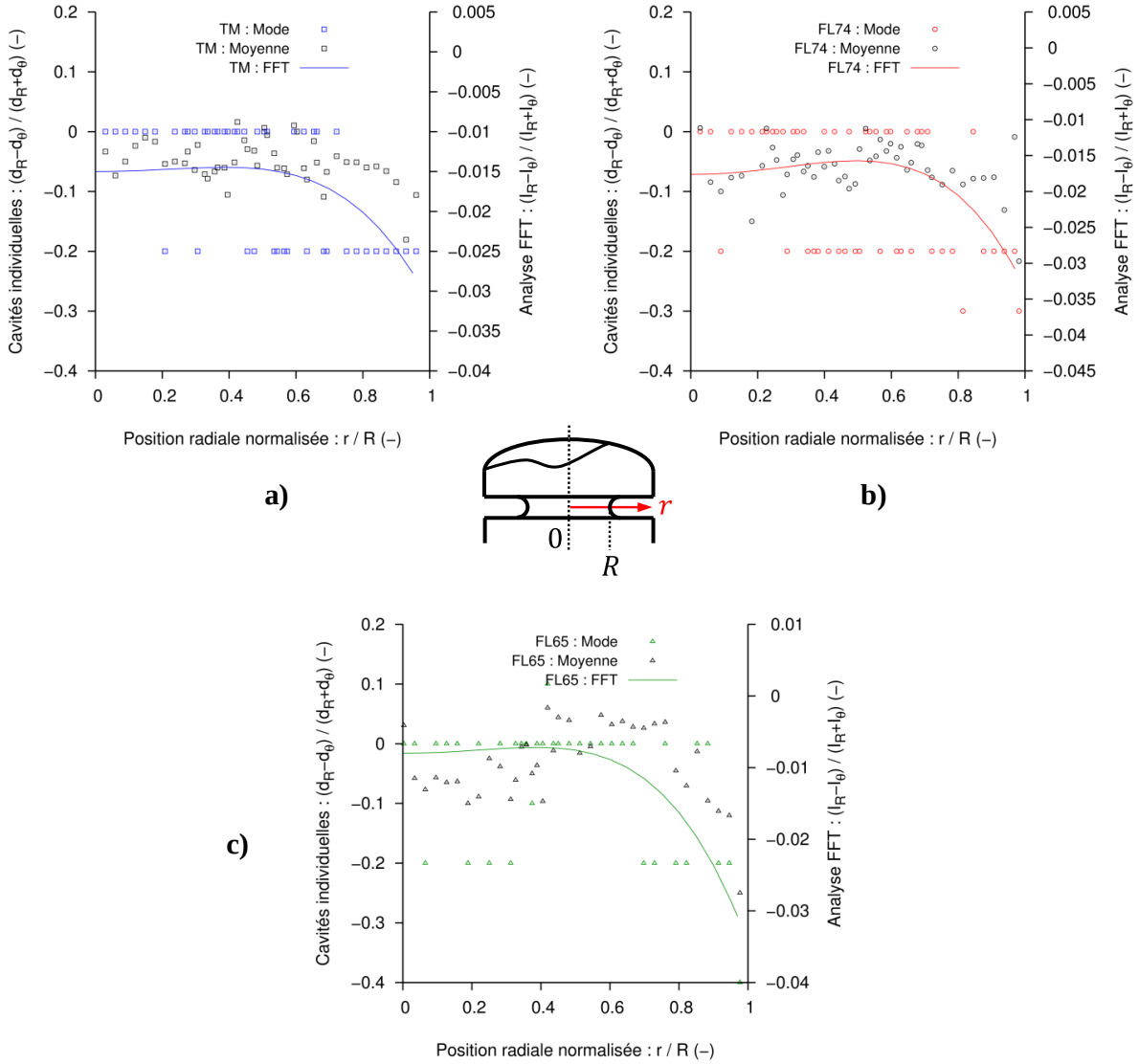


Figure 3. 45 *Evolution radiale du facteur de forme A_D des cavités dans la section nette (z = 0) de l'éprouvette TM(a) ; FL74 (b) et FL65 (c).*

Ensuite, en direction de la surface de l'entaille, A_H diminue jusqu'à atteindre une valeur minimale car le diamètre d_R des cavités augmente. Cette valeur est similaire pour les trois éprouvettes, et est proche de - 0,5 : le diamètre d_R des cavités (évalué en cette localisation entre 6 et 7 µm) est donc plus important

que leur hauteur et les cavités peuvent être considérées comme des cylindres aplatis (zone 3 sur la Figure 3.41). Il est alors important de noter que la localisation de cette valeur minimale de A_H dans la section nette de l'éprouvette est la même que celle de la valeur maximale du taux de porosité volumique : $r / R = 0{,}8$ pour les éprouvettes TM et FL74 et $r / R = 0{,}6$ pour l'éprouvette FL65. La hauteur des cavités étant quasi-constante lorsque la coordonnée radiale varie, le volume des cavités et donc le taux de porosité volumique est directement lié aux diamètres (d_R et d_θ) des cavités (mais aussi au nombre de cavités par unité de volume). Enfin, à proximité de l'entaille, le facteur de forme A_H augmente rapidement jusqu'à atteindre une valeur positive pour $r / R > 0{,}95$. En fond d'entaille (dans la zone 2 définie sur la Figure 3.41), les cavités sont organisées en polar-fans et possèdent une morphologie proche de celle d'un cylindre à base elliptique dont le diamètre d_R est proche de la hauteur h_Z. L'état de contrainte en fond d'entaille doit donc être caractérisé par un taux de triaxialité faible voire modéré, favorable à la formation de ces polar-fans et de cavités élancées selon la direction de chargement. Ce résultat confirme donc le fait qu'au sein des éprouvettes NT045, le maximum de taux de porosité n'est ni localisé le long de l'axe de révolution, ni en fond d'entaille.

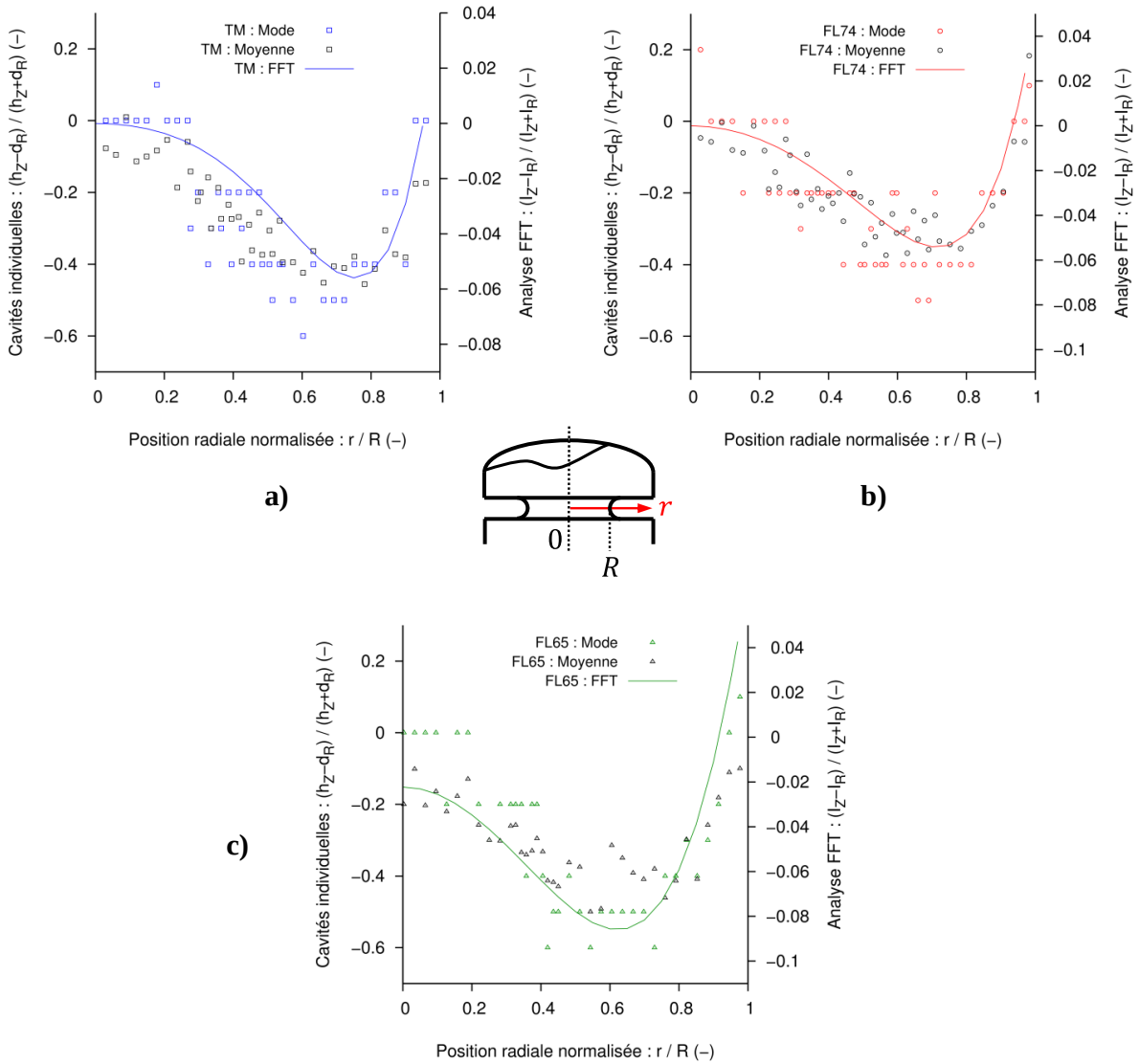


Figure 3. 46 *Evolution radiale du facteur de forme A_H des cavités dans la section nette (z = 0) de l'éprouvette TM(a) ; FL74 (b) et FL65 (c).*

Ces évolutions radiales des facteurs de forme A_D, soit dans le plan ($r\theta$), et de A_H, soit dans le plan (rz), dans la section nette des éprouvettes est illustrée par la Figure 3.47. Les motifs FFT correspondant aux coordonnées radiales normalisées 0,6 (c'est à dire à la coordonnée correspondant à la localisation de la valeur maximale de V_F) et 0,9 (proximité de la surface d'entaille) y sont représentés pour l'éprouvette FL65. Des motifs équivalents ont été obtenus pour les éprouvettes TM et FL74 et l'équivalence des états de cavitation entre le pic de contrainte en traction monotone et le début du fluage tertiaire en fluage est toujours établi. Ces motifs mettent en évidence que les cavités sont presque circulaires et quasiment isotropes dans le plan ($r\theta$) en $r / R =$ 0,6 alors qu'elles sont clairement elliptiques et allongées dans la direction θ à proximité de l'entaille ($r / R =$ 0,9). Dans le plan (rz), les cavités montrent une anisotropie et le diamètre d_R est supérieur à la hauteur h_Z en $r / R =$ 0,6 alors qu'elles sont plutôt isotropes près de la surface d'entaille et leur facteur de forme A_H est donc proche de 1.

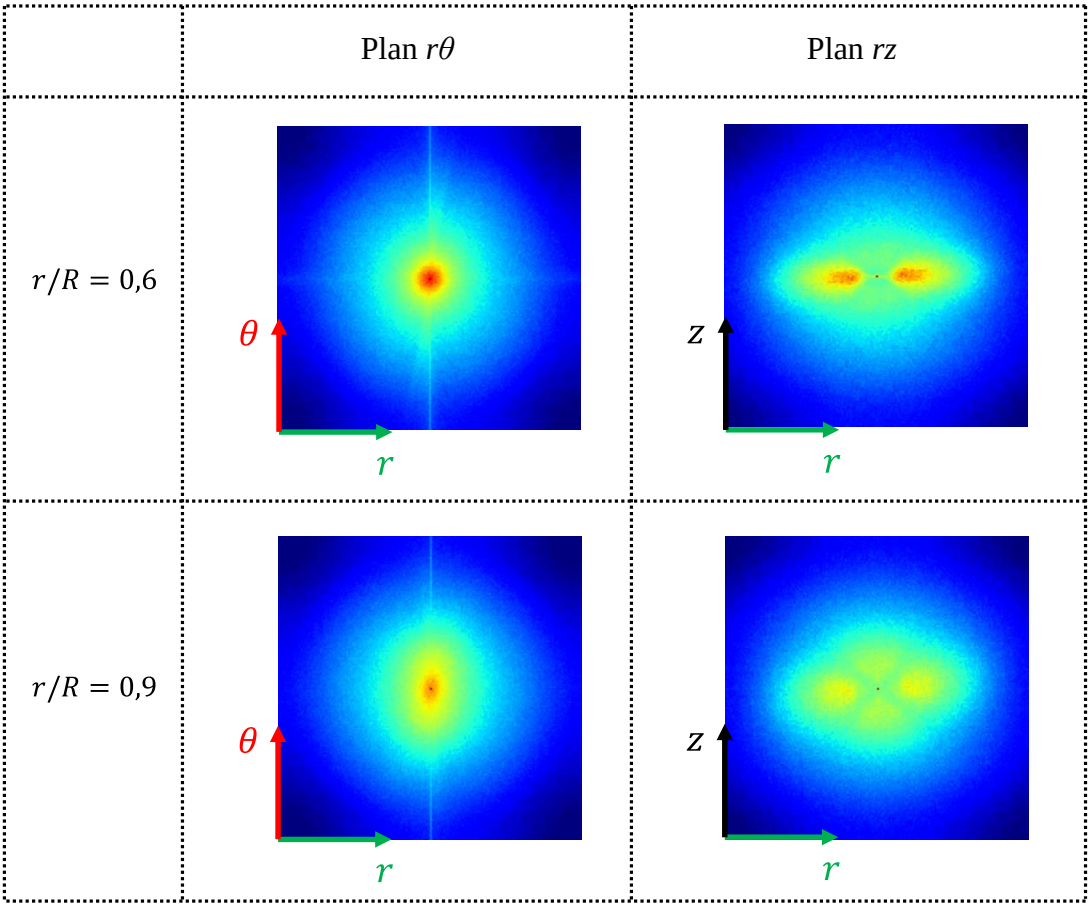


Figure 3. 47 *Motifs FFT représentant l'état de cavitation dans les plans (rθ) (à gauche) et (rz) (à droite) en r / R = 0,6 et en fond d'entaille (r / R = 0,9) dans la section nette de l'éprouvette FL65.*

3.4. Mécanismes de rupture

Contrairement aux éprouvettes NT4, les mécanismes de rupture sur éprouvettes NT045 observés sur matériau conditionné à HR50 sont les mêmes que ceux observés par Regrain sur matériau sec [Regrain, 2009]. Les surfaces de rupture d'éprouvettes NT045 sollicitées en traction monotone et en fluage ont été observées au MEB et sont représentées sur la Figure 3.48. Les résultats pour les deux types de chargement sont similaires : de multiples zones circulaires de rupture ductile peuvent être identifiées entre le centre et la périphérie de l'éprouvette et la grande majorité du reste du faciès est de type fragile inter-sphérolitique. Les macro-cavités observées entre le centre et la périphérie des éprouvettes (Figure 3.42) dans la section nette, peuvent être à l'origine de ces zones d'amorçage multiples menant à des zones de rupture ductile circulaires. Ces zones ductiles circulaires sont donc caractérisées par un site d'amorçage localisé en leur centre et par la présence de très petites fibrilles (dont la taille et l'aspect ne peut pas être comparé à ceux des grosses fibrilles identifiées auparavant sur les faciès de rupture des éprouvettes NT4) orientées depuis le centre vers la périphérie de la zone.

Par ailleurs, à proximité immédiate de la surface de l'entaille, une zone similaire à celle observée sur la Figure 3.34.b et caractérisée par la présence de grosses fibrilles est identifiée. Il s'agit d'une zone de rupture ductile fibrillaire. Cela est en accord avec le fait que ce type de faciès de rupture, présentant de grosses fibrilles de matière coniques couchées sur la surface de rupture, se retrouve dans les zones où les cavités étaient organisées en polar fans. En effet, il a été observé (Figure 3.41) qu'à proximité de l'entaille les cavités étaient arrangées en colonnes parallèles à la direction de sollicitation. De plus la taille de ces fibrilles est la même que la taille d'un fan nord ou sud d'un polar fan. Enfin, cette zone de faciès fibrillaire en périphérie possède par le même caractère axisymétrique que l'état de cavitation observé au sein des éprouvettes déformées.

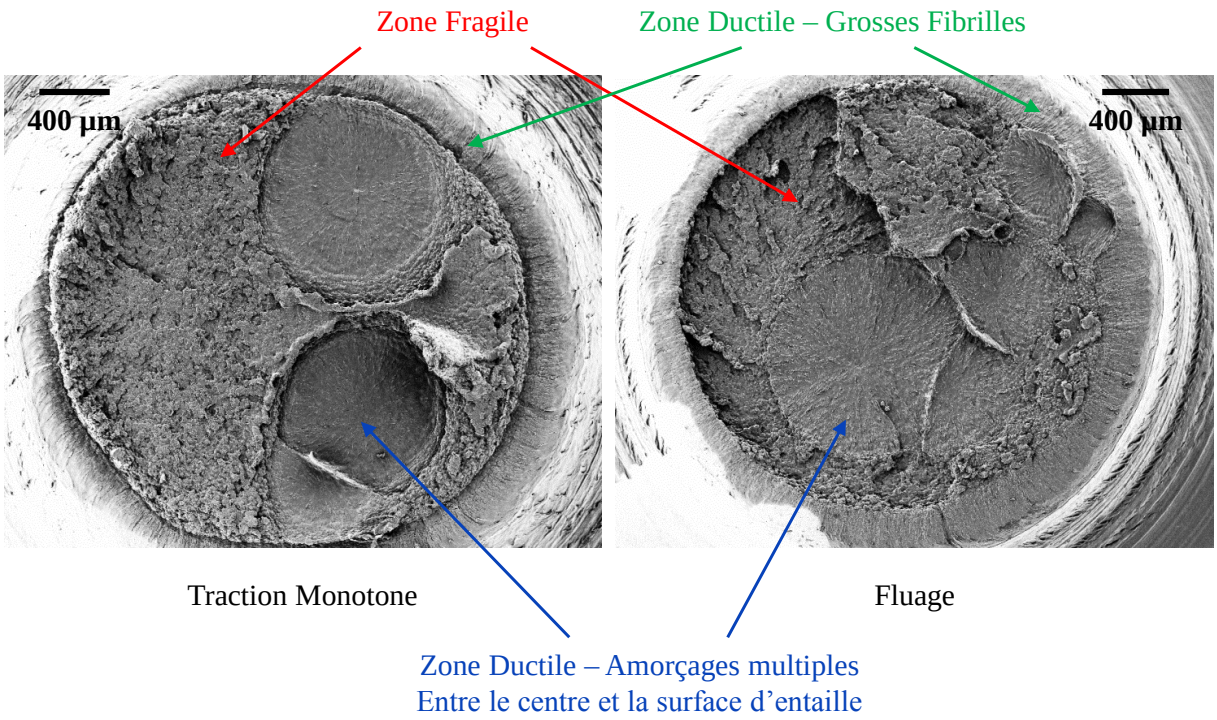


Figure 3. 48 *Observations MEB de surfaces de rupture d'éprouvettes NT045 sollicitées en traction monotone et en fluage. Matériau conditionné à HR50.*

4. Eprouvettes « Compact Tension » CT

Les éprouvettes de type « Compact Tension », appelées simplement dans la suite éprouvettes CT sont des éprouvettes plates ayant un rayon de fond d'entaille très petit (ici de 0,25 mm), souvent considérées comme des éprouvettes de la Mécanique de la Rupture puisqu'elles permettent l'étude des phénomènes d'amorçage et de propagation de fissure. En effet, la Mécanique de la Rupture traite des entailles dont le rayon de courbure tend vers 0 et qui sont donc considérées comme des singularités. Il sera particulièrement intéressant ici d'observer les phénomènes de cavitation qui sont susceptibles de se développer avant la fissuration et donc d'établir un scénario de déchirure ductile aussi bien en traction monotone qu'en fluage. De plus ce scénario pourra être comparé à des résultats obtenus sur une éprouvette déformée et fissurée en fatigue. Cela permettra notamment de déterminer si l'équivalence des phénomènes de cavitation et de rupture entre traction monotone et fluage peut être étendue ou non à la fatigue. Les éprouvettes CT étant plates et de grandes dimensions, la technique de la laminographie est privilégiée et permet, par son caractère 3D, une étude dans l'épaisseur de l'éprouvette et donc de caractériser les effets de bords. Certains résultats concernant les essais de traction monotone *in-situ* ont déjà été publiés [Cheng et al., 2016]. Dans la suite, ces résultats sont enrichis d'une étude en fluage, de l'étude des distributions spatiales facteurs de forme des cavités et du phénomène de striction (soit une diminution locale importante de l'épaisseur de l'éprouvette). Ces campagnes expérimentales ont été menées sur le matériau PA6 conditionné à HR50. Enfin, l'état de cavitation pouvant donc être utilisé comme indicateur des variations spatiales de l'état de contrainte, il sera intéressant de déterminer si cette entaille peut être traitée comme une fissure au sens de la Mécanique de la Rupture (avec une valeur maximale de la plus grande contrainte principale maximale en pointe de fissure d'après le champ analytique HRR [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968]) ou plutôt comme une singularité émoussée de la même manière que les éprouvettes NT045 (avec une valeur maximale de la plus grande contrainte principale maximale décalée par rapport à la surface de la singularité [Rice et Johnson, 1970] [Mc Meeking, 1977]).

4.1. Procédure expérimentale d'étude de la cavitation

4.1.1. Essais de traction monotone *in-situ* et *ex-situ*

Les phénomènes de cavitation au sein d'une éprouvette CT sollicitée en traction monotone ont été étudiés grâce à la mise en place d'essais *in-situ*. La géométrie des éprouvettes plates utilisées, d'une épaisseur de 2 mm, est représentée sur la Figure 3.49.a. La direction z correspond à la direction de sollicitation ou d'ouverture d'entaille. La direction p correspond à la direction de propagation des fissures, perpendiculaire à la direction de sollicitation et la direction e correspond à la direction de l'épaisseur de l'éprouvette. Le rayon de fond d'entaille est égal à 0,25 mm. Le chargement en traction monotone de ces éprouvettes est assuré par un système à deux vis qui permet de contrôler le déplacement imposé aux lèvres de l'entaille, communément appelé le CMOD (pour « Crack Mouth Opening Displacement ») et représenté sur la Figure 3.49.b. Ces essais *in-situ* se caractérisent par un pas de chargement suivi d'une attente de 5 minutes qui permet la relaxation des contraintes à court terme. Ainsi, le caractère visco-élastique du matériau ne perturbe pas la qualité des images. Ensuite, le scan de laminographie est effectué puis le pas de chargement suivant est appliqué et ainsi de suite. De plus, un système anti-flambement a été utilisé et mis en place autour de l'éprouvette afin qu'elle ne flambe pas dans la zone en compression et pour éviter les mouvements hors-plan [Cheng et al., 2016].

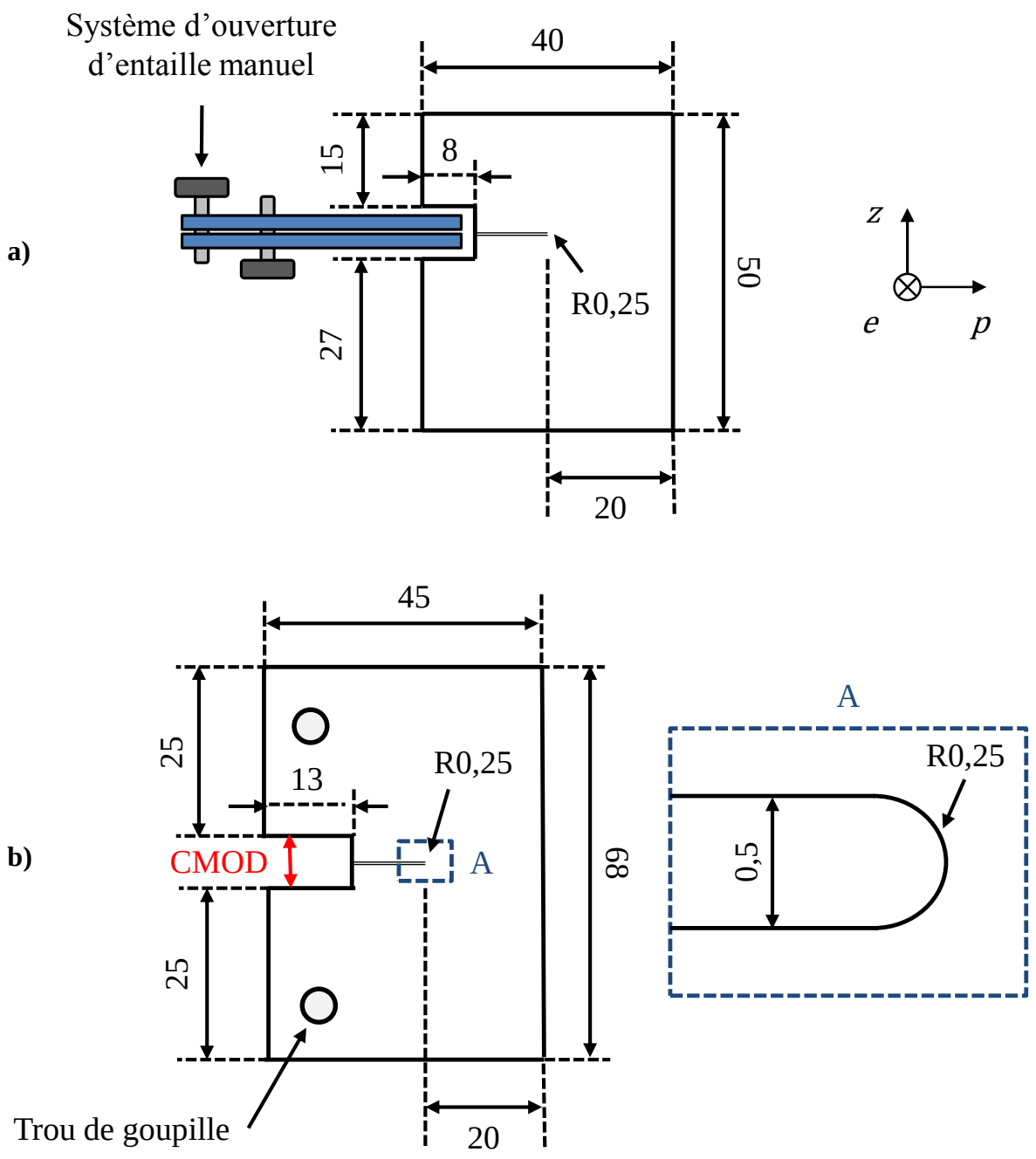


Figure 3. 49 *Géométrie des éprouvettes CT utilisée en traction monotone in-situ (a) et traction monotone et fluage ex-situ (b). Grandeurs données en mm et épaisseur de 2 mm.*

Cependant, cette mise en charge manuelle n'a pas permis l'enregistrement de l'évolution de la force lors de ces essais *in-situ*. Une autre géométrie d'éprouvette a donc été utilisée afin de mener des essais *ex-situ* de traction monotone et de fluage, de suivre l'évolution de la force et du déplacement et donc de d'avoir accès aux courbes de chargement. Cette géométrie est représentée sur la Figure 3.49.b. Le chargement et le suivi du déplacement et de la force s'effectuent à partir des trous de goupille usinés de part et d'autre des lèvres de l'entaille. L'entaille est toujours caractérisée par un rayon de fond d'entaille de 0,25 mm et l'éprouvette entière par une épaisseur de 2 mm. Un système anti-flambement est

toujours utilisé. Un essai de traction monotone *ex-situ* a donc été mené sur la géométrie présentée sur la Figure 3.49.b afin de connaître l'allure de la courbe de chargement. Cette éprouvette n'a par la suite pas été observée en laminographie à rayonnement X synchrotron. L'évolution de la force F en fonction du déplacement traverse U_T (évalué entre les deux trous de goupilles et donc différent du CMOD) est représentée sur la Figure 3.50. La vitesse de déplacement imposée était de 0,4 mm/s. Au début de l'essai, la force augmente linéairement avec le déplacement jusqu'à la valeur de 150 N environ. Ensuite, le comportement est non-linéaire et la force continue à augmenter avec le déplacement. Un blanchiment apparaît alors à la surface de l'éprouvette au niveau de l'entaille : il s'agit d'une manifestation macroscopique des phénomènes de cavitation qui opèrent au sein de l'éprouvette et de l'établissement d'une déformation irréversible. L'amorçage et donc le début de la déchirure ductile est représenté par un carré bleu sur la courbe de chargement et la photographie mettant en évidence le phénomène de blanchiment au niveau de l'entaille a été prise à cet instant. Lors de la propagation de cette déchirure ductile, le déplacement U_T continue d'augmenter alors que la force se stabilise et n'augmente que très peu. L'essai est ensuite arrêté et la photographie à droite correspond à l'état de l'éprouvette en fin d'essai, caractérisé sur la courbe de chargement par le cercle rouge. La déchirure ductile s'est largement propagée et l'ouverture d'entaille est très importante.

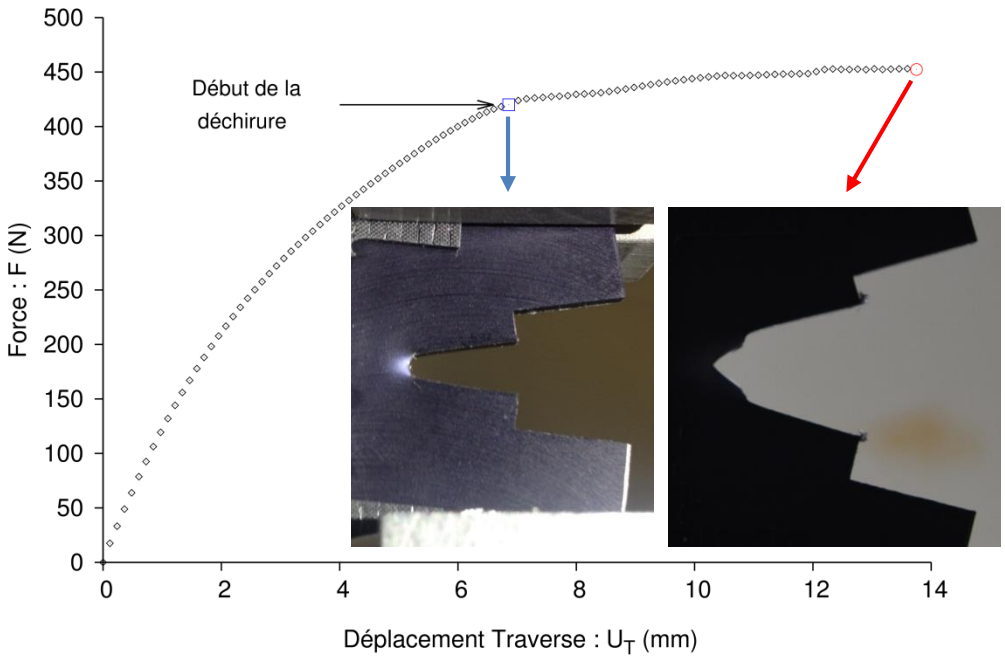
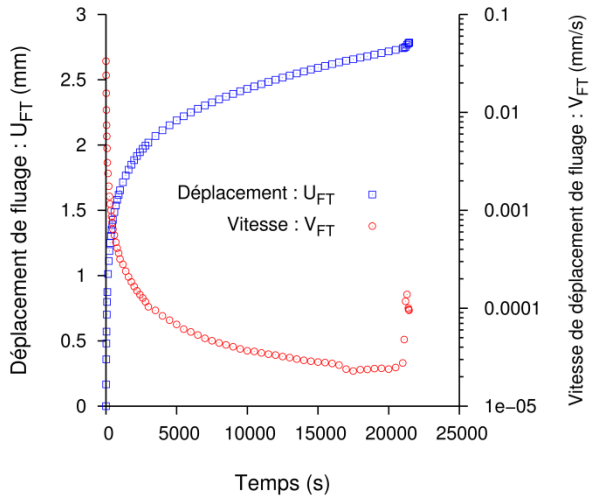


Figure 3. 50 *Courbe de chargement d'un essai de traction monotone ex-situ sur éprouvette CT et aspect de l'entaille au cours de l'essai. Matériau conditionné à HR50.*

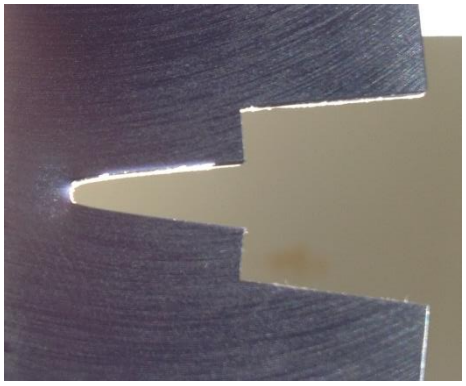
4.1.2. Essais de fluage *ex-situ*

Afin d'étudier les phénomènes de cavitation qui apparaissent lors de l'application d'une force constante et de les comparer à ceux observer en traction monotone *in-situ*, un essai de fluage interrompu est mené sur une éprouvette CT dont la géométrie est donnée en Figure 3.49.b. La même procédure expérimentale que celle mise en place pour les éprouvettes entaillées NT4 et NT045 est utilisée : une fois l'essai interrompu, l'éprouvette est déchargée, démontée puis observée en laminographie. Cet essai

de fluage est mené à une force constante imposée de 235 N et l'éprouvette déformée ainsi produite sera dénommée « éprouvette FL235 ». La courbe de chargement de fluage, représentant l'évolution du déplacement de fluage entre les trous de goupille (carrés bleus sur l'axe des ordonnées de gauche) et de la vitesse de déplacement de fluage (cercles rouges sur l'axe des ordonnées de droite) en fonction du temps, est donnée sur la Figure 3.51.a. Ces courbes sont bien caractérisées par les trois stades classiques du fluage déjà décrites précédemment. Cet essai est interrompu au début du stade de fluage tertiaire, lorsque la vitesse de déplacement et le déplacement commence à augmenter rapidement avec le temps. Une photographie de l'entaille à la fin de l'essai, avant que l'éprouvette soit déchargée puis démontée, est donnée sur la Figure 3.51.b. Un léger blanchiment est observé au niveau de l'entaille de la même manière que sur l'éprouvette déformée en traction monotone avant le début de la déchirure.



a)



b)

Figure 3. 51 *Courbe de chargement d'un essai de fluage ex-situ mené à 235 N sur une éprouvette CT (a) et aspect de l'entaille en fin d'essai (b).*

4.1.3. Laminographie à rayonnement X synchrotron

4.1.3.1. Conditions expérimentales d'observation en traction monotone *in-situ*

Les inspections en laminographie de cette éprouvette déformée *in-situ* en traction monotone ont été effectuées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble sur la ligne ID19. La laminographie est la technique utilisée ici car elle permet l'observation en 3D d'objets dont les dimensions latérales excèdent largement le champ de vue des détecteurs. Il s'agit donc de la technique privilégiée pour l'étude des éprouvettes plates notamment. Cela est rendu possible par l'inclinaison de l'axe de révolution de l'échantillon d'un angle inférieur à 90° par rapport à la direction du faisceau incident. Les conditions expérimentales complètes ainsi que les différents paramètres d'acquisition ont été publié précédemment [Cheng et al., 2016]. Seulement les paramètres les plus importants seront rappelés ici. Le faisceau utilisé était un faisceau parallèle monochromatique caractérisé par une énergie de 25 keV. Un scan de laminographie était constitué de 1500 radiographies enregistrées successivement après des rotations à angle constant. Le temps d'exposition par radiographie était de 50 ms, ce qui a abouti à une durée totale de scan de 2 minutes et 30 secondes. La taille des voxels

isotropes était de 0,75 µm et la taille en voxels des volumes reconstruits de 2040 x 2040 x 2040.

4.1.3.2. Conditions expérimentales d'observation de l'éprouvette déformée *ex-situ* en fluage

Les inspections en laminographie de l'éprouvette déformée *ex-situ* en fluage ont été effectuées au synchrotron ANKA (Angströmquelle Karlsruhe) de Karlsruhe en Allemagne sur la ligne TopoTomo. Le faisceau utilisé était un faisceau parallèle monochromatique blanc caractérisé par une énergie comprise entre 9,6 et 24 keV dont la densité de flux maximale était localisée à 14,5 keV. Après que les rayons X aient formé une radiographie sur un scintillateur (cristal fin de LSO d'une épaisseur de 13 µm), elle est recueillie par un capteur CMOS (Complementary Metal-Oxide-Semiconductor) de PCO AG (Allemagne) après avoir été grossie cinq fois par des optiques. Un scan de laminographie était constitué de 3600 radiographies enregistrées successivement après des rotations à angle constant. Le temps d'exposition par radiographie était de 50 ms, ce qui a abouti à une durée totale de scan de 3 minutes et 30 secondes, suffisamment petite pour considérer que la microstructure n'a pas été altérée par le faisceau. La taille des voxels isotropes était de 1,44 µm et la taille en voxels des volumes reconstruits de 2560 x 2560 x 1400. L'échantillon était placé à 300 mm du capteur assurant un bon compromis entre absorption et contraste de phase. Par ailleurs, un système de mise en charge *in-situ* a aussi été utilisé lors de cette campagne (à partir des trous de goupilles et non plus des lèvres de l'entaille directement). Ce système était par ailleurs instrumenté par un capteur de force permettant de suivre les efforts au cours du déplacement imposé entre les trous de goupilles. Afin de rouvrir les cavités déjà existantes et donc d'en faciliter les observations et la caractérisation, l'éprouvette FL235 a été mise en charge jusqu'à une force de 23 N (correspondant à 10 % de la force de fluage appliquée lors de l'essai *ex-situ*). Cette force est suffisamment faible pour considérer raisonnablement que cette mise en charge n'affecte pas la distribution et la morphologie des cavités au sein des éprouvettes.

4.1.3.3. Localisation des volumes d'intérêt

La localisation des volumes d'intérêt laminographiques (VIL) et statistiques (VIS) est la même pour l'éprouvette déformée en traction monotone *in-situ* (observées à l'ESRF) et celle déformée *ex-situ* en fluage (observée à ANKA). Les images présentées sur la Figure 3.52, permettant de visualiser ces localisations, proviennent de l'étude de l'éprouvette FL235. Un seul VIL est acquis pour chaque éprouvette (et pour chaque pas de chargement dans le cas de la traction monotone *in-situ*) et il est situé au niveau de l'entaille (Figure 3.52.a). Les trois directions du repère de ce VIL sont définies sur la vue en 3D de l'entaille : direction de propagation *p* (aussi appelée direction longitudinale), d'ouverture *z* (aussi appelée travers long) et d'épaisseur *e* (aussi appelée travers court). Les VIS sont toujours définis comme des cubes de 50 µm³ permettant d'étudier finement les variations spatiales de taux de porosité volumique et de morphologie des cavités au sein d'un VIL. Certains VIS (représentés par des carrés rouges en 2D) seront étudiés de manière plus précise afin d'établir les gradients des grandeurs d'intérêt de la cavitation le long de directions définies sur la Figure 3.52.b. Les VIS définis sur l'image de laminograhie en intensité réelle dans le plan (*pz*) sont localisés à mi-épaisseur de l'éprouvette et à mi-ouverture de l'entaille (et donc de manière symétrique aux lèvres de l'entaille, soit dans ce qui peut être considéré comme la section nette de l'éprouvette), le long de la direction de propagation, depuis la surface d'entaille vers la zone non endommagée. L'étude de ces VIS sera caractérisée dans la suite par les termes d'étude ou d'évolution longitudinale. Les VIS définis sur l'image dans le plan (*pe*) sont

toujours localisés dans la section nette de l'éprouvette et décalés d'une certaine distance de la surface d'entaille, le long de la direction de l'épaisseur et donc d'un bord latéral de l'éprouvette à l'autre. L'étude de ces VIS sera caractérisée dans la suite par les termes d'étude ou d'évolution transversale.

Dans la suite, l'étude des phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage sera principalement basée sur les données du volume de laminographie acquis au sein de l'éprouvette FL235. En effet, les paramètres d'observations utilisés à ANKA ont permis d'obtenir l'ensemble de l'épaisseur de l'éprouvette dans un seul scan, ce qui n'a pas été le cas lors de la campagne d'essais de traction *in-situ* effectuée à l'ESRF. Cependant, il sera quand même montré et établi que les mécanismes de cavitation au sein d'une éprouvette CT sollicitée en traction monotone ou en fluage sont encore une fois similaires.

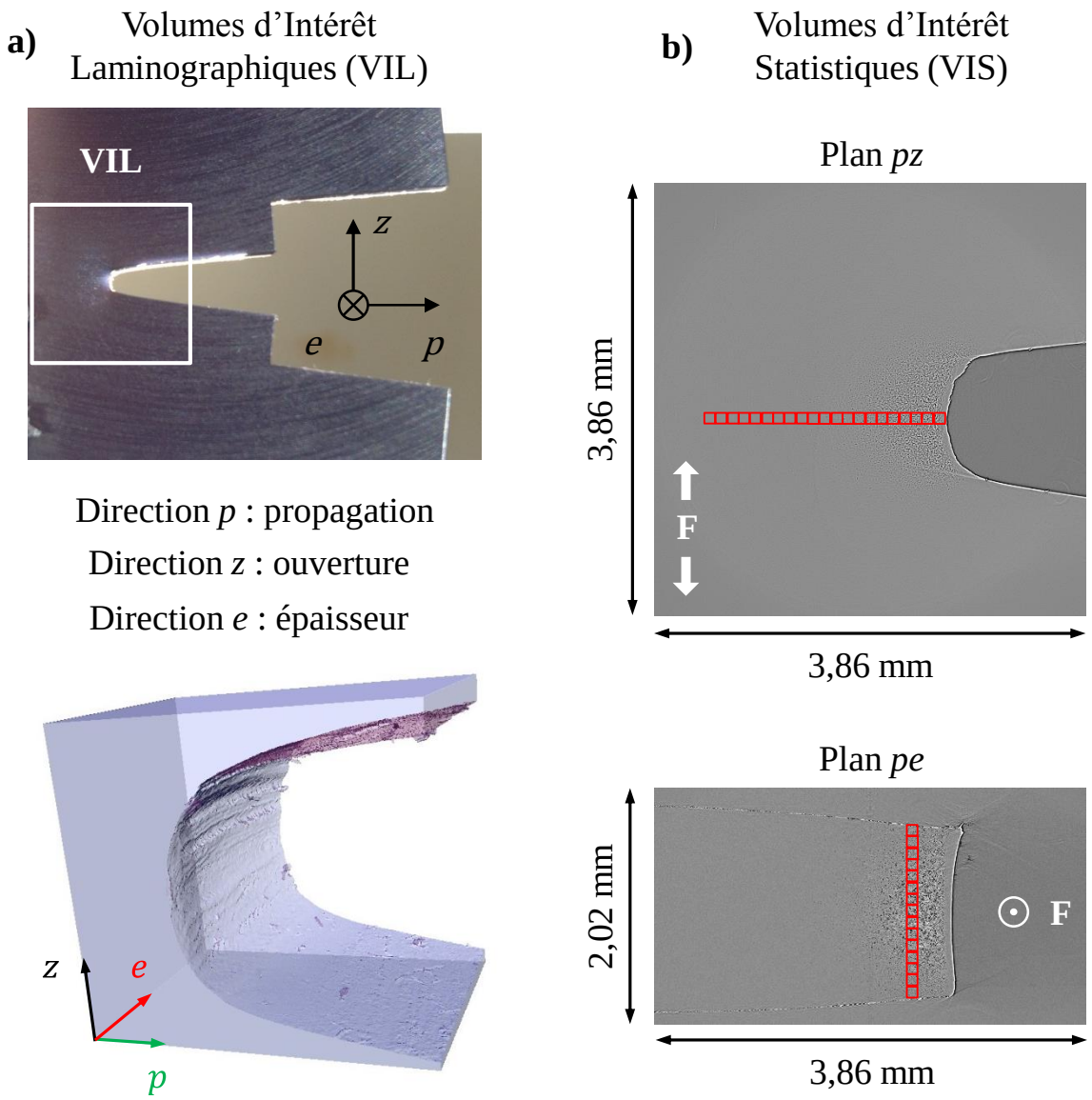


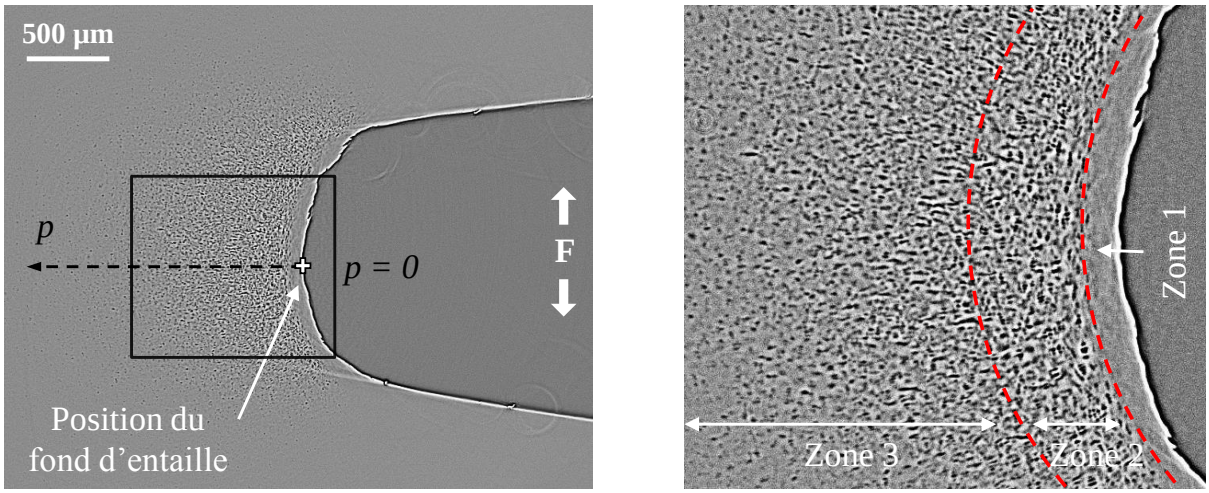
Figure 3. 52 *Définition et localisation des volumes d'intérêt laminographiques (a) et statistiques (b). Eprouvette CT.*

4.2. Etude qualitative – Distribution spatiale des cavités et phénomène de striction

4.2.1. Etat de cavitation à mi-épaisseur : Plan (*pz*)

Dans un premier temps, les phénomènes de cavitation sont étudiés dans le plan (*pz*) qui correspond par exemple à la face latérale de l'éprouvette représentée sur les différentes photographies des Figures 3.50 et 3.51. La Figure 3.53 propose des vues (plus ou moins aggrandies) dans ce plan (*pz*) de l'état de cavitation à mi-épaisseur de l'éprouvette FL235. Les cavités sont en noir et la matrice PA6 non endommagée est en gris plus clair. Des franges de contraste de phase, beaucoup plus claires voire blanches, peuvent aussi être observées entre les cavités. La Figure 3.53.a permet de définir la coordonnée *p* dans la direction de propagation qui vaut 0 mm en surface d'entaille et qui diminue lorsque l'on s'éloigne de cette surface. Les VIS permettant l'étude longitudinale quantitative dans cette direction de propagation sont définis dans la section nette de l'éprouvette, à égale distance des lèvres de l'entaille, soit le long de la ligne pointillée. Cette Figure 3.53.a permet aussi d'observer la distribution générale de la porosité : la cavitation a atteint les lèvres de l'entaille au niveau de la surface d'entaille. Puis lorsque l'on s'éloigne de l'entaille, la hauteur (dans la direction de sollicitation) de cette zone cavitée diminue. De la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT045, la valeur maximale du taux de porosité semble être localisée dans la section nette et à proximité de la surface d'entaille.

Plan *pz* : Mi-Epaisseur



a) **b)**

Figure 3. 53 *Distribution des cavités dans le plan (pz) à mi-épaisseur de l'éprouvette CT FL235. Image de laminographie représentant toute la zone cavité (a) et une partie zoomée en fond d'entaille (b).*

La Figure 3.53.b permet une visualisation plus précise de l'état de cavitation en fond d'entaille. Et encore une fois, la distribution spatiale des cavités est similaire à celle observée au sein des éprouvettes NT045. Trois zones présentant des porosités ayant des morphologies différentes peuvent être définies :

- dans la zone 1, aucune cavité n'est visible ;
- dans la zone 2, les cavités sont isotropes, orientées selon le profil de l'entaille et quelques-unes sont organisées en polar-fans [Pawlak et Galeski, 2008] [Pawlak et Galeski, 2010] ;
- dans la zone 3, les cavités peuvent être considérées comme des cylindres aplatis dont la base est perpendiculaire à la direction de chargement et dont la dimension d_P selon la direction de propagation p est plus grande que la dimension h_Z selon la direction de sollicitation.

Le même type d'observation est proposé sur la Figure 3.54 pour l'éprouvette déformée en traction monotone *in-situ*. L'état de cavitation à mi-épaisseur dans le plan (*pz*) est représenté pour 4 états de chargement différents caractérisés par la valeur du CMOD appliqué (de 0 à 6 mm). Notons que les cercles concentriques blancs sur les images sont des artéfacts inhérents aux techniques de tomographie et laminographie. Il est possible de s'en affranchir et de les filtrer, mais cela n'a pas été effectué ici.

Plan *pz* : Mi-Epaisseur

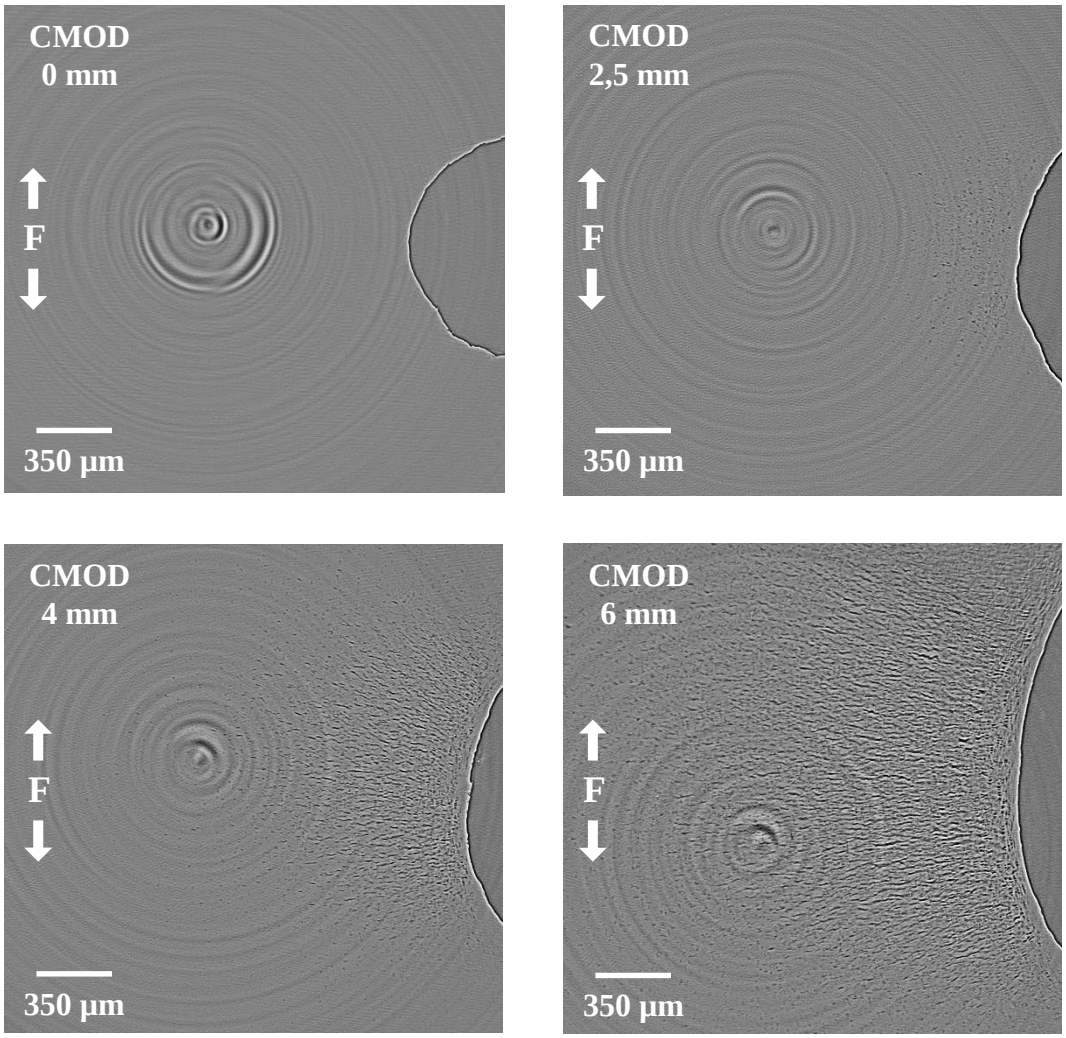


Figure 3. 54 *Evolution de la distribution des cavités dans le plan (pz) à mi-épaisseur au cours d'un essai de traction monotone in-situ sur éprouvette CT suivi par laminographie.*

Au sein de l'éprouvette non déformée (CMOD = 0 mm), aucune cavité n'est visible. Lorsque le déplacement d'ouverture d'entaille appliqué augmente, quelques points sombres (cavités isotropes) apparaissent à proximité de l'entaille (CMOD = 2,5 mm). Ensuite, la taille de la zone endommagée dans les directions de propagation et de sollicitation augmente et des cavités de type cylindre aplati, disque ou oblate se développent de plus en plus loin de la surface d'entaille (CMOD = 4 mm). Enfin, pour l'état de déformation le plus avancé (CMOD = 6 mm), la taille des cavités le long de la direction de propagation (plusieurs dizaines de micromètres) a augmenté, notamment par coalescence radiale des cavités individuelles. De plus, les trois zones de morphologies différentes de cavités définies sur la Figure 3.53.b sont aussi observées lors de cet essai de traction monotone *in-situ* suivi en laminographie. Finalement, les phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage au sein des éprouvettes CT sont bien de même nature et ces observations *in-situ* ont permis de mettre en évidence l'évolution de ces phénomènes au cours du chargement. De plus, les distributions de cavités observées semblent symétriques par rapport au plan définissant la section nette de l'éprouvette.

4.2.2. Etat de cavitation dans la section nette et phénomène de striction : Plan (*pe*)

Dans la suite, seulement les résultats concernant l'éprouvette FL235 déformée en fluage seront présentés puisque les phénomènes de cavitation en traction monotone sont équivalents. La Figure 3.55 correspond à une image 2D de laminographie en intensité réelle prise dans la section nette de l'éprouvette FL235 et donc dans le plan (*pe*). Les bords latéraux de l'éprouvette peuvent être identifiés et la distance entre ces bords permet de définir l'épaisseur E de l'éprouvette qui varie selon la position le long de la direction de propagation. Cette image permet par ailleurs de définir la coordonnée e le long de la direction de l'épaisseur. Cette coordonnée est nulle à mi-épaisseur, et vaut respectivement $E/2$ et $-E/2$ au niveau des bords latéraux de l'éprouvette. De cette définition vient alors que la coordonnée normalisée $2e/E$ permettant d'étudier les évolutions transverses des grandeurs d'intérêt de la cavitation vaut 0 à mi-épaisseur et 1 ou - 1 au niveau des bords latéraux.

Du point de vue de la distribution spatiale des cavités, une variation dans l'épaisseur peut être observée. En effet, à une distance donnée de la surface d'entaille (qui peut aussi être appelée front de fissure), la porosité est maximale à mi-épaisseur et diminue en direction des bords latéraux de l'éprouvette. Cette distribution semble symétrique par rapport au plan définissant la mi-épaisseur de l'éprouvette. Par ailleurs, la zone sans cavités visibles à proximité immédiate de l'entaille est aussi identifiable sur cette figure. Le gradient de porosité dans la direction de propagation, déjà observé sur les Figures 3.53 et 3.54 est aussi mis en évidence sur la Figure 3.55. Enfin, dans ce plan (*pe*), perpendiculaire à la direction de sollicitation, les cavités semblent plutôt elliptiques voire circulaires.

Du point de vue de la forme de l'éprouvette, il est important de noter que la surface d'entaille n'est pas droite mais bien courbe et que cette courbure est symétrique par rapport à la mi-épaisseur de l'éprouvette ($2e/E = 0$). Enfin un phénomène de striction peut être identifié (il sera quantifié dans la suite) : la réduction d'épaisseur est plus importante sur une distance de 900 µm (déterminée grâce à l'étude quantitative) à partir de la surface d'entaille. Ce phénomène de striction est donc localisé à proximité de l'entaille de la même manière que le phénomène de blanchiment en surface. De plus, la taille de la zone strictionnée (dans la direction de propagation) semble correspondre à la taille de la zone cavitée, ce qui renforce l'idée que le phénomène de striction (et de blanchiment) est une manifestation macroscopique des mécanismes microscopiques de cavitation.

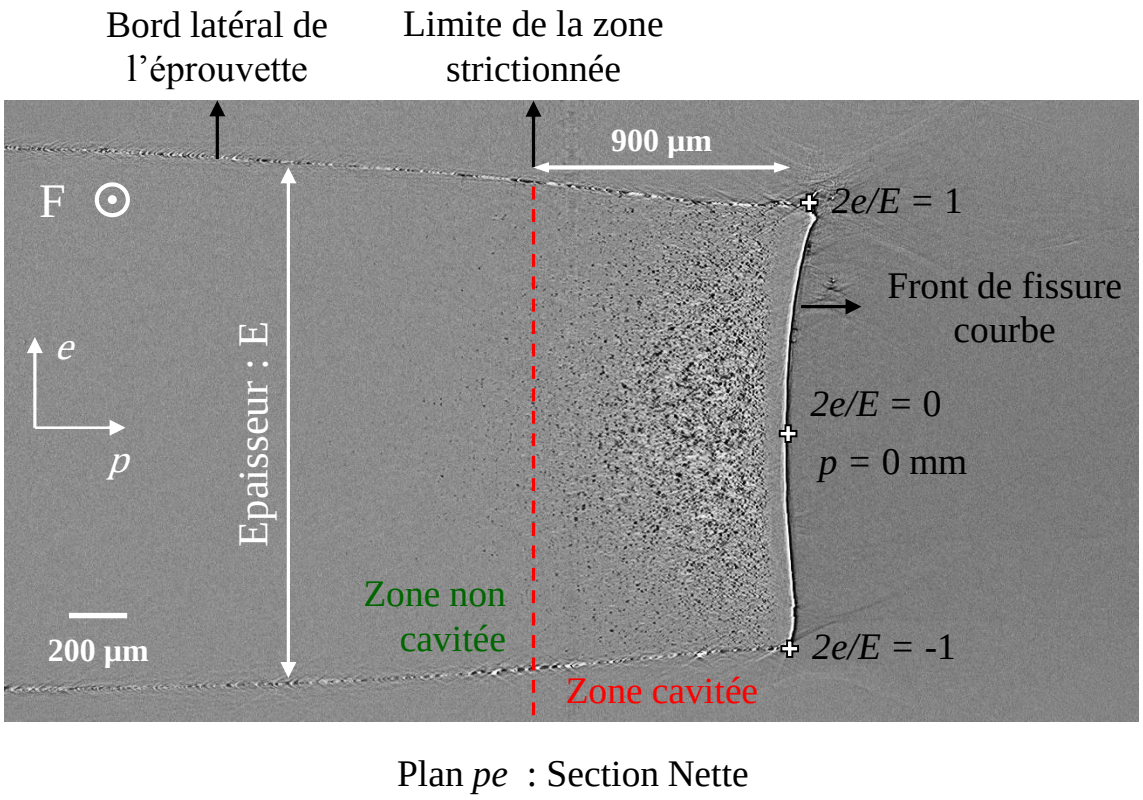


Figure 3. 55 *Distribution des cavités et phénomène de striction observés en laminographie dans le plan (pe) et dans la section nette de l'éprouvette CT FL235.*

4.2.3. Phénomène de striction : Plan (*ez*)

Le phénomène de striction le long de la direction de propagation a été mis en évidence grâce à l'étude d'une coupe dans le plan (*pe*) du volume de laminographie au niveau de la section nette de l'éprouvette. Ce phénomène de striction apparaît aussi le long de l'axe *z*, c'est à dire dans la direction de sollicitation et donc dans la hauteur de l'éprouvette. La Figure 3.56 présente une coupe dans le plan (*ez*) du volume de laminographie correspondant à l'éprouvette FL235, située à 50 µm de la surface d'entaille. L'épaisseur *E* est toujours définie comme la distance entre les bords latéraux de l'éprouvette. Il est aussi possible de définir grâce à cette figure la coordonnée axiale *h* qui est nulle dans la section nette de l'éprouvette.

La réduction d'épaisseur est donc maximale dans la section nette de l'éprouvette ($h = 0$ mm) et le profil de l'éprouvette représenté sur la Figure 3.56 est caractéristique du phénomène de striction puisque une courbure des bords latéraux apparaît à proximité de la section nette puis disparaît lorsque l'on s'en éloigne. Ce phénomène sera quantifié dans la suite mais il est intéressant de noter que la limite de la zone strictionnée (caractérisée par une réduction importante d'épaisseur localisée autour de la section nette) semble correspondre à la limite de la zone endommagée.

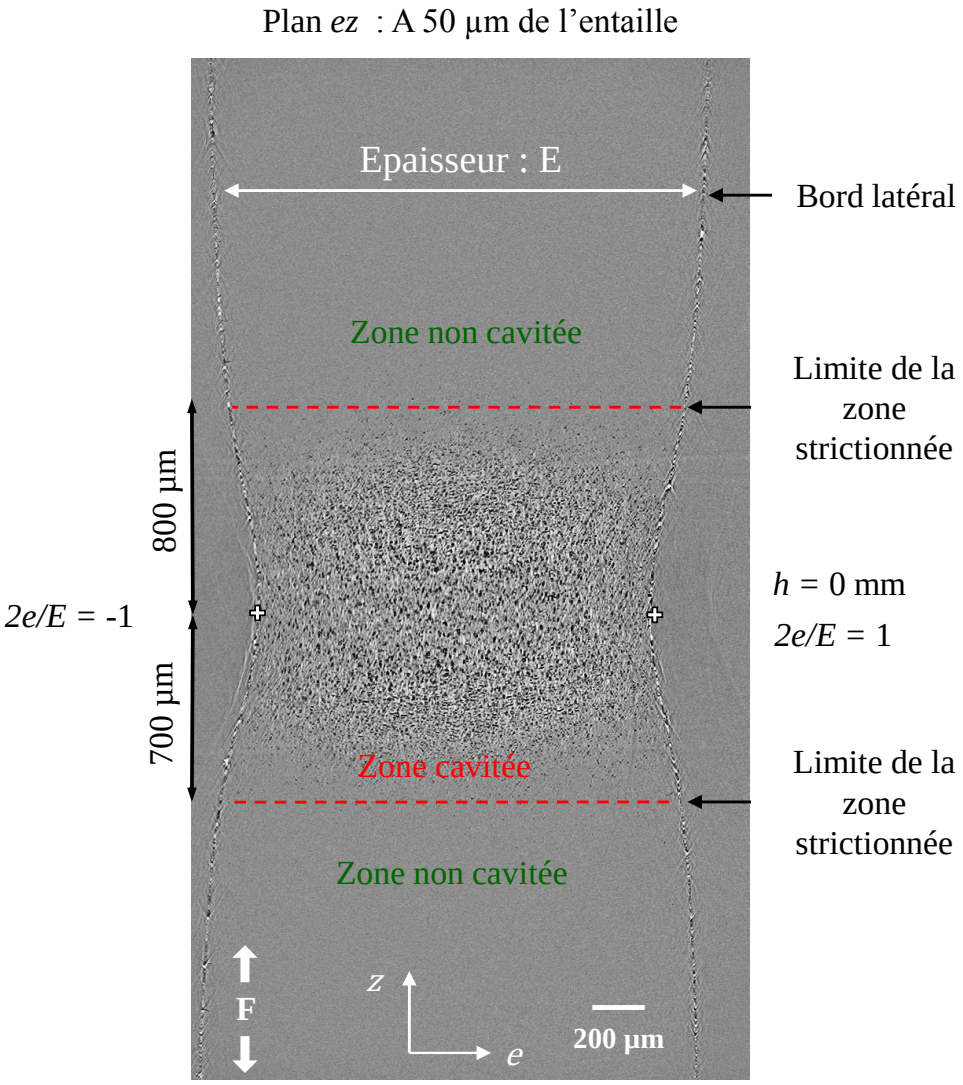


Figure 3. 56 *Phénomène de striction observé en laminographie dans le plan (ez) et à une distance de 50 µm de la surface d'entaille. Eprouvette CT FL235.*

4.3. Etude quantitative – Phénomène de striction, taux de porosité volumique et dimensions des cavités

4.3.1. Géométrie de l'éprouvette et phénomène de striction

Les phénomènes présentés dans cette section concernent l'évolution de la géométrie de l'éprouvette FL235 déformée en fluage. Les mêmes évolutions ont aussi été observées lors des essais de traction monotone *in-situ*.

Dans un premier temps, le phénomène de courbure du front de fissure observé dans la section nette de l'éprouvette FL235 (Figure 3.55), et donc dans le plan (*pe*), a été quantifié. La courbe représentant le profil du front de fissure dans ce plan en fonction de la position dans l'épaisseur (caractérisée par la

coordonnée normalisée $2e / E$ variant entre - 1 et 1) est représentée sur la Figure 3.57.a. Le front de fissure est caractérisé par la variation de sa position selon la direction de propagation. Et ce profil est en bon accord avec les observations qualitatives déjà réalisées : il n'est pas droit mais courbe et relativement symétrique par rapport à la mi-épaisseur de l'éprouvette ($2e / E = 0$). Cependant, cette courbure est très légère puisque la différence entre la mi-épaisseur et le bord de l'éprouvette est au maximum de 100 µm. Cela pourrait néanmoins remettre en cause l'utilisation de formulations en contraintes planes ou déformations planes qui prévoient des fronts de fissure droits dans la direction transverse.

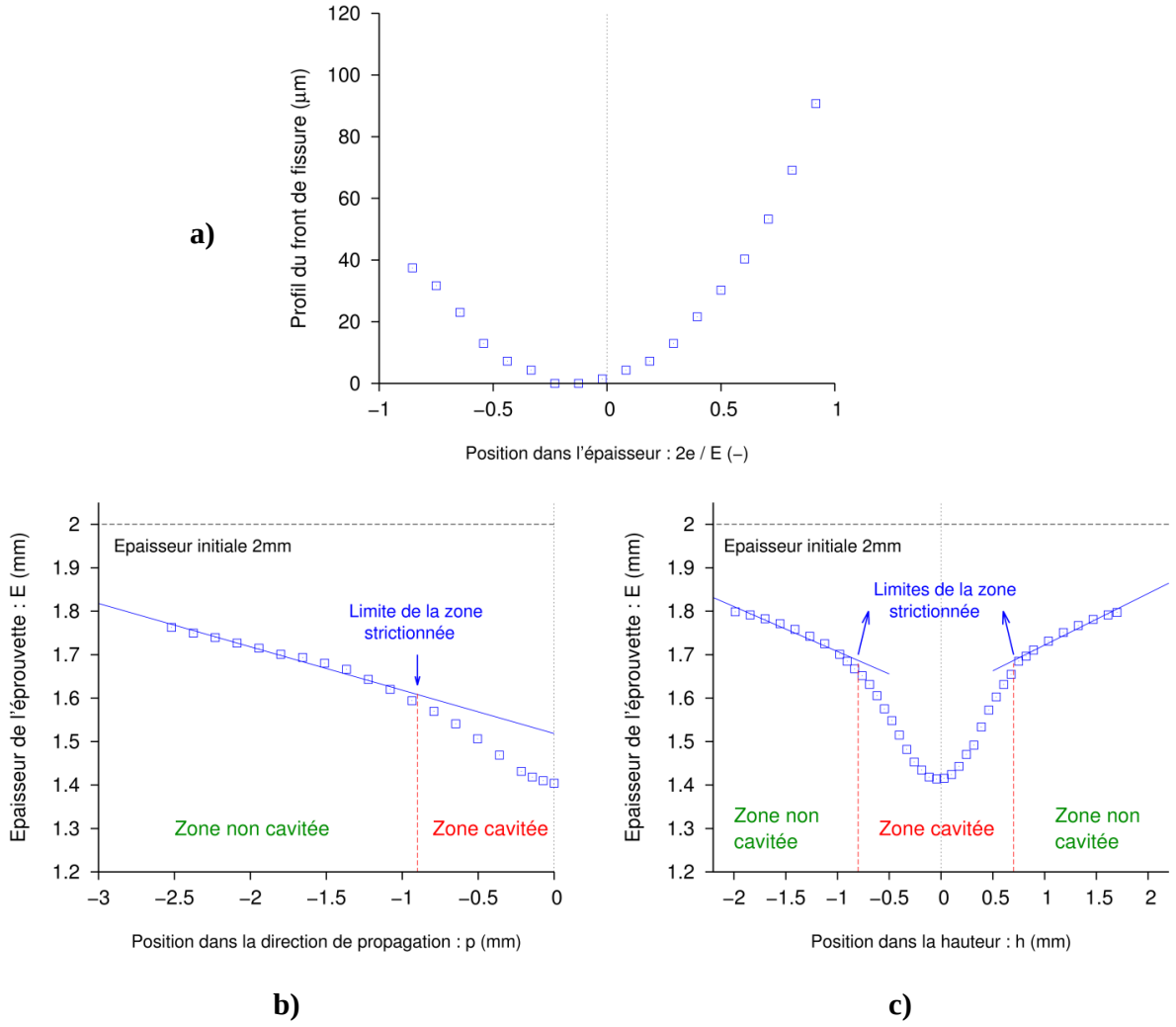


Figure 3. 57 *Quantification des phénomènes de courbure du front de fissure (a), de striction le long de la direction de propagation (b) et dans la hauteur de l'éprouvette (c). Eprouvette CT FL235.*

Ensuite, le phénomène de striction dans le plan (*pe*) et plus précisément dans la section nette est quantifié (phénomène présenté sur la Figure 3.55). L'évolution de l'épaisseur E de l'éprouvette selon la direction de propagation est représentée sur la Figure 3.57.b. Il est important de rappeler qu'à la surface de l'entaille la coordonnée selon cette direction vaut $p = 0$ mm et que cette coordonnée diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface d'entaille. Cette évolution longitudinale de l'épaisseur de l'éprouvette permet de mettre en évidence 2 régimes. Depuis les plus petites valeurs de p (- 2,5 mm) et

lorsque p augmente, la réduction d'épaisseur est linéaire et la zone correspondant est une zone sans cavités visibles, non endommagée. A partir de la coordonnée p = - 0,9 mm (renseignée sur la Figure 3.55 par un trait pointillé rouge, de la même manière que sur cette Figure 3.57.b), les cavités apparaissent dans l'éprouvette et la réduction d'épaisseur est plus importante, ce qui caractérise le phénomène de striction.

Enfin, le phénomène de striction dans le plan (*ez*) a été mis en évidence sur la Figure 3.56 et sa quantification est proposée sur la Figure 3.57.c. L'évolution de l'épaisseur E de l'éprouvette y est représentée en fonction de la position h dans la hauteur de l'éprouvette. Loin de la section nette de l'éprouvette, caractérisée par h = 0 mm, la réduction d'épaisseur est linéaire et aucune cavité n'est visible. De part et d'autre de la section nette, le phénomène de striction apparaît aux coordonnées h = 0,7 mm et - 0,8 mm. Il correspond toujours à une réduction importante et localisée de l'épaisseur de l'éprouvette. De plus, le phénomène de striction est symétrique par rapport à la section nette. L'épaisseur minimale de l'éprouvette est localisée dans la section nette et les limites de la zone strictionnée (traits pointillés rouges aussi reportés sur la Figure 3.56) correspondent aux limites de la zone cavitée.

4.3.2. Taux de porosité volumique (V_F)

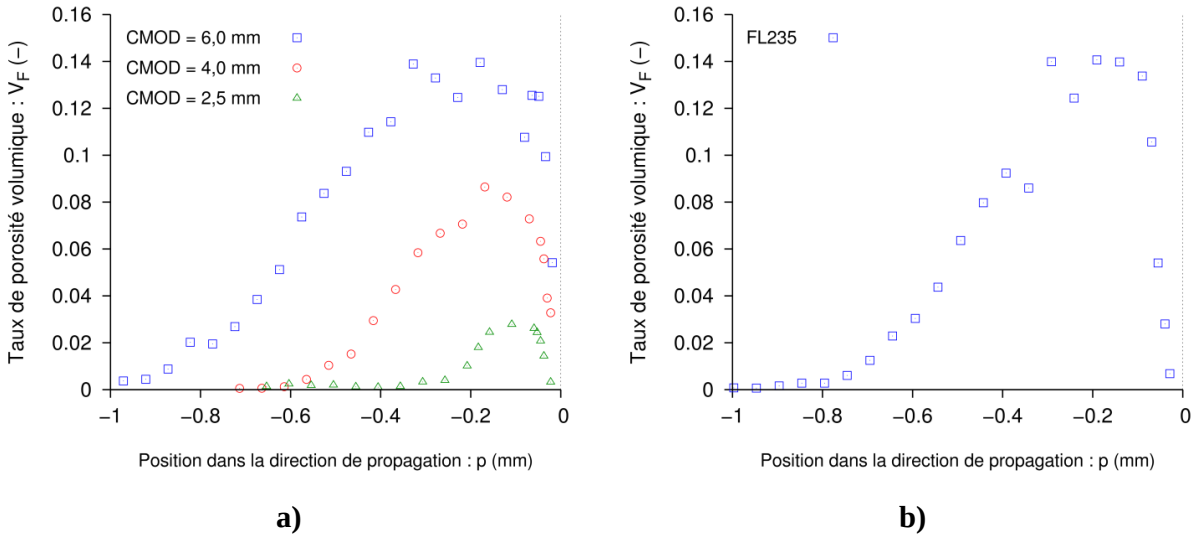
Des gradients de taux de porosité volumique (V_F) ont été identifiés au sein des éprouvettes déformées en traction monotone et en fluage. Le long de la direction de propagation dans le plan à mi-épaisseur, cette évolution est qualifiée d'évolution longitudinale. Selon la position dans l'épaisseur dans la section nette, ces variations sont qualifiées de variations transversales. Ces gradients ont été quantifiés après segmentation des niveaux de gris des images en intensité réelle et les résultats sont présentés dans la suite du document.

4.3.2.1. Evolution selon la direction de propagation p dans le plan à mi-épaisseur : Evolution longitudinale

Sur la Figure 3.58.a, l'évolution longitudinale de V_F est représentée pour les trois pas de chargement en traction monotone *in-situ* présentés sur la Figure 3.54 (et caractérisés par la valeur du CMOD appliqué). Rappelons que cette évolution longitudinale est définie à l'intersection entre le plan à mi-épaisseur de l'éprouvette et le plan définissant la section nette. Le profil de V_F est le même pour ces trois états de chargement mais la valeur maximale et sa localisation diffèrent. Plus précisément, la valeur maximale de V_F augmente lorsque le CMOD appliqué augmente : elle vaut environ 3 %, 9 % et 14 % pour les CMOD égaux respectivement à 2,5 mm, 4 mm et 6 mm. De plus, la localisation de cette valeur maximale, caractérisée par la coordonnée p, est de plus en plus décalée par rapport à la surface d'entaille lorsque le CMOD appliqué augmente : cette coordonnée vaut environ - 0,1 mm, - 0,2 mm et - 0,3 mm pour les CMOD égaux respectivement à 2,5 mm, 4 mm et 6 mm. Par ailleurs, la coordonnée p correspondant au passage dans la zone non cavitée (caractérisée par une valeur de V_F presque nulle) est aussi de plus en plus décalée par rapport à la surface d'entaille lorsque le CMOD appliqué augmente : cette coordonnée vaut environ - 0,3 mm, - 0,6 mm et - 1 mm pour les CMOD égaux respectivement à 2,5 mm, 4 mm et 6 mm. Ces résultats sont donc bien en accord avec les observations qualitatives (Figure 3.54) : la zone endommagée est de plus en plus étendue lorsque le CMOD

augmente, tout comme la valeur maximale de V_F qui est par ailleurs de plus en plus décalée par rapport à la surface d'entaille. L'endommagement apparaît donc bien en fond d'entaille et progresse vers les valeurs négatives de la coordonnée p. De la même manière que pour les éprouvettes NT045, l'entaille de l'éprouvette CT peut être définie comme une singularité émoussée, puisque le taux de porosité volumique maximal n'est pas localisé directement en fond d'entaille. De plus, le décalage de la valeur maximale de V_F de plus en plus loin de la surface de la singularité lorsque la cavitation progresse et que le CMOD augmente est à rapprocher du fait que le rayon de courbure de cette singularité augmente aussi, entrainant un décalage dans le même sens de la valeur maximale de la plus grande contrainte principale [Rice et Johnson, 1970].

Ces profils sont similaires à l'évolution de V_F dans le plan à mi-épaisseur en fonction de la position dans la direction de propagation pour l'éprouvette FL235. Cette évolution est représentée sur la Figure 3.58.b. La valeur maximale de V_F est un peu supérieure à 14 % et localisée en p = - 0,2 mm. La zone sans cavitation est atteinte pour une coordonnée p d'environ - 0,9 mm, comme cela a été mis en évidence précédemment lors de l'étude du phénomène de striction.



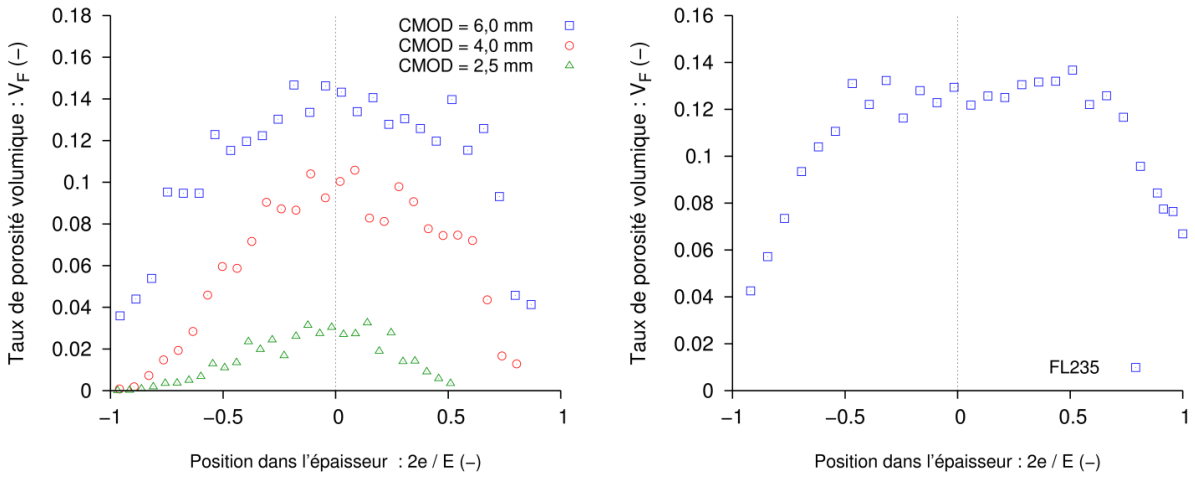
a) **b)**

Figure 3. 58 *Evolution longitudinale du taux de porosité volumique V_F. Eprouvettes déformées en traction monotone in-situ (a) et en fluage ex-situ (b).*

4.3.2.2. Evolution selon la direction de l'épaisseur *e* dans la section nette : Evolution transversale

La Figure 3.59.a présente l'évolution transversale de V_F pour les trois états de chargement de l'essai de traction monotone *in-situ*. Ces profils sont établis en p = - 0,1 mm, - 0,2 mm et - 0,3 mm pour les CMOD appliqués de 2,5 mm, 4 mm et 6 mm respectivement, c'est à dire à la distance du fond d'entaille selon la direction de propagation à laquelle la valeur maximale de V_F est localisée. Le profil de V_F est le même pour ces trois états de chargement, il est symétrique par rapport à la mi-épaisseur de l'éprouvette : la valeur maximale est localisée au niveau de la mi-épaisseur et la valeur minimale au niveau des bords de l'éprouvette. Par ailleurs cette valeur minimale n'est pas nulle pour l'état de déformation (et donc de cavitation) le plus avancé et l'endommagement progresse dans l'épaisseur de l'éprouvette lorsque le CMOD appliqué augmente. Par ailleurs, le taux de porosité volumique semble

être constant (autour de la valeur maximale) sur une épaisseur donnée autour de la mi-épaisseur qui augmente avec le CMOD. Ce phénomène est d'autant plus facile à identifier sur la Figure 3.59.b qui propose l'évolution transversale de V_F dans l'éprouvette FL235. En effet, cette évolution, qui présente le même profil que celles obtenues en traction monotone, met en évidence la présence d'un plateau puisque V_F semble être constant autour de sa valeur maximale pour des coordonnées normalisées $2e / E$ comprises entre - 0,5 et 0,5. De plus, il est intéressant encore une fois de remarquer que le profil pour l'éprouvette FL235 déformée en fluage semble plus aplati que le profil des éprouvettes déformées en traction monotone du fait d'un phénomène de régularisation potentiellement dû au fait que le chargement de fluage est plus « conciliant ».



a) **b)**

Figure 3. 59 *Evolution transversale du taux de porosité volumique V_F. Eprouvettes déformées en traction monotone in-situ (a) et en fluage ex-situ (b).*

4.3.2.3. Visualisation des gradients de V_F en 2D

Sur la Figure 3.60, une coupe selon la section nette du VIL, et donc dans le plan (*pe*), de l'éprouvette FL235 est représentée en intensité réelle (en haut) ainsi que la cartographie d'iso-valeurs de V_F (toujours évalué sur des VIS de 50 µm³) correspondante dans ce plan (en bas). Ces images permettent de mettre en évidence que la valeur maximale de V_F est bien localisée à mi-épaisseur de l'éprouvette, à une certaine distance (plus ou moins importante, ici de 200 µm) de la surface de l'entaille dans la direction de propagation *p*. La zone endommagée présente une forme semi-elliptique dont l'épaisseur diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface de l'entaille dans la direction de propagation.

Sur la Figure 3.61, la même procédure d'analyse est mise à mi-épaisseur de l'éprouvette FL235. L'image 2D en intensité réelle issue du volume de laminographie est représentée au-dessus alors que la cartographie des iso-valeurs de V_F est représentée en dessous. Sur cette cartographie, le fait que l'éprouvette soit endommagée dans la hauteur (selon la direction *z*) jusqu'au niveau des lèvres de l'entaille est bien mis en évidence tout comme le fait que la hauteur de la zone endommagée diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface d'entaille suivant la direction de propagation. De plus, la localisation de la valeur maximale du taux de porosité non pas directement en fond d'entaille mais à une certaine distance de la surface est aussi bien retranscrite sur cette cartographie.

Finalement, les cartographies d'iso-valeurs de la distribution spatiale en 2D du taux de porosité volumique au sein des plans d'intérêt et de cavitation maximale (section nette et mi-épaisseur) permettent une étude quantitative et une visualisation des phénomènes de cavitation qui favorisent leur compréhension.

Plan *pe* : Section Nette

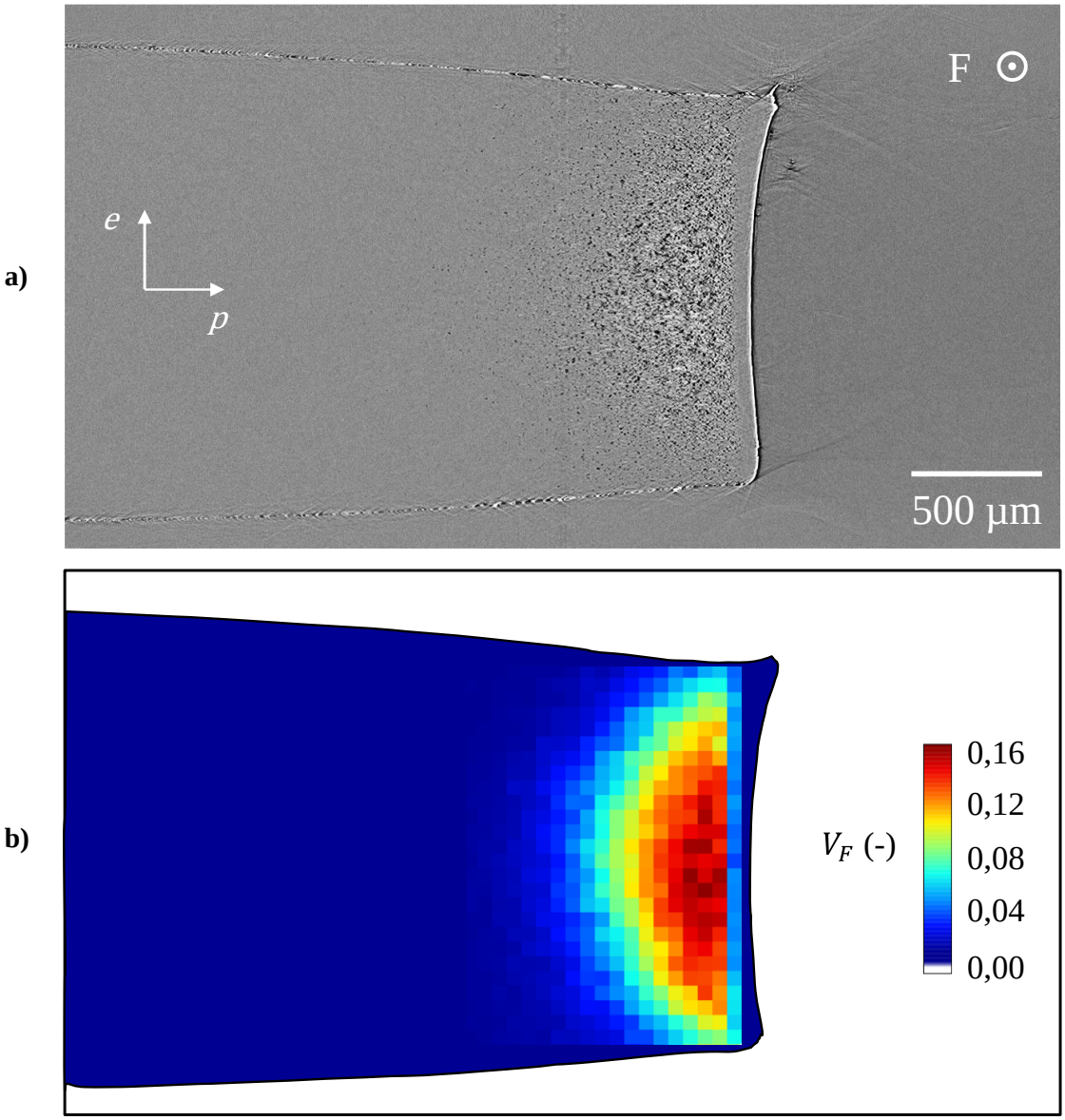


Figure 3. 60 *Image de laminographie en intensité réelle (en haut) et cartographie d'iso-valeurs du taux de porosité volumique V_F. Vue dans le plan (pe) de la section nette de l'éprouvette CT FL235.*

4.3.3. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques

Il a été indiqué précédemment que les cavités dans la section nette de ces éprouvettes CT pouvaient être assimilées à des cylindres dont la base (pas forcément circulaire) est perpendiculaire à la direction de sollicitation *z*. Cela est cependant à nuancer pour la zone hors section nette à proximité de l'entaille

au sein de laquelle les cavités sont orientées selon le profil de l'entaille. Cette zone est néanmoins très limitée et la morphologie des cavités qui s'y développent n'est pas étudiée de manière quantitative dans la suite. Dans le plan (*pe*) donc, les cavités ont une forme elliptique voire circulaire, ce qui permet de définir comme dimensions caractéristiques les diamètres d_P et d_E selon les directions *p* et *e* respectivement. Dans le plan (*pz*), les cavités ont une forme rectangulaire et la hauteur h_Z de ces cavités est définie comme étant la dimension selon la direction *z*. Uniquement les résultats en fluage seront présentés dans la suite. Les résultats en traction monotone in-situ sont similaires.

Plan *pz* : Mi-Epaisseur

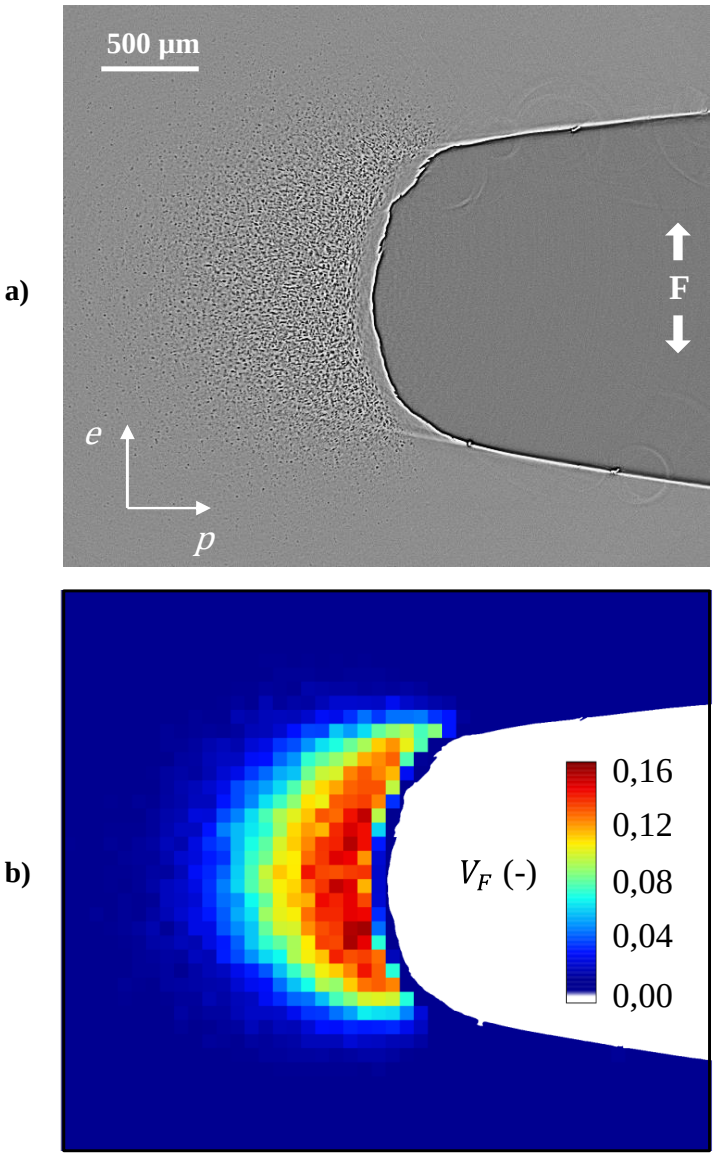


Figure 3. 61 *Image de laminographie en intensité réelle (en haut) et cartographie d'iso-valeurs du taux de porosité volumique VF. Vue dans le plan (pz) à mi-épaisseur de l'éprouvette CT FL235.*

4.3.3.1. Evolution selon la direction de propagation *p* dans le plan à mi-épaisseur : Evolution longitudinale

Les évolutions longitudinales du diamètre d_P et de la hauteur h_Z des cavités identifiées individuellement après segmentation des images en intensité réelle sont tracées sur la Figure 3.62 pour l'éprouvette FL235. La représentation des données statistiques de chaque VIS par la valeur modale ou par la valeur moyenne aboutit à des résultats parfaitement en accord alors que la valeur moyenne des dimensions caractéristiques des cavités était systématiquement surestimée par rapport à la valeur modale dans les éprouvettes entaillées NT4 et NT045. Le diamètre d_P des cavités (Figure 3.62.a) augmente depuis la zone non cavitée (p = - 1 mm) jusqu'à atteindre une valeur maximale d'environ 8 µm à une distance de 300 µm de la surface d'entaille. Le diamètre d_P est maximal dans la zone où le taux de porosité volumique est maximal. Ensuite, proche de l'entaille, d_P diminue et atteint une valeur d'environ 5 µm à proximité immédiate de l'entaille, dans la zone 2. La hauteur h_Z (Figure 3.62.b) augmente de manière assez linéaire de la zone non endommagée jusqu'au fond d'entaille (et donc en zone 2) où elle est maximale et vaut environ 7 à 8 µm. Dans cette zone notamment les cavités sont donc plutôt allongées dans le sens de la traction. Néanmoins, les polar-fans sont très peu nombreux et le taux de triaxialité des contraintes dans cette zone ne doit pas être suffisamment faible pour favoriser leur développement.

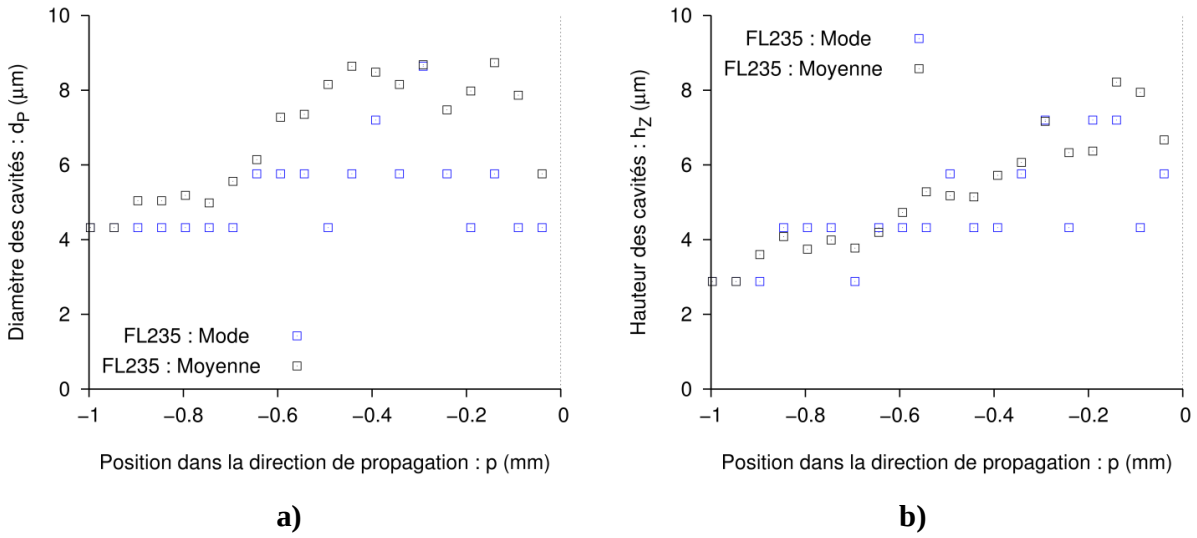
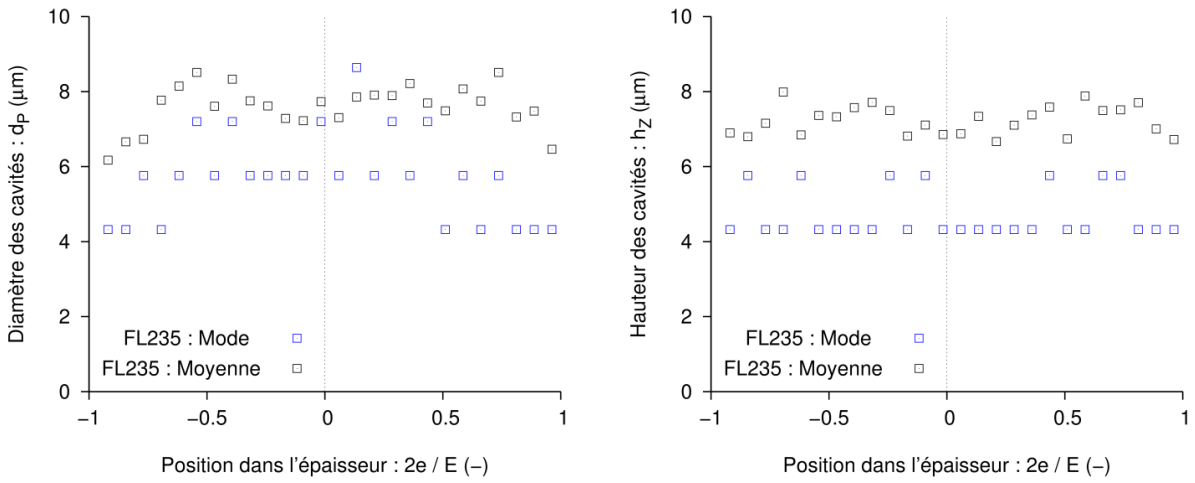


Figure 3. 62 *Evolution longitudinale du diamètre d_P (a) et de la hauteur h_Z (b) des cavités individuelles. Eprouvette CT FL235.*

4.3.3.2. Evolution selon la direction de l'épaisseur *e* dans la section nette : Evolution transversale

L'évolution transversale du diamètre d_P (respectivement de la hauteur h_Z) des cavités individuelles au sein de l'éprouvette FL235 est représentée sur la Figure 3.63.a (respectivement sur la Figure 3.63.b). Elles sont évaluées, de la même manière que le taux de porosité volumique, à une distance de 200 µm de la surface d'entaille. Les résultats en valeurs moyennes sont de nouveau surestimés par rapport aux résultats en valeurs modales, mais les tendances sont les mêmes. Ces profils sont symétriques par

rapport au plan à mi-épaisseur et la hauteur est constante dans toute l'épaisseur (environ 5 µm en valeur modale). L'évolution du diamètre d_P présente le même profil en trapèze que V_F : d_P est maximal au centre (environ 8 µm), constant pour des coordonnées normalisées $2e / E$ comprises entre - 0,5 et 0,5 et minimal au niveau des bords latéraux de l'éprouvette.



a) **b)**

Figure 3. 63 *Evolution transversale du diamètre d_P (a) et de la hauteur h_Z (b) des cavités individuelles. Eprouvette CT FL235.*

4.3.4. Morphologie des cavités – Facteurs de forme

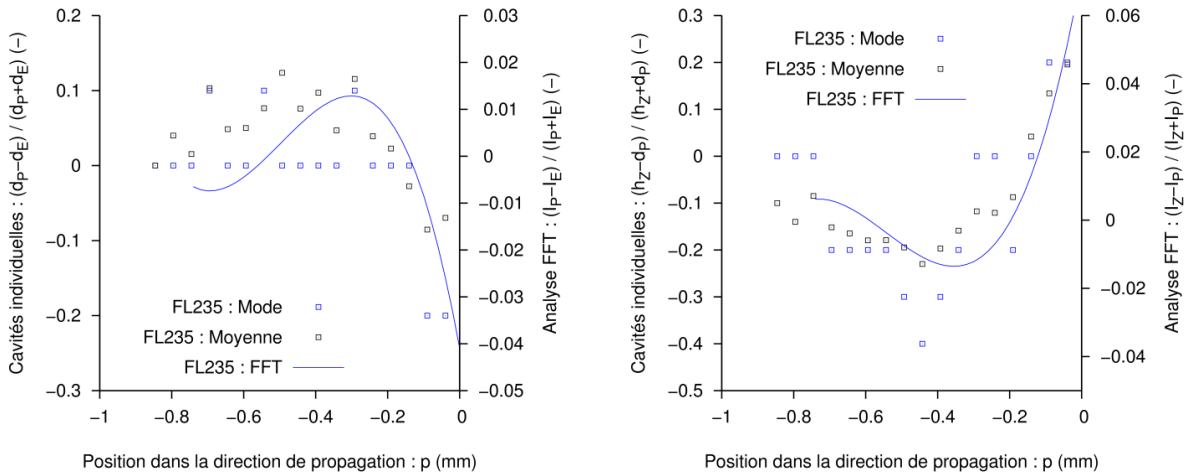
L'évolution longitudinale du facteur de forme A_D (respectivement du facteur de forme A_H) dans l'éprouvette FL235 est représentée sur la Figure 3.64.a (respectivement sur la Figure 3.64.b). Rappelons les expressions des facteurs de forme A_D et A_H dans le cadre de l'étude des éprouvettes CT :

$$A_D = (d_P - d_e) / (d_P + d_e)$$

$$A_H = (h_Z - d_P) / (h_Z + d_P)$$

Rappelons aussi que ces facteurs de forme sont évalués après segmentation des images de laminographie en intensité réelle à partir des dimensions des cavités individuelles (résultats représentés sur l'axe des ordonnées de gauche des différentes courbes) et après analyse des motifs obtenus par la méthode FFT (résultats représentés sur l'axe des ordonnées de droite des différentes courbes). Les résultats de la Figure 3.64 sont similaires aux profils d'évolution radiale des facteurs de forme A_D et A_H observés dans les éprouvettes NT045, ce qui renforce l'idée que les entailles de ces deux types d'éprouvettes peuvent être toutes les deux qualifiées de singularités émoussées. Loin de l'entaille, les cavités sont petites, peu nombreuses et plutôt isotropes en 3D puisque les deux facteurs de forme A_D et A_H sont proches de 0. Ensuite, lorsque l'on se rapproche de la surface d'entaille, A_D augmente et A_H diminue jusqu'à atteindre une valeur maximale et minimale respectivement d'environ 0,1 et - 0,3 (évaluées sur le traitement individuel des cavités) localisées à une distance de 400 µm de la surface de l'entaille. En ce point, les cavités sont caractérisées par une morphologie de cylindre aplati dont la base est perpendiculaire à la direction de sollicitation et ovalisée dans le sens de la propagation.

Au sein des éprouvettes NT045, ce phénomène d'ovalisation des cavités suivant la direction normale à l'entaille (et donc la direction radiale pour les éprouvettes NT045) dans le plan circonférentiel n'a pas été observé et semble donc caractéristique des éprouvettes CT qui favorisent la formation de cavités de type « tunnel » puis de fissures par coalescence dans la direction de propagation. Ensuite, vers le fond d'entaille, l'évolution est inverse puisque le facteur de forme A_D diminue et atteint une valeur minimale négative d'environ - 0,2 et A_H augmente jusqu'à une valeur de 0,2. A proximité de l'entaille, dans la zone 2, le diamètre d_P est donc plus petit que le diamètre d_E et que la hauteur h_Z. La base des cavités, dans le plan (*pe*) est donc elliptique et allongée dans la direction de l'épaisseur et les cavités sont allongées selon la direction de sollicitation et cette morphologie est la même que celle observée en fond d'entaille des éprouvettes NT045. En revanche, le taux de triaxialité des contraintes en fond d'entaille dans les éprouvettes CT est trop élevé pour observer la formation de nombreux polar-fans de grande taille, contrairement aux éprouvettes NT045. Cette différence est certainement due au fait que le rayon de courbure initial de l'entaille des éprouvettes CT est plus faible que celui de l'entaille des éprouvettes NT045.



a) **b)**

Figure 3. 64 *Evolution longitudinale des facteurs de forme A_D (a) et A_H (b). Eprouvette CT FL235.*

Ces différentes morphologies sont mises en évidence sur la Figure 3.65 grâce aux motifs FFT dans le plan (*pe*) qui donne accès au facteur de forme A_D et dans le plan (*pz*) qui lui renseigne sur A_H. A 100 µm de la surface d'entaille (p = - 0,1 mm), le motif est bien ovalisé dans la direction de l'épaisseur dans le plan (*pe*) et allongé dans la direction de sollicitation z dans le plan (*pz*). En revanche, plus loin de l'entaille, à une distance de 400 µm (p = - 0,4 mm), la morphologie des cavités a été qualifiée de morphologie « tunnel », ce qui est confirmé par les motifs. Dans le plan (*pe*) le motif est ovalisé dans la direction de propagation et dans le plan (*pz*) le motif est un rectangle dont la dimension selon l'axe p est plus grande que celle selon l'axe z.

Les évolutions de ces facteurs de forme dans l'épaisseur de l'éprouvette, dans la section nette et à une distance donnée de la surface d'entaille ne seront pas détaillées. En effet, les variations de morphologie de cavités sont peu marquées selon cette direction et les gradients de facteur de forme sont difficiles à établir.

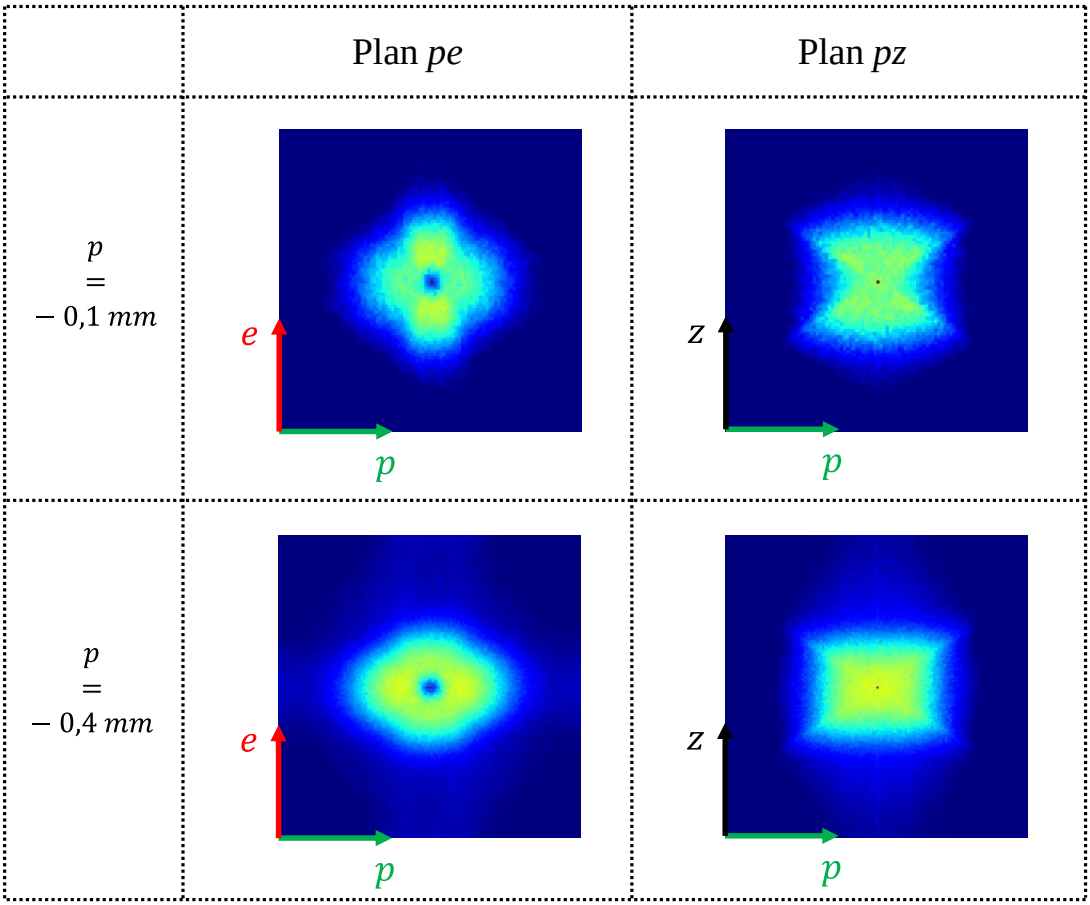


Figure 3. 65 *Motifs FFT représentant l'état de cavitation dans les plans (pe) (à gauche) et (pz) (à droite) en p = - 0,1 mm et en p = - 0,4 mm à mi-épaisseur de l'éprouvette CT FL235.*

4.4. Mécanismes de rupture – Déchirure ductile

4.4.1. Essais de traction monotone *in-situ*

Un autre essai de traction *in-situ* suivi en laminographie a été mis en œuvre au synchrotron ANKA sur la ligne TopoTomo. Cependant, la surface d'entaille de cette seconde éprouvette avait été usinée différemment et présentait de nombreux défauts. Cet essai et cet état de surface particulier de l'entaille ont néanmoins permis de mettre en évidence et d'observer le phénomène de déchirure ductile et ces résultats ont fait l'objet d'une publication [Cheng et al., 2016] dans laquelle le lecteur pourra trouver l'ensemble des paramètres d'acquisition de cette campagne de laminographie. Sur la Figure 3.66, des coupes du VIL dans le plan (*pz*) à mi-épaisseur de l'éprouvette sont représentées pour différentes valeurs de CMOD et donc pour différents états de chargement. La fissure n'apparait pas dans la section nette mais s'amorce sur le défaut le plus nocif de l'entaille du fait du mauvais usinage. Elle se propage dans un premier temps (entre les valeurs de 2,8 et de 3,5 mm pour le CMOD) dans une direction normale à la courbure de l'entaille, par coalescence des cavités en bout de fissure dans cette direction. Cependant, à partir d'une valeur de CMOD de 5,25 mm, la fissure semble se réorienter et la direction de propagation devient perpendiculaire à la direction de sollicitation et donc parallèle au plan de la

section nette. Il est aussi important de noter que cette fissure n'est pas « fine » et se propage notamment par ouverture de ses lèvres. De plus la cavitation est intensifiée aux alentours de la fissure et plus développée que dans les autres zones de l'éprouvette : l'état de cavitation maximal est toujours localisé en pointe de fissure et semble donc bien à l'origine de sa propagation. Ce résultat vient nourrir les discussions concernant la différenciation d'éprouvettes fissurées et d'éprouvettes à singularité émoussée. En effet, la singularité observée sur la Figure 3.66 possède un rayon de courbure de 25 µm. Cette valeur est suffisamment faible dans le cas des matériaux polymères pour que cette singularité puisse être raisonnablement considérée comme une fissure. Et la distribution de la porosité au-devant de cette fissure est différente de la distribution au-devant d'une singularité émoussée : le taux de porosité volumique maximal est localisé directement en pointe de fissure et n'est pas décalé dans la direction de propagation. Ce résultat est donc conforme avec le champ de contrainte de Hutchinson, Rice et Rosengren (HRR) autour d'une fissure [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968] qui prévoie que la première contrainte principale soit localisée en pointe de fissure.

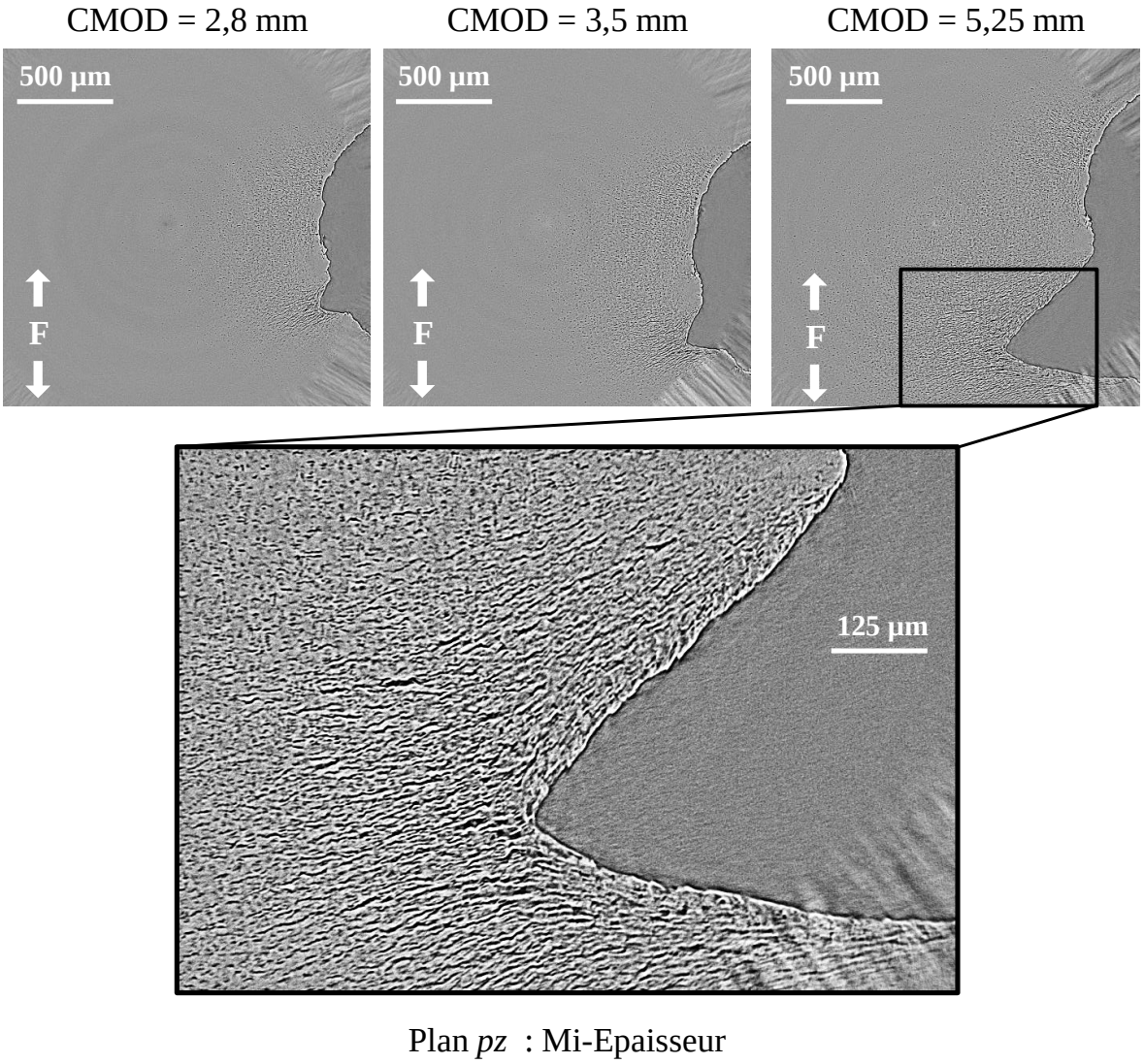


Figure 3. 66 *Mise en évidence du phénomène de déchirure ductile. Essai de traction in-situ suivi en laminographie sur une éprouvette dont l'entaille présentait de nombreux défauts. Images 2D dans le plan (pz) à mi-épaisseur.*

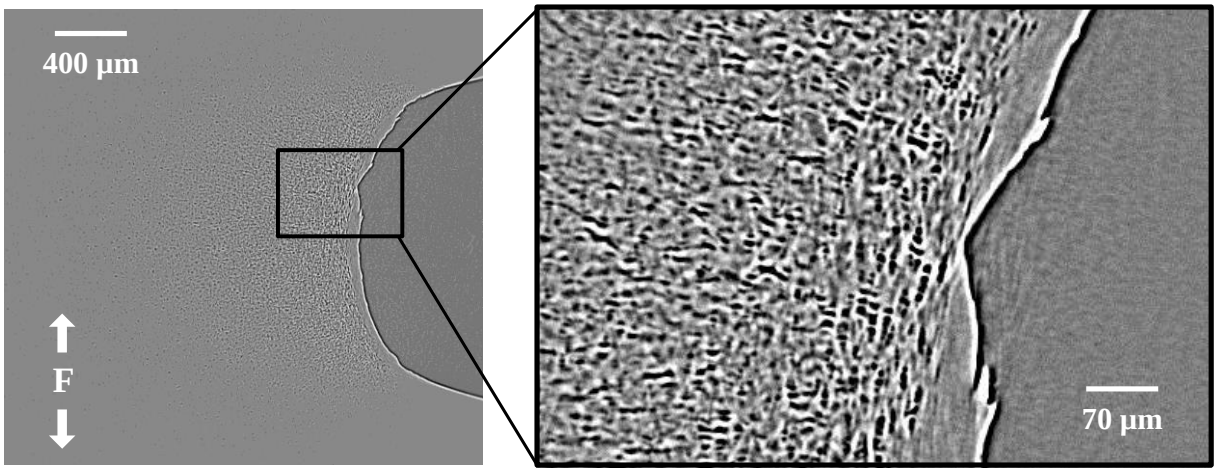
L'image agrandie représentant l'état de cavitation aux alentours de la pointe de fissure pour un CMOD appliqué de 5,25 mm (Figure 3.66 toujours) permet de mettre en évidence que les cavités aux alentours des lèvres de la fissure sont orientées selon leur direction et qu'au-devant de la fissure, de grosses cavités de type « tunnel » sont orientées dans la direction de propagation. Ce sont ces cavités qui, par leur coalescence, vont permettre l'avancée de la fissure lors des pas de chargement suivants. A cette étape de la propagation de fissure par ailleurs, l'organisation de cavités en polar-fans n'est plus observée, le maximum de triaxialité des contraintes étant localisé en pointe de fissure.

4.4.2. Essais de fluage

Un autre essai de fluage *ex-situ* a été mené à 235 N sur la géométrie d'éprouvette présentée sur la Figure 3.49.b. Cet essai a été interrompu durant la phase de fluage secondaire. Ensuite, cette éprouvette a été soumise à la même procédure d'observation en laminographie à ANKA que l'éprouvette FL235. Elle a donc dans un premier temps été mise en charge jusqu'à ce que la force appliquée soit de 23 N, puis elle a été scannée. Les résultats sont équivalents à ceux présentés précédemment pour l'éprouvette FL235 à cela près que l'état de cavitation était moins avancé. Ensuite, cette éprouvette a été mise en charge jusqu'à atteindre une force de 310 N et donc faire progresser l'endommagement. Elle a ensuite été scannée en laminographie et sera dénommée éprouvette FL235F car elle a permis d'observer avec précision les premiers stades de la propagation d'une fissure. En effet, sur la Figure 3.67.a qui représente l'état de cavitation dans le plan (*pz*) à mi-épaisseur, il est possible d'observer l'apparition d'une fissure en surface de l'entaille, à proximité de la section nette. Cette fissure n'est pas une fissure « fine » et elle possède les mêmes caractéristiques géométriques que la fissure présentée en Figure 3.66. Sur l'image zoomée (à droite de la Figure 3.67.a) il est possible d'observer de nombreux polar-fans en pointe de fissure, car cette fissure est toujours dans la « zone 2 » du point de vue de la morphologie des cavités et ne s'est pas encore propagée jusqu'à la « zone 3 » caractérisée par des cavités de type « tunnel ». L'augmentation du nombre et de la taille des polar-fans par rapport aux observations de FL235 est notable. Ces augmentations sont à relier au fait que l'éprouvette FL235F a été rechargé à 310 N, entrainant une ouverture d'entaille importante. Cette ouverture d'entaille a eu pour conséquence d'augmenter le rayon de courbure de l'entaille et donc de déplacer la valeur maximale de la plus grande contrainte principale plus loin de la surface d'entaille. Ainsi, le taux de triaxialité des contraintes en fond d'entaille a diminué lorsque l'éprouvette FL235F a été chargée jusqu'à 310 N, ce qui a favorisé l'apparition et le développement des polar-fans en fond d'entaille. Enfin, il est aussi intéressant d'observer, sur la Figure 3.67.b, que la zone sans cavités visibles n'existe plus à proximité du front de fissure dans le plan (*pe*), ce qui permet notamment l'apparition de la fissure en surface d'entaille ainsi que sa propagation par la suite. Les phénomènes de déchirure ductile et de propagation de fissure ainsi que la géométrie (non fine) de ces fissures sont donc les mêmes au sein d'une éprouvette CT dont la cavitation a été engendrée par une sollicitation de traction monotone ou de fluage. Ce résultat était attendu car la fissuration se propage par coalescence des cavités. Or, il a été montré précédemment que les mécanismes de cavitation au sein d'éprouvettes CT déformées en traction monotone et en fluage étaient les mêmes.

Il est aussi important de noter que l'amorçage de la fissure et de la déchirure ductile ne se fait là où le taux de porosité volumique est maximal mais bien en surface de l'entaille, de la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT4 conditionnée à HR50. Il y a donc aussi dans ce cas des éprouvettes CT une concurrence entre la nocivité des défauts en surface qui peuvent entre à l'origine de la rupture finale et le taux de porosité volumique.

a) Plan *pz* : Mi-Epaisseur



b) Plan *pe* : Au niveau de la fissure

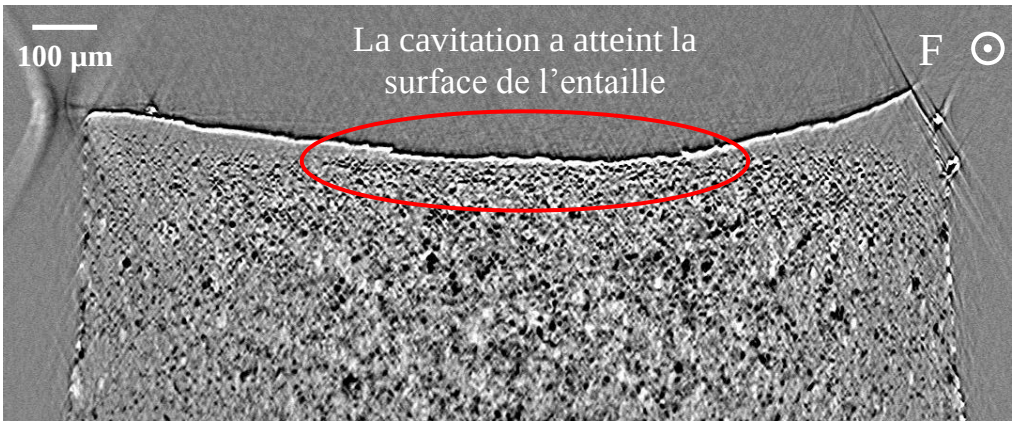


Figure 3. 67 *Apparition d'une fissure lors de la mise en charge à 310 N d'une éprouvette CT préalablement déformée en fluage à 235 N (éprouvette FL235F). Images de laminographie dans le plan (pz) à mi épaisseur (a) et dans le plan (pe) au niveau de la fissure (b).*

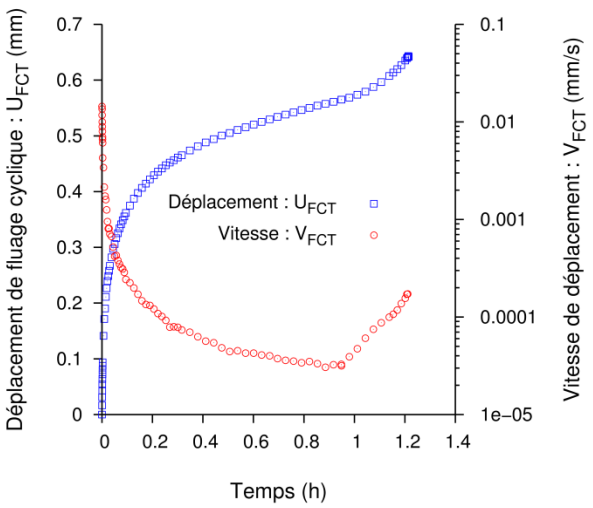
4.5. Ouverture vers les chargements en fatigue

Afin d'étudier les mécanismes d'endommagement et de fissuration en fatigue, une éprouvette CT de même géométrie que celle des éprouvettes FL235 et FL235F déformées *ex-situ* en fluage (Figure 3.49.b) a été soumise à un essai de fatigue interrompu. Les caractéristiques de cet essai de fatigue mené à force imposée sont les suivantes :

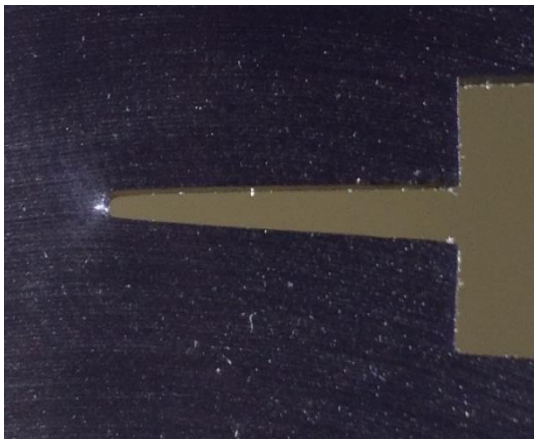
- la consigne en force était sinusoïdale ;
- la force maximale imposée était de 200 N et la force minimale était de 20 N, soit un rapport de charge $R = 0,1$;

- la fréquence était de 1 Hz ;
- l'essai a été interrompu au bout de 3845 cycles.

L'éprouvette déformée au cours de cet essai de fatigue sera dénommée éprouvette FA200 dans la suite. La courbe de chargement en fatigue est donnée sur la Figure 3.68.a. L'évolution en fonction du temps du déplacement de fluage cyclique mesuré aux pics de force entre les trous de goupilles où est appliqué le chargement cyclique est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche, en bleu. L'évolution de la vitesse de déplacement de fluage cyclique est représentée en rouge sur l'axe des ordonnées de droite. Rappelons que le déplacement de fluage cyclique aux pics correspond au déplacement mesuré aux pics auquel est soustrait le déplacement atteint au premier pic de force, considéré comme le déplacement de mise en charge. Ces courbes permettent de mettre en évidence que l'essai a été interrompu au début du stade tertiaire, c'est à dire lorsque le déplacement et la vitesse de déplacement commencent à s'emballer et à augmenter rapidement. De plus, une photographie de l'éprouvette FA200 a été prise en fin d'essai (Figure 3.68.b). Sur celle-ci, il est possible d'identifier une fissure très fine qui a atteint la surface de l'éprouvette. Le blanchiment est très localisé au niveau des lèvres de cette fissure et non pas diffus et à proximité de l'entaille comme à la surface des éprouvettes déformées en traction monotone et en fluage.



a)



b)

Figure 3. 68 *Courbe de chargement d'un essai de fatigue ex-situ mené à 200 N sur éprouvette CT (a) et aspect de l'entaille en fin d'essai (b).*

Cette éprouvette FA200 a ensuite été déchargée et démontée puis observée en laminographie aux rayons X synchrotron à l'ESRF. De la même manière que pour l'éprouvette FL235, l'éprouvette FA200 a été mise en charge avant d'être scannée jusqu'à atteindre une force de 20 N afin de rouvrir et d'observer au mieux les cavités supposées présentes au sein de l'éprouvette sans en changer la morphologie ou la distribution spatiale. Le faisceau utilisé était un faisceau parallèle monochromatique blanc caractérisé par une énergie de 25 keV. Un scan de laminographie était constitué de 3600 radiographies enregistrées successivement après des rotations à angle constant. Le

temps d'exposition par radiographie était de 0,1 s. La taille des voxels isotropes était de 0,65 µm et la taille en voxels des volumes reconstruits de 2560 x 2560 x 1400.

Le volume de laminographie acquis n'est pas de très bonne qualité. Une coupe dans le plan (*pz*) à mi-épaisseur de l'éprouvette FA200 est représentée en intensité réelle sur la Figure 3.69. Sur cette image, des artefacts annulaires apparaissent au centre et les bords de l'entaille et de la fissure ne sont pas très bien définis voire même dédoublés en certains endroits.

Plan *pz* : Mi-Epaisseur

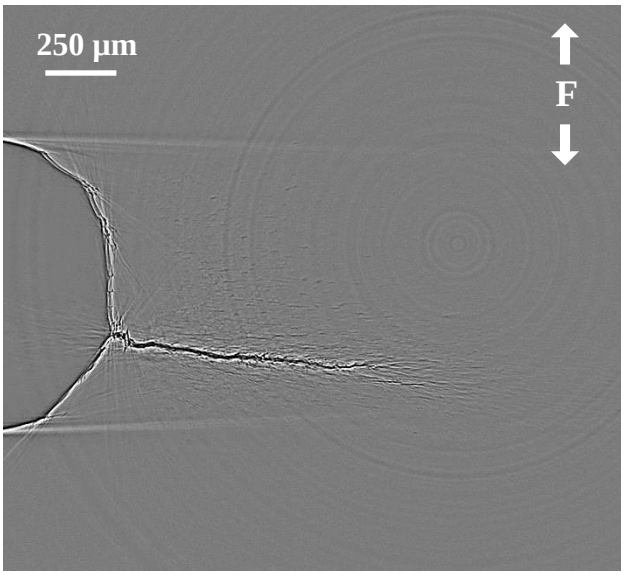


Figure 3. 69 *Images de laminographie dans le plan (pz) à mi épaisseur et dans le plan (pe) de l'éprouvette CT FA200. Mise en évidence du phénomène de fissuration en fatigue*

Ces observations sont néanmoins très importantes et permettent d'établir que les phénomènes de cavitation et de fissuration au sein d'une éprouvette CT en traction monotone et en fluage ne sont pas du tout les mêmes qu'en fatigue. En effet, en fatigue (Figure 3.69), la cavitation au sens de la présence de cavités individuelles identifiables au sein de l'éprouvette est très peu développée. En revanche, une fissure dite « fine », puisque la distance entre les deux lèvres n'est que de quelques microns contrairement aux fissures observées en traction monotone et en fluage, s'est propagée. L'amorçage de cette fissure ne s'est pas effectué exactement dans la section nette de l'éprouvette et les premiers stades de propagation se font dans une direction normale à la courbure de l'entaille au point d'amorçage. Ensuite, la fissure semble bifurquer et adopter une direction de propagation perpendiculaire à la direction de sollicitation. Quelques cavités ayant la morphologie « tunnel » peuvent être identifiées de part et d'autre des lèvres de la fissure et l'état de cavitation le plus développé, caractérisé par des cavités très allongées dans la direction de propagation, se situe en pointe de fissure. C'est cet état de cavitation qui est à l'origine de la propagation par coalescence de ces cavités individuelles. De plus, la fissure présente un rayon de courbure en pointe de fissure qui ne peut être évalué et qui peut être raisonnablement considéré comme tendant vers 0. Ainsi, la distribution du champ de contraintes à proximité de cette singularité peut être déterminée par le champ

HRR [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968] qui prévoie que la première contrainte principale soit localisée en pointe de fissure, de la même manière que le maximum de taux de porosité volumique ici.

Finalement, il est intéressant de se demander lequel des deux scénarios suivants est à l'origine de ce phénomène de fissuration en fatigue :

- L'état de cavitation très peu développé au sein de l'éprouvette est à l'origine de la fissuration fine en fatigue et de la propagation sans une ouverture importante des lèvres de la fissure.

- La fissure apparait avant le développement des premières cavités et induit un changement de champ de contraintes (du champ de Mc Meeking ou de Prandlt produit par la singularité émoussée qu'est l'entaille au champ HRR produit par la fissure). Alors le phénomène de cavitation se concentre en pointe de fissure.

Des essais complémentaires doivent être réalisés pour permettre de répondre à ces questions.

5. Eprouvettes lisses

Les résultats concernant les phénomènes de cavitation et de rupture au sein d'éprouvettes lisses sollicitées en traction monotone, fluage et fatigue sont présentés dans la suite. L'état de contrainte au sein d'une éprouvette lisse avant la striction est homogène et uniaxial. A partir du moment où la striction apparait, l'état de contrainte devient inhomogène et multiaxial (à taux de triaxialité faible voire modéré) et peut être décrit par le champ de Bridgman [Bridgman, 1944]. Ces résultats sont présentés en fin de Chapitre III car les observations en tomographie ont été faites à une résolution très importante de 50 nm grâce à la technique de la holotomographie. Elles sont donc d'une nature différente de celles obtenues sur éprouvettes NT4, NT045 et CT présentées précédemment. Rappelons par ailleurs qu'une des motivations premières de l'étude des phénomènes d'évolutions microstructurales (notamment de cavitation) au sein des matériaux polymères semi-cristallins provient de l'identification de la striction et du blanchiment sur éprouvettes lisses sollicitées en traction monotone. En effet, de telles manifestations macroscopiques ont des justifications et des origines microscopiques. Dans la suite, les résultats présentés concernent le matériau conditionné à HR50.

5.1. Phénomènes de cavitation

5.1.1. Cavitation en traction monotone observée à haute résolution

Des observations en holotomographie à rayonnement X synchrotron ont été effectuées à l'ESRF sur la ligne ID22NI, sur une éprouvette lisse axisymétrique déformée en traction monotone jusqu'au pic de contrainte et donc jusqu'au début du phénomène de striction. Cette campagne expérimentale a notamment permis, grâce à la très haute résolution de 50 nm atteinte, d'observer et d'étudier les premiers stades des phénomènes de cavitation mais aussi la morphologie des polar-fans et leur localisation au sein des sphérolites déformés. Ces résultats ont fait l'objet d'un article intitulé « *Voiding mechanisms in deformed Polyamide 6 observed at the nanometric scale* », paru dans Macromolecules et qui est inséré dans la suite.

Macromolecules

Article

pubs.acs.org/Macromolecules

Voiding Mechanisms in Deformed Polyamide 6 Observed at the Nanometric Scale

Nathan Selles,[*,†] Peter Cloetens,[‡] Henry Proudhon,[†] Thilo F. Morgeneyer,[†] Olga Klinkova,[†,§] Nicolas Saintier,[∥] and Lucien Laiarinandrasana[†]

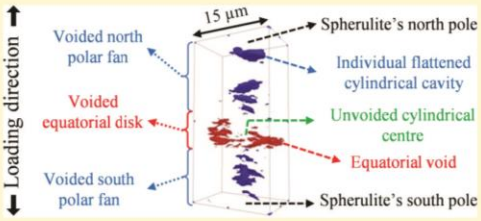
[†]Centre des Matériaux, CNRS UMR7633, PSL-Research University, MINES ParisTech, BP 87, F-91003 Evry, Cedex, France

[‡]European Synchrotron Radiation Facility, BP 220, 38043 Grenoble, Cedex, France

[§]Institut Supérieur de Mécanique de Paris, QUARTZ (EA 7393), 3 rue Fernand Hainaut, 93407 Saint-Ouen, France

[∥]I2M-DuMAS, CNRS UMR5295, Arts et Métiers ParisTech, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence, France

ABSTRACT: Micromechanisms of deformation and cavitation within the spherulitic microstructure of a polyamide 6 (PA6) material have been observed with a true spatial resolution of 50 nm by magnified synchrotron radiation holotomography. Smooth round bars in PA6 were submitted to interrupted monotonic tensile tests. Before the engineering peak stress, only pre-existing nanometric voids were identified. At the peak stress, void growth and coalescence have been observed in the neck and 2 mm apart from the neck along the revolution axis. Two kinds of cavity arrangements have also been identified, studied quantitatively, and attributed to specific regions of the deformed spherulites. Voiding appeared in the equatorial plane of the spherulites as diffuse annular voided zones, and polar fans were characteristically penny-shaped voids stacked in columns parallel to the loading axis in the spherulite poles. A cylindrical volume located at the center of these spherulites remained intact (no voids).



1. INTRODUCTION

Mechanical behavior and the durability of semicrystalline polymers have to be assessed with accuracy because of the increasing use of these materials in engineering structures. Macroscopic behavior is mainly characterized by the evolution of global variables such as engineering stress and strain. The present paper deals with another approach: the assessment, at micrometric and nanometric scales, of the micromechanisms of deformation and cavitation in a smooth specimen made of thermoplastic polyamide 6 (PA6) deformed under steady strain rate. Microstructural evolution of semicrystalline polymers as bulk materials, such as polyamide 6,[1] poly(vinylidene fluoride),[2,3] and poly(methyl methacrylate),[4] or as matrix for short fiber reinforced composite[5] during monotonic tensile loading on smooth specimens has been reported widely in the literature. Necking and whitening appear on smooth specimens at the peak stress of the engineering stress−strain curve and have been related to voiding mechanisms that occurs at the microscopic scale within the material. A variety of observation techniques have been used to identify and understand these voiding mechanisms. For instance, scanning electron microscopy (SEM) inspections have been performed by Boisot et al.[6] to study the cavitation in a polyamide 11. However, this technique is destructive: samples have to be cut, and surface metallization could be necessary (Au or Au−Pd like). Incoherent polarized steady light transport[7,8] and X-ray scattering[9] have been used on semicrystalline polymers to assess cavitation features at the nanometric scale on 2D slices of matter and only provide average information within the volume constituted of a stack of these studied slices. This averaging procedure may suppress gradients of the inspected variables, and choosing the size of the volume of interest can be tricky. 3D X-ray inspection techniques and especially synchrotron radiation computed tomography or laminography (SRCT and SRCL) can be considered as nondestructive and do not require any tedious preparation of the samples. SRCT has been used to study notched round bars in PA6 deformed ex situ under steady strain rate[10] or under steady load.[11,12] Microstructure of less dense matter, assumed to be voids, has been visualized in 3D with resolutions up to 0.7 μm, and spatial gradients of void volume fraction and void morphology have been studied. Indeed, the tomography and laminography techniques allow through thickness inspections of the samples.[13] Notched round bars in PA11 deformed in situ have also been observed by SRCT[14] in order to compare ex situ and in situ tests in terms of voiding phenomena. Laiarinandrasana et al.[1] studied an initially smooth round specimen in PA6 deformed under steady strain rate up to the end of the stress softening, when the neck was well extended. Then, they performed SRCT inspections in the neck of the deformed specimen, and they identified cylindrical cavities, stretched in the loading direction and organized in columns called polar fans.[15,16] The resolution of these

Received: April 7, 2017
Revised: May 23, 2017
Published: May 31, 2017

ACS Publications © 2017 American Chemical Society

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

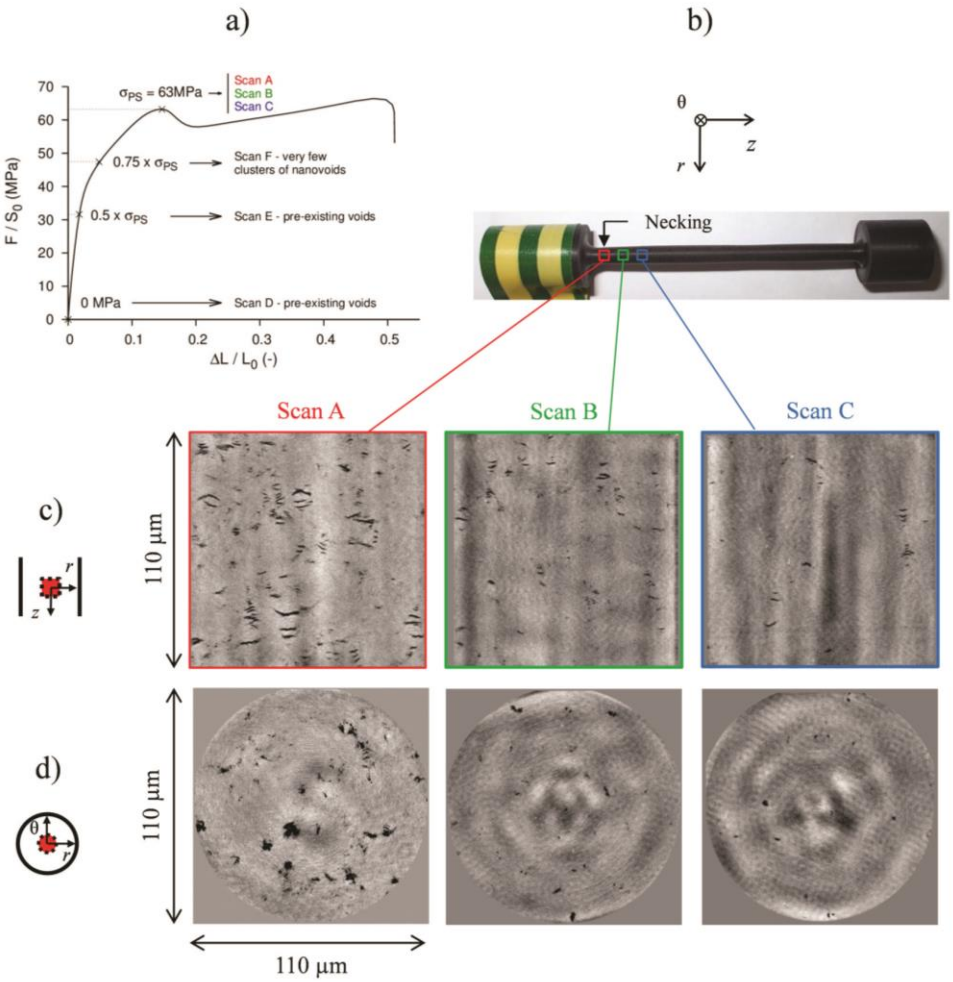


Figure 1. (a) Engineering stress−strain curve. (b) Location of the volumes of interest (scans A−C) in the PA6 round bar deformed up to the peak stress. (c) Longitudinal tomographic views (*rz* plane). (d) Circumferential tomographic views (*rθ* plane).

tomographic images was close to a micrometer and was not sufficient to assess with accuracy the early stages of voiding mechanisms, especially the void growth mechanisms before the peak stress. The purpose of the present work is to complete these studies employing the magnified holotomography technique, as used by Morgeneyer et al.[17] to study, at the nanometric scale, the spatial distribution of voids in the neck of a HDPE specimen deformed under steady strain rate. Thus, monotonic tensile tests on initially smooth round bars have been carried out and interrupted at the onset of the necking phenomenon that is at the peak of engineering stress and before. The cavitation features have been assessed with a resolution of 50 nm, more than 10 times higher than the best resolutions reached in the previous studies. To the author's best knowledge, it is the first time that the early stages of cavitation and the coalescence phenomenon of nanometric voids have been observed in 3D in a polyamide 6.

These observations first allow a qualitative discussion about void growth and arrangement within a deformed spherulite. The cavitation features are displayed through 2D tomographic slices (longitudinal or circumferential views) and 3D views and are associated with specific regions of the deformed spherulites. Then, void arrangements encountered in a specimen deformed up to the peak stress are studied quantitatively in a statistical way. Their dimensions are recorded, and the results from a tomographic volume located in the neck and another volume located 2 mm from the neck along the revolution axis are compared.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Material Description. The material under study is a thermoplastic polyamide 6 (PA6). Samples were machined from a 610 mm × 1230 mm flow molded plate with 10 mm thickness provided by Angst & Pfister. This process ensured a good homogeneity of the microstructure within the plate. Samples were machined from the center of this plate, which is the part unaffected by thermal gradient. Indeed, a skin of 60 μm thickness where the mean size of the spherulites is smaller has been identified at the surface of the plate.[18] Thermoplastic PA6 material is known to be hydrophilic: specimens were preconditioned in the testing room at 20 °C and at relative humidity (RH) of 50% until they reached the stabilized water uptake of 1.8%. The properties of this semicrystalline polymer have been published elsewhere,[19] the main ones being recalled here. The glass transition temperature T_g = 4 °C, the melting point T_f = 219 °C, and the crystallinity index χ = 43% have been determined using the

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

modulated differential scanning calorimetry (MDSC) technique. The spherulitic microstructure of the PA6 has been studied by scanning electron microscopy (SEM) inspections of chemically etched surfaces.[18] The identified spherulites have a spherical shape and a mean diameter of about 5 μm. To reveal the presence of pre-existing voids within the undeformed material, samples broken in liquid nitrogen (cryo-fractography technique) have been examined by SEM. Spherical voids with a mean diameter around 0.1 μm have been observed on these fractured surfaces. The initial void volume fraction (V_f) has been estimated at about 1%.

2.2. Samples Preparation. A tensile test up to failure was performed on a smooth round bar at room temperature (20 °C) and at an engineering strain rate of 0.01 s^{-1} using an electromechanical testing machine provided with a load cell. The initial gauge section diameter was 3 mm, and the initial gauge length was 40 mm. The loading curve, that is, the engineering stress F/S_0 (where F is the load and S_0 is the initial cross section) plotted against the engineering strain $\Delta L/L_0$ (where ΔL is the crosshead displacement and L_0 is the initial gauge length), is given in Figure 1a. Thereafter, other monotonic tensile tests have been performed and interrupted at different values of engineering stress: (i) at the peak stress (corresponding to $\sigma_{PS} = F/S_0$ = 63 MPa); (ii) at 75% of the peak stress value (corresponding to $\sigma = F/S_0$ = 47.25 MPa); (iii) at 50% of the peak stress value (corresponding to $\sigma = F/S_0$ = 31.5 MPa). Then the samples have been unloaded. The sample deformed up to the peak stress is represented in the unloaded state in Figure 1b. The nascent neck is located near the shoulder of the sample's head, presumably due to heterogeneous deformation in this region.

2.3. Holotomography Technique. The novelty here has been the use of the magnified holotomography technique at the ESRF beamline ID22NI,[20] that is, tomography with a coherent and divergent X-ray beam. A holographic reconstruction procedure combines images taken at different distances from the specimen. It results in quantitative phase mapping and, through association with three-dimensional reconstruction, in holotomography, the complete three-dimensional mapping of the density in a sample. This technique provides higher resolution and has been presented by Morgeneyer et al.[17] in a paper dedicated to the study of void morphologies in a deformed HDPE. Tomographic setups used in the present study are similar to the ones used by Morgeneyer et al.[17] 2000 projections were acquired over 360°, the exposure time was 0.25 s per frame, and the isotropic reconstructed voxel size was 50 nm. More details can be found in Bleuet et al.[21]

The reconstructed 3D volumes are cylindrical (height 110 μm, diameter 110 μm), and three locations of interest have been observed within the sample deformed up to the peak stress (Figure 1b). These inspected volumes have been centered on the revolution axis (z-axis) of the deformed round bar. Scan A has been located in the nascent neck, where the specimen section diameter was the lowest. Scans B and C have been shifted along the revolution axis of the sample respectively by 2 and 4 mm (Table 1). In the longitudinal view (rz plane), tomographic slices are rectangular (Figure 1c), and in the horizontal or circumferential view ($r\theta$ plane), tomographic slices are circular (Figure 1d).

Table 1. Axial Evolution of Void Volume Fraction (V_f) along the Revolution Axis of the Specimen

	scan A	scan B	scan C
axial distance from the neck (mm)	0	2	4
void volume fraction (%)	4.1	1.4	0.6

The other samples, deformed up to 50% and 75% of the value of the peak stress, together with an undeformed sample have been inspected using the holotomography technique. Scans D, E, and F refer respectively to the undeformed specimen, to the specimen deformed up to 50% of σ_{PS}, and to the specimen deformed up to 75% of σ_{PS}. Circumferential views of these scans are represented in Figure 2.

3. RESULTS

3.1. Axial Evolution of Porosity. Figure 1 displays 2D reconstructed slices in scans A, B, and C. Voids are well-defined and in black. PA6 bulk is in gray. Diffuse black and white stains and concentric rings can be observed, especially in scan C, and are considered as reconstruction artifacts. The number of voids in each slice and their sizes decrease from scan A to scan C. Indeed, the necking phenomenon on smooth specimens is a localization phenomenon due to micromechanisms of deformation and cavitation within the material: necking initiates where the void volume fraction is maximum. Thus, the voiding state observed in scan A was the most advanced voiding state within the sample. Void volume fraction (V_f) is defined as the total volume of voids divided by the whole volume of the tomographic scan. It is obtained by thresholding of the gray level images. Values of V_f for each scan are recalled in Table 1. V_f decreases from scan A to scan C. Such an axial gradient of V_f has also been reported along the revolution axis of notched round bars in PA6 deformed under steady strain rate[10] and steady load[11] at the necking stage.

Starting from the undeformed state and while the macroscopic deformation increased, it would have been interesting to follow porosity at the location of the most advanced voiding state (in the center of the neck at the peak stress for example). However, it is impossible to locate this zone of maximum porosity before the onset of the necking phenomenon on smooth specimens. In order to evaluate the evolution of the cavitation at different development stages, scans D, E, and F (Figure 2) have been centered on the revolution axis (z-axis) of the round bars, at an equal distance from the samples' heads. In scans D and E, some nanometric voids can be observed. They correspond to the population of pre-existing voids, responsible for the initial void volume fraction estimated at 1% thanks to SEM inspections. In scan F, the voiding state seems to be more developed since some of these nanometric voids had started to be organized as clusters. Finally, no large voiding phenomena have been identified at the inspected locations before the peak stress. That is why micromechanisms of cavitation along the revolution axis at a given macroscopic deformation (at the peak stress) have been studied in this paper. Scans B and C depict voiding states similar to the most advanced voiding states encountered at a given load before the peak stress. Along the revolution axis of the specimen the whole story of deformation and cavitation has been captured.

3.2. Void Growth and Coalescence at the Nanometric Scale. Three populations of voids, characteristic of void growth mechanisms, have been observed in scan A and are represented in a longitudinal tomographic view (rz plane) displayed in Figure 3. Nanometric voids organized in a cluster (see red box in Figure 3) have been identified and have spherical shapes with diameters between 0.1 and 0.5 μm. They could be related to the population of pre-existing voids observed by SEM in the undeformed state and shown in Figure 2. The improved resolution reached here, thanks to the magnified holotomography technique, has allowed the identification of this population in an unprecedented way. These nanovoids then coalesce (blue box), leading to a cluster of voids with an overall shape similar to that of a flat cylinder. This cylinder can be seen as a volume of less dense matter than the matrix, considered as an individual cavity in observations with a resolution of 0.7 μm.[10] Finally, this coalescence phenomenon results in the creation of micrometric voids by rupture of intervoid fibrils,

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

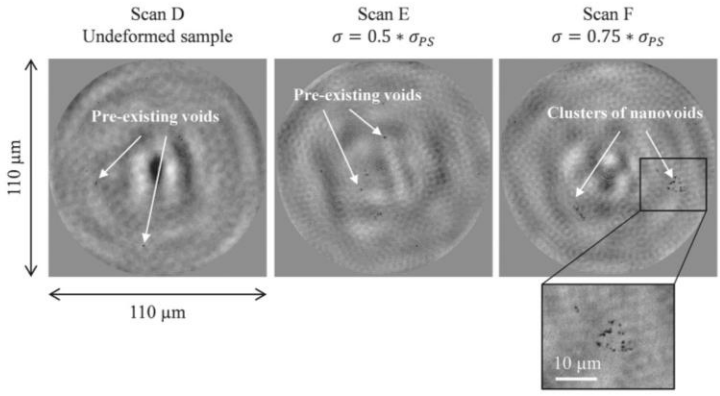


Figure 2. Circumferential tomographic views ($r\theta$ plane) of scans D−F.

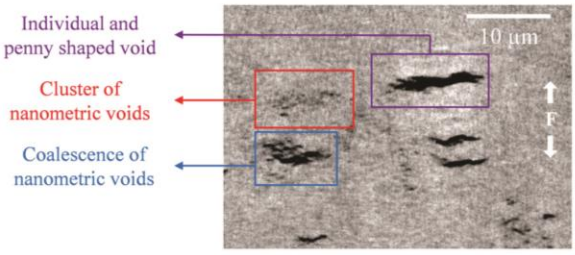


Figure 3. Longitudinal view (rz plane) of the three populations of voids in scan A.

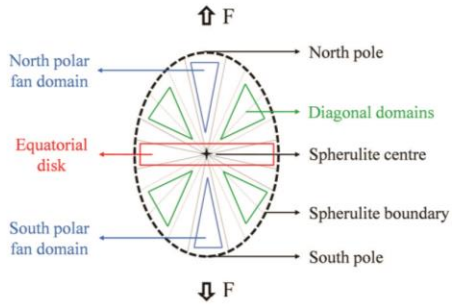


Figure 4. Diagram of a longitudinal section (rz plane) of a deformed spherulite defining the equatorial, polar, and diagonal areas.

assimilated to stripes in the longitudinal view (purple box) and to circles perpendicular to the loading direction in the $r\theta$ plane (Figure 1d, scan A). The size of these "penny-shaped" cavities (especially their radial dimension, in the direction perpendicular to the loading axis) presents a large dispersion, but they all can be seen as flat cylinders in 3D. This kind of geometry has already been reported by Laiarinandrasana et al.[10] in the center of notched round bars deformed under steady strain rate up to the peak load and by Selles et al.[11] for similar specimens deformed under steady load up to the beginning of the tertiary creep stage.

Once the coalescence phenomenon is completed, voids are no longer flat cylindrical volumes of less dense matter and can be clearly characterized as penny-shaped and individual cavities. These cavities and their arrangements in the spherulitic microstructure are examined below.

3.3. Voids Arrangement within the Spherulitic Microstructure. *3.3.1. Different Regions of a Spherulite.* Figure 4 represents a diagram of a longitudinal view (rz plane), related to a deformed spherulite encountered in semicrystalline polymers under tension (indifferently; polyamide, polypropylene, polyethylene, etc.). Initially, in the undeformed state, spherulites are similar to polygonal and multisided objects. However, they are generally idealized and defined as spheres. While the macroscopic engineering strain increases during the tensile test, spherulites are also subjected to tensile drawing. Thus, in longitudinal planes parallel to the loading direction (Figure 4), they can be represented with an elliptical contour. For the sake of clarity, several regions have been defined within these deformed spherulites. North and south poles denote extremities of the spherulite along the loading direction. Polar fan domains have been divided into north and south regions by Laiarinandrasana et al.[19] in a study devoted to PP and PA6 materials. These areas can be represented by cones the bases of which are located at one pole and that converge toward the center of the spherulite. In a circumferential plane ($r\theta$ plane), perpendicular to the loading direction, spherulites have a circular shape. The circumferential plane that contains the center of the spherulite is denoted as the equatorial plane. The region represented in red in Figure 4 corresponds to the equatorial region of the spherulite and is denoted as the equatorial disk due to its circular boundary. The other areas, represented in green in Figure 4, are mainly constituted by lamellae rotated by about 45° with respect to the loading direction. These areas are denoted as the diagonal domains.

3.3.2. Voiding State 2 mm Apart from the Neck (Scan B): Polar Fans or Equatorial Rings. In scan B, two main mechanisms and cavities arrangements have been observed separately. Figure 5a displays, in 2D, by a longitudinal view (left) and in 3D (right) voids arranged in two conical columns parallel to the loading direction called polar fans.[15,16] Cavities are cylindrical and separated by walls of matter. The circular base of these voids is perpendicular to the loading direction and their diameters (length along the radial direction) are larger than their heights (lengths along the axial direction). The diameter of voids increases from the center of the spherulite to its north/south pole, forming two conical voided zones in the north and south polar fan domains (Figure 4). North and south voided fans[19] are not systematically observed simultaneously. In both scans A and B it is possible to observe voids showing only north or south fans, the other polar region of the spherulite remaining intact. Such an arrangement has also been observed

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

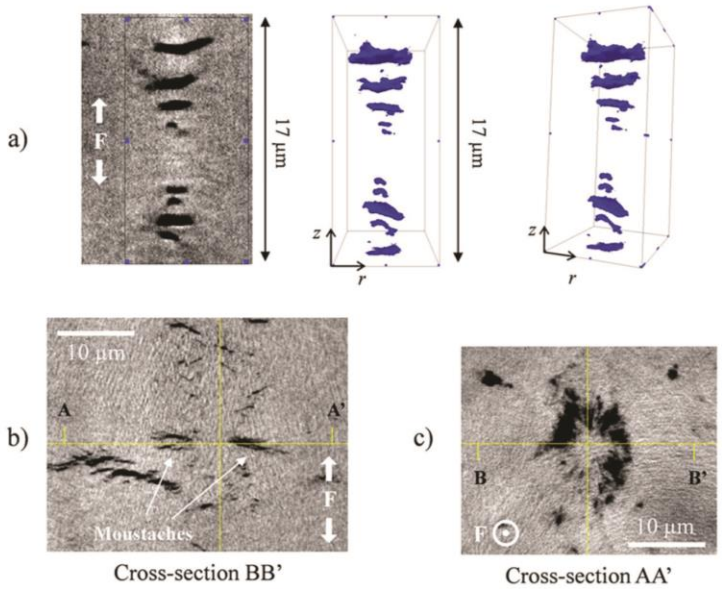


Figure 5. Scan B: (a) longitudinal (left) and 3D perspective views (right) of a polar fan; equatorial voiding observed (b) in the *rz* plane and (c) in the *rθ* plane.

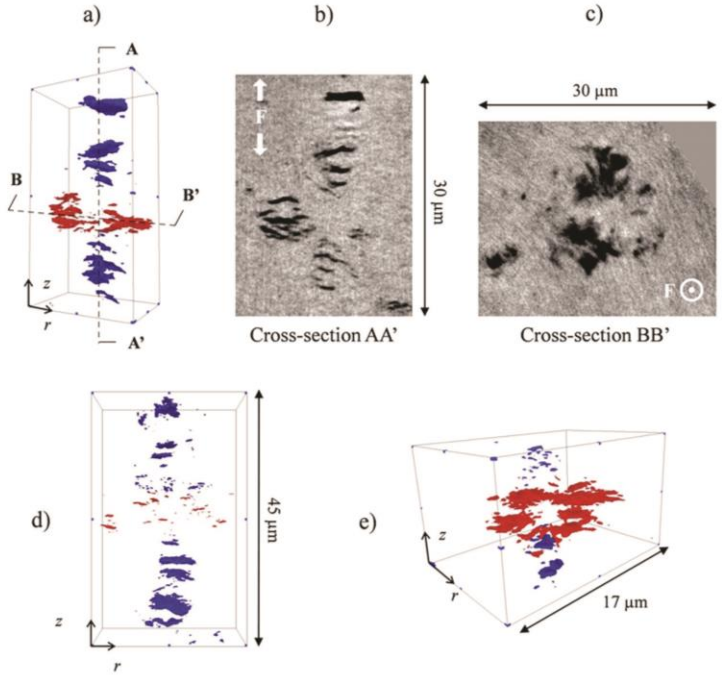


Figure 6. Scan A: (a) 3D view of multiple voided sites in the same spherulite; (b) corresponding longitudinal view of this arrangement; (c) corresponding circumferential view of this arrangement; (d) 3D view of voided polar fans (blue) with nascent equatorial voids; (e) 3D view of a voided equatorial ring (red) with nascent voids in the polar region.

by Laiarinandrasana et al.[10] in the extended neck of a smooth round bars made of the same PA6 material. The polar fan structure was the same but voids had undergone an extension along the loading direction, and their diameters were almost equal to their heights. This kind of voiding mechanism that takes place in the polar regions of spherulites has also been observed by Henning et al.[22] and Laiarinandrasana et al.[19] in PP. Between the north and south fans that form the two conical voided zones, an intact area (with no visible cavities) has been identified. This volume is located at the center of the spherulite and thus is called the unvoided center.

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

Table 2. Characteristic Lengths and Deformations of Polar Fans, Equatorial Rings, and Unvoided Centers: Mode Values

	biggest cavity		unvoided center		voided zone		intervoid
	H_c	D_c	H_{uc}	D_{uc}	H_{pf}	D_{er}	H_{iv}
scan A	0.6	4.5	8.5	3.75	21.5	16.5	2.
scan B	0.6	3.0	6.75	4.25	17.5	8.5	1.4
radial deformation ε_r		0.5		−0.12		0.94	
axial deformation ε_z	0.0		0.26		0.23		0.43
volume variation $\Delta V/V_0$	1.0		0.02				

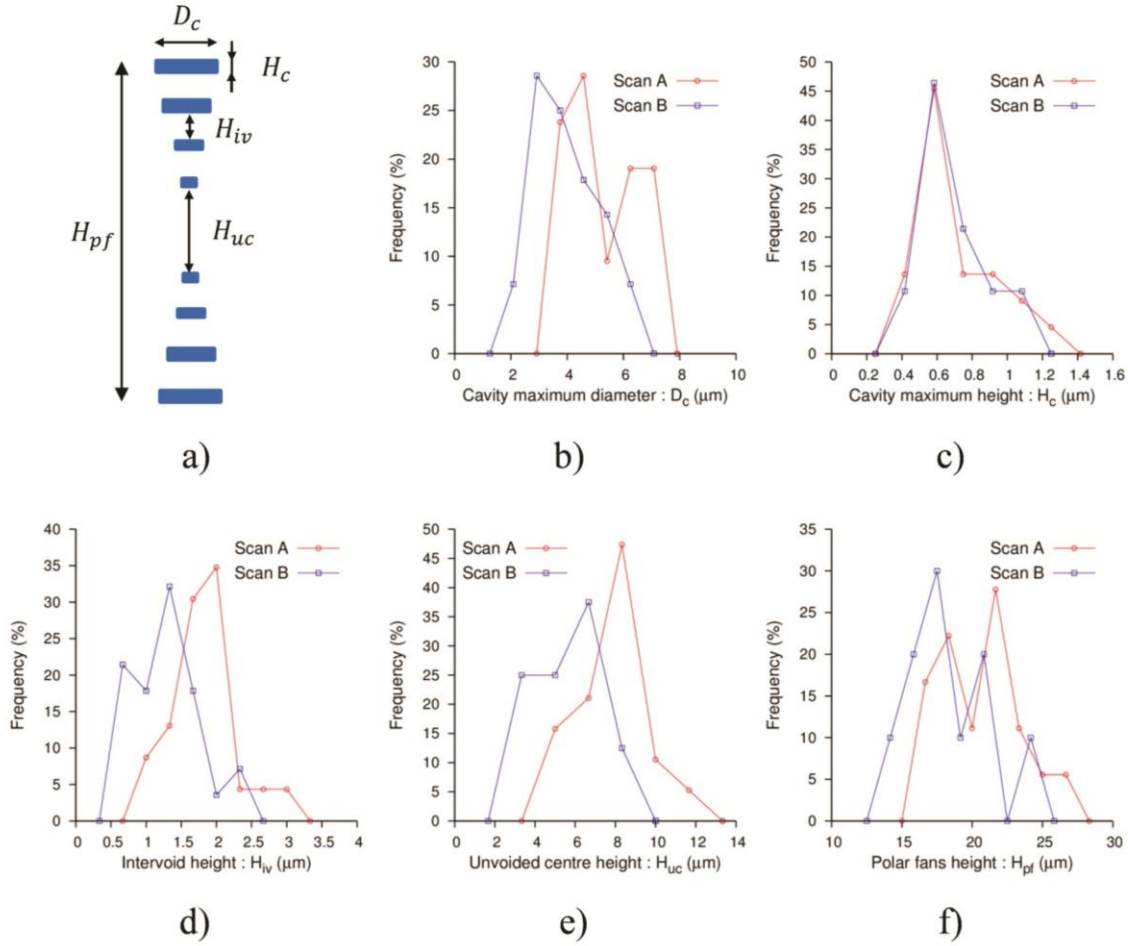


Figure 7. (a) Characteristic lengths of polar fans. Histograms for scans A and B of (b) cavity maximum diameter (D_c); (c) cavity maximum height (H_c); (d) intervoid height (H_{iv}); (e) unvoided center height (H_{uc}); (f) polar fans height (H_{pf}).

Another mechanism has been characterized in the circumferential plane (Figure 5c) by an unvoided circular center, surrounded by a diffuse and annular voided zone that converges toward this center. In the following, this kind of cavitation pattern will be denoted as equatorial rings because it occurs in the equatorial disk of the spherulites. In the *rz* plane (Figure 5b), voids are arranged as moustaches on both sides of the intact center. Numerous authors have studied other semicrystalline polymers, PVDF[2] and PP[2,3] for instance, and have observed that cavitation took place in the equatorial amorphous phase of the spherulite, before yielding. They have also linked the whitening phenomenon in PP to confined groups of nanovoids in the equatorial disk of the spherulites.[24,25] Finally, these equatorial rings are characterized by an unvoided and circular center surrounded by a diffuse and annular voided area in the $r\theta$ plane and by voids arranged in stripes on both sides of the unvoided center in the *rz* plane.

3.3.3. Voiding State in the Neck (Scan A): Multiple Voided Sites in the Same Spherulite. Scan A has been centered on the revolution axis and located in the necking area, where the specimen diameter was the lowest and where V_f was maximum. The voiding state was more advanced in scan A than in scan B where the two main cavitation mechanisms, polar fans and equatorial rings, have been observed separately. Figure 6a displays, in 3D, a combined configuration: polar fans (blue) and equatorial rings (red) have been observed simultaneously

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

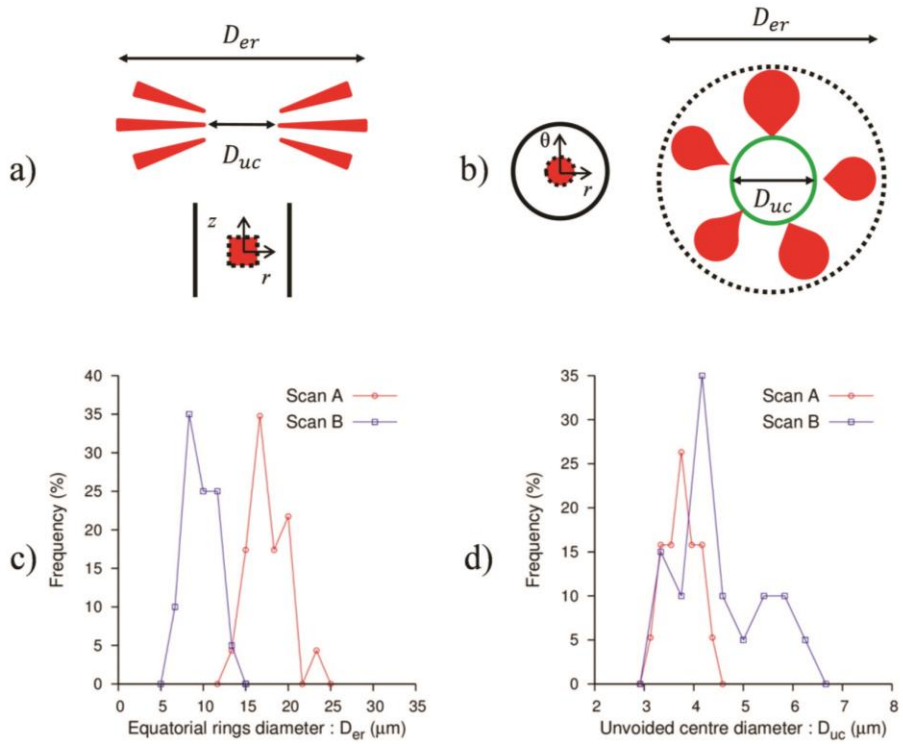


Figure 8. Characteristic lengths of equatorial rings. (a) Sketching in longitudinal view (rz plane). (b) Sketching in circumferential view ($r\theta$ plane). Histograms for scans A and B of (c) equatorial rings diameter (D_{er}). (d) Unvoided center diameter (D_{uc}).

within the same spherulite. Figures 6b and 6c display respectively the corresponding longitudinal and circumferential 2D slices. However, no predefined scenario has been identified. Indeed, the three following scenarios have been observed: (i) polar fans and equatorial rings develop simultaneously (Figure 6a); (ii) polar fans develop first and then equatorial rings appears (Figure 6d); (iii) equatorial rings develop first and then polar fans appear (Figure 6e). This kind of combined voiding had already been observed by Galeski et al.[26] in deformed bulk PA6 using transmission electron microscopy. Cavities had been found in the equatorial disks of spherulites, between crystalline lamellae and in the polar parts between broken lamellae. Finally, cavitation took place in the region of the spherulite under tension, where lamellae were parallel to the tensile axis (polar regions) or perpendicular to the tensile axis (equatorial disks). In the zones subjected to compression or shear, typically diagonal and intermediate domains (Figure 4), lamellae are rotated at 45°, and cavitation has not been observed. For instance, Aboulfaraj et al.[27] have studied spherulitic structure of PP and have observed, by SEM, cavitation under tensile loading and no cavitation under shear loading. The same phenomenon has been noticed by G'sell et al.,[28] also in PP.

3.4. Quantitative Study of Voiding Mechanisms. Polar fans and equatorial rings as cavitation features in spherulites have been described qualitatively in the previous section. In this section, these specific voids arrangement will be studied quantitatively. In scans A and B (volumes of 110 μm^3) more than 20 voided spherulites have been identified thanks to the patterns presented in the previous sections. They have been studied individually by the characteristic lengths of polar fans, equatorial rings, and unvoided centers (described in the following subsections). The results from scans A and B have been compared to highlight the evolution along the revolution axis of these characteristic lengths. Heights stand for dimensions along the loading direction and diameters for dimensions of circular patterns perpendicular to the loading direction. The mode value of the statistical data recorded for each characteristic dimension, corresponding to the value with the maximum frequency, has been chosen to depict the population of voids pattern and their dimensions in each scan. These results are summarized in Table 2. In scan C, the voiding state was not advanced enough, and the patterns of equatorial rings or polar fans have not been observed.

3.4.1. Polar Fan Arrangement. Figure 7a displays a complete schematic polar fan with north and south voided fans based on the observations of the real voids arrangement, presented in Figure 5a. D_c and H_c represent respectively the diameter and the height of the biggest individual and cylindrical cavity of the conical voided column. These cavities are located at the poles of the spherulites. In Figures 7b and 7c, respectively, histograms of D_c and H_c for the population of polar fans encountered in scans A and B have been superimposed. The histograms are centered on the mode value. For D_c, the mode value increases from 3.0 μm in scan B to 4.5 μm in scan A whereas the mode value of H_c is 0.6 μm for both scans A and B. The height of polar fans biggest cavities remains constant along the revolution axis of the specimen and its diameter exhibit a gradient: D_c is maximum within the neck (in scan A) and decreases when the position of the scan is shifted along the revolution axis (in scan B).

H_{iv} stands for the height of the intervoids: the walls of matter that separate voids in polar fans. A single (north or south) fan is

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

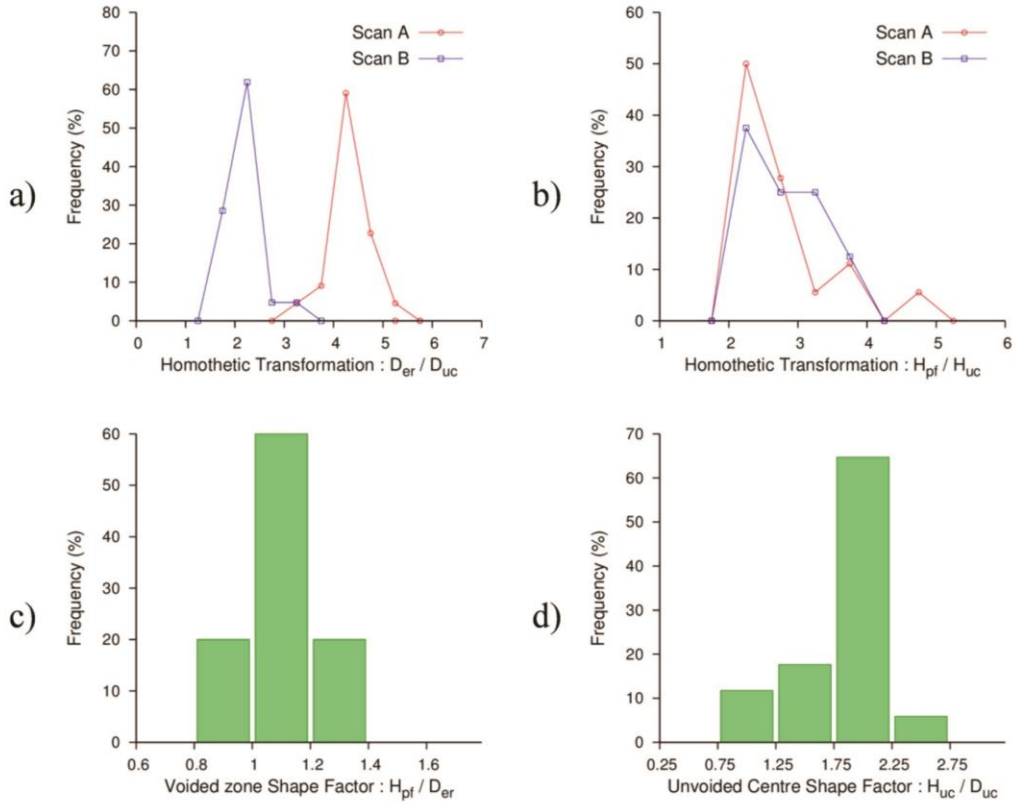


Figure 9. Histograms of (a) proportional relation (D_{er}/D_{uc}) and (b) proportional relation (H_{pf}/H_{uc}). (c) Voided zones shape factor (H_{pf}/D_{er}). (d) Unvoided centers shape factor (H_{uc}/D_{uc}).

constituted of 4 or 5 individual cavities, and H_{iv} is defined as the mean value of intervoid heights in a single fan. Figure 7d displays histograms of H_{iv} for scans A and B. The mode value is higher for polar fans located in scan A (2.0 μm) than for polar fans in scan B (1.4 μm).

H_{uc} is the height of the unvoided center, i.e., the distance between the last cavities of the voided cones, at the summit of north and south fans. In Figure 7e histograms of unvoided centers height (H_{uc}) are plotted for polar fans located in scans A and B. The intact volumes at the center of the voided spherulites located in scan A are more extended in the loading direction (mode value of 8.5 μm for H_{uc}) than the intact volumes at the center of the voided spherulites in scan B (mode value of 6.75 μm for H_{uc}).

H_{pf} represents the height of the complete polar fan, that is, the distance between the biggest cavity of the north fan and the biggest cavity of the south fan. The mode value of H_{pf} increases from 17.5 μm in scan B to 21.5 μm in scan A (Figure 7f). The height of the voided zones in the polar and longitudinal region of the spherulites is maximal within the nascent neck.

3.4.2. Equatorial Ring Arrangement. Figures 8a and 8b display respectively schematic equatorial rings represented in longitudinal (moustaches like voids arrangement) and circumferential views (annular voided zones). These diagrams have been respectively based on the qualitative observations of cavities arrangement in the equatorial disks of the spherulites presented in Figures 5b and 5c. The equatorial voided zone represented in red, also called equatorial rings, and the unvoided center, represented in green, present circular shapes in the circumferential view, and their diameters are respectively denoted D_{er} and D_{uc}.

In Figures 8c and 8d, respectively, histograms of D_{er} and D_{uc} are compared for populations of spherulites voided in their equatorial disks within scans A and B. The mode value of D_{er} is 16.5 μm for scan A and 8.5 μm for scan B. In scan B, the voided zone in the equatorial plane of the spherulites is less extended than in scan A. From scan B to A, porosity has progressed circumferentially in the equatorial part of the spherulite. Regarding the histogram of unvoided centers diameter (Figure 8d), the two distributions are centered on the mode value of 3.75 μm for scan A and 4.25 μm for scan B. The diameter of the intact volume at the center of the voided spherulites has slightly decreased from scans B to A.

3.4.3. Homothetic Relationships. Equatorial rings diameter (D_{er}) and unvoided centers diameter (D_{uc}) have been recorded for scans A and B. The ratio between these two diameters (D_{er}/D_{uc}) is reported for each voided spherulite, and a proportional relation between D_{er} and D_{uc} has been identified and described by the histograms in Figure 9a. Indeed, these distributions present sharply peaked modal values. 60% of the voided spherulites in scan A present a ratio (D_{er}/D_{uc}) of 4.25. 65% of the voided spherulites in scan B have a ratio (D_{er}/D_{uc}) of 2.25. At a given location, voids tend to have the same shape in the equatorial part of the spherulites: the diameter of the equatorial voided areas is 4.25 (respectively 2.25) times higher than the diameter of the unvoided volume at the center of these

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

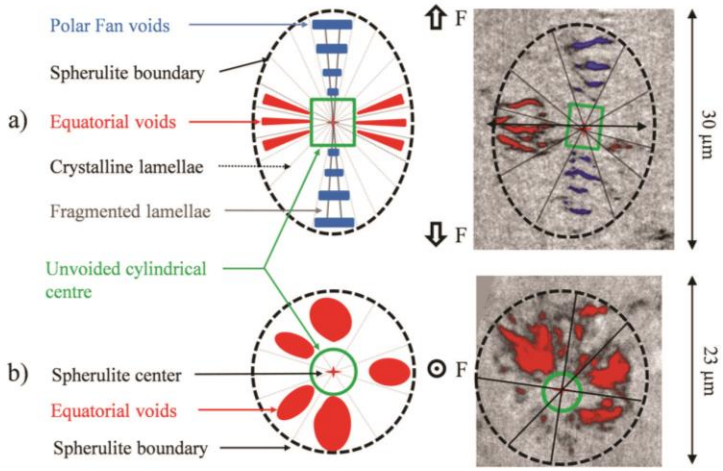


Figure 10. Diagrams of void arrangements within a deformed spherulite: (a) longitudinal view (rz plane); (b) circumferential view ($r\theta$ plane).

spherulites in scan A (respectively in scan B). Finally, the factor of proportionality between D_{er} and D_{uc} (4.25 in scan A and 2.25 in scan B) can be considered as an indicator of the voiding state progress within the material, especially in the equatorial plane of the spherulites.

The longitudinal parts of the voided spherulites, along the z-axis, have been studied in Figure 7 for scans A and B. The proportional relation between H_{pf} and H_{uc} is highlighted for polar fans located in scans A and B by histograms of the ratio H_{pf}/H_{uc} (Figure 9b). More than 50% of the voided spherulites present a ratio (H_{pf}/H_{uc}) of 2.25 in scan A. 40% of the voided spherulites have the same ratio (H_{pf}/H_{uc}) of 2.25 in scan B. The different domains (north and south voided fans domains and intact volume) are subjected to similar deformation along the loading axis from scan B to scan A, and the height of polar fans is 2.25 times higher than the height of the unvoided centers in spherulites observed in both scans A and B.

Finally, the frequencies of mode values for the ratios (H_{pf}/H_{uc}) and (D_{er}/D_{uc}) are higher than the ones obtained for the characteristic lengths considered individually in Figures 7 and 8. Studying these ratios reduces the impact of the experimental dispersion on spherulites initial sizes: the bigger the spherulite, the larger the intact center and the bigger the volume subjected to cavitation phenomena. Indeed, the diameter (respectively the height) of the voided zone is proportional to the diameter (respectively the height) of the unvoided center in a deformed spherulite.

3.4.4. Shape Factors: In the Neck at the Peak Stress (Scan A). As mentioned previously, mixed cavitation patterns (both polar fans and equatorial rings) have been observed in scan A (Figure 6a). Whereas, in scan B, spherulites have been identified as voided only in their equatorial plane or in their polar regions, and the mixed cavitation pattern has not been observed.

Figures 9c and 9d display respectively histograms of voided zones and unvoided centers shape factors defined as the ratio between their height and diameter (respectively H_{pf}/D_{er} and H_{uc}/D_{uc}). 60% of the deformed spherulites are characterized by a voided zone with a shape factor of 1.1. Heights are larger than diameters, and voided zones are elongated along the loading direction. The same trend has been observed for unvoided centers: 65% of the intact volumes at the center of the voided spherulites have a shape factor around 2 and are stretched along the loading direction. Working with shape factors has resulted in very high frequencies for the mode values and has reduced the impact of experimental dispersions.

4. DISCUSSION

4.1. Local Deformations. From the characteristic lengths of voided spherulites identified in scans A and B, local deformations of voids, voided zones (polar fans and equatorial rings), and intact volumes of matter (unvoided centers and intervoids) can be computed between these two different voiding states. Indeed, the voiding state in scan B can be considered as anterior as the voiding state in scan A. The results are given in Table 2.

The local radial deformation (ε_r) is computed from mode diameter evolution of the biggest cavities (D_c), unvoided centers (D_{uc}), and equatorial rings (D_{er}) that have circular shapes in circumferential planes. ε_r is defined as the engineering strain from mode lengths in scan B to mode lengths in scan A: $\varepsilon_r = (D_A - D_B)/D_B$. D_A and D_B stand respectively for the mode diameter of the considered "object" (cavity, unvoided center or equatorial ring) in scans A and B. With this definition of the radial deformation, the mode lengths in scan B are considered as the gauge lengths. Radial deformations of the biggest cavities of the polar fans and of equatorial rings are respectively 0.5 and 0.94 and are positive: voids grown radially from scan B to scan A. On the other hand, unvoided centers have undergone a small shrinkage in diameter due to the uniaxial load applied. The radial deformation is negative and equal to −0.12. Locally, cavitation features can be related to volumetric deformation and are subjected to radial extension from scan B to scan A while the intact volumes at the center of the spherulites, and thus the safe matter, are subjected to radial contraction due to the macroscopic state of strain.

The local axial deformation (ε_z) is computed from mode heights evolution of biggest cavities (H_c), unvoided centers (H_{uc}), intervoids (H_{iv}), and polar fans (H_{pf}). Axial deformation is defined similarly to the radial deformation as an engineering strain from mode lengths in scan B to mode lengths in scan A, mode heights in scan B being the gauge lengths. $\varepsilon_z = (H_A - H_B)/H_B$. H_A and H_B stand respectively for the mode height of the considered "object" in scans A and B. Axial deformation of

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

the biggest cavities at the poles of the spherulites is zero. For the unvoided centers and the intervoids, the axial deformation is positive and of the same order (respectively 0.26 and 0.43). From scan B to scan A, the safe matter is subjected to local axial stretching. Finally, the axial deformation of the polar fans ($\varepsilon_z(H_{pf})$ = 0.23) is due to the axial deformations of its "components": unvoided center, intervoids, and cavities.

Both radial and axial deformations are known for the biggest cavities of the polar fans and for the unvoided volume at the center of the spherulites. The geometry of these objects being circular in the $r\theta$ plane, the problem can be considered as axisymmetric and ε_θ is assumed to be equal to ε_r. Finally, the volume change (defined as the trace of the strain tensor) can be calculated from

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \varepsilon_z + 2\varepsilon_r$$

For the unvoided centers of the spherulites, the volume change between scan B and scan A is equal to 0.02 (Table 2), and these objects have almost endured an isochoric deformation. This quantitative result is in good accordance with the qualitative observations: there is a cylindrical volume at the center of the deformed spherulites with no visible voids up to the peak stress. For the biggest cavity of the polar fans, the volume change between scan B and scan A is positive and equal to 1.0 (Table 2). Individual and cylindrical voids produced by coalescence are then subjected to a volumetric growth phenomenon: up to the peak stress, the diameter increases while the height remains constant.

4.2. Sketching of Voids Arrangement within the Spherulitic Microstructure: In the Neck at the Peak Stress (Scan A). The two main mechanisms of voiding and their localization within the deformed spherulites have been presented in the previous sections. It has been highlighted that the voided zones progress radially in the equatorial plane of the spherulites from scan B to scan A and that both polar fans and equatorial rings could be found in the same voided spherulite. A theoretical illustration of these phenomena is proposed in Figure 10, and this representation has been compared with real cavitation patterns. In the longitudinal view (Figure 10a) the deformed spherulite has an elliptical shape, stretched longitudinally along the loading direction. The polar fan is represented in blue by flattened cylindrical cavities the circular bases of which are perpendicular to the loading direction. These individual cavities are organized in two conical columns called north and south polar fans that converge toward the center of the spherulite. The biggest cavities are located at the poles of the spherulite (see Figure 4). Moreover, the organization and the orientation of the crystalline lamellae within the spherulites play a major role in the micromechanisms of deformation and cavitation within semicrystalline polymers. In the north and south polar domains, lamellae are parallel to the loading direction and break under the tensile stress applied. Penny-shaped cavities then appear between the fragmented crystals. They are formed in the amorphous phase that has filled the empty space left between the fragments of lamellae.[15] The intact volume at the center of the spherulite has a rectangular shape in the longitudinal view, and on both its sides (in the equatorial part of the spherulite) the equatorial rings have been represented by red stripes that converge toward the center of the spherulite. In the equatorial disks of the spherulites, crystalline lamellae are oriented perpendicularly to the loading direction and are separated by the tensile forces applied. Cavitation takes place, once again, in the interlamellar amorphous phase subjected to this tensile loading.[26,29] In the circumferential view (Figure 10b), the spherulite and its unvoided center have circular shapes. In 3D, the spherulite has a spheroidal shape elongated along the loading axis,[25] and the unvoided center can be considered as a cylinder with a circular base perpendicular to the loading direction. In the diagonal domains of the spherulites (Figure 4), subjected to shear loading, no voiding phenomena have been identified. Finally, in semicrystalline polymers, voids seem to develop within the spherulite, in an amorphous phase free to deform between broken or separated crystalline lamellae, subjected to tensile loading.

These observations could also be linked to the presence of an intact volume (with no visible voids) at the center of the spherulite. This cylindrical volume is deformed, stretched along the loading direction (H_{uc}/D_{uc} = 2 in scan A) but not voided. Voiding mechanisms taking place in the intraspherulitic amorphous phase; the authors suppose that the center of the spherulite is characterized by a higher local density of crystals and thus by a higher local crystallinity index than the other parts of the spherulite. The intralamellar amorphous phase at this location is not extensive and very constrained. This specific organization could be responsible for the quasi-isochoric deformation process of a volume (considered as initially spherical, as the whole spherulite itself) at the center of the spherulite with no visible cavitation.

Moreover, the size of the spherulites investigated also seems to play a key role in these cavitation mechanisms. Thomas et al.[30] have observed in a polybutene that large spherulites were subjected to intense cavitation and crazing whereas very little cavitation if any were observed within small spherulites. In scan A, the diameter of the voided zones is between 12 and 25 μm and their height between 15 and 28 μm. These lengths are much greater than the mean diameter of the spherical spherulite identified in the undeformed material (5 μm). Thus, voiding micromechanisms occurred preferably in big spherulites. The authors believe that little spherulites have an organization close to the one supposed in the unvoided center of the big spherulites, the density of crystals being high and the amorphous phase being not extensive enough and too much constrained to cavitate.

5. CONCLUSION

Smooth specimens in the form of round bars made of semicrystalline polyamide 6 (PA6) have been deformed under steady strain rate up to 50%, 75%, and 100% of the value of the engineering peak stress. The microstructure and the voiding state in these deformed samples have been observed in 3D at the European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) with a resolution of 50 nm thanks to the magnified holotomography technique. This improved resolution has permitted the assessment of the early stages of cavitation in an unprecedented way.

In specimens submitted to monotonic tensile tests interrupted before the peak stress, only the population of pre-existing voids (spherical voids with a diameter between 0.1 and 0.5 μm) and very few clusters of nanometric voids have been observed. In the specimen deformed up to the peak stress, the coalescence phenomenon of a population of nanometric voids has been observed in the neck, leading to clusters of nanovoids and to cylindrical volumes of less dense matter than

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

the unvoided matrix. It finally results in the creation of individual and micrometric voids that can be assimilated to flat cylinders the circular basis of which are perpendicular to the loading direction.

The high resolution reached here has also allowed the study of the cavities arrangement within the spherulitic microstructure of the PA6. In the nascent neck, two main cavitation mechanisms have been observed simultaneously in a volume called scan A. Stacks of cylindrical voids, separated by walls of matter (intervoids), arranged in two conical columns parallel to the loading direction and separated by an unvoided cylindrical volume, have been observed and are called polar fans. Indeed, this phenomenon takes place in the polar regions of the spherulites. The other voiding process occurs in the equatorial disk of the spherulites and is called the equatorial ring: it consists in a diffuse and annular voided area that surrounds the intact volume located at the center of the spherulite. In a volume called scan B, shifted 2 mm away from the neck along the revolution axis of the specimen, the voiding state was less advanced, and the two mechanisms presented before have been observed separately. Finally, the diagonal domains of the spherulites (where the crystalline lamellae are rotated at about 45° with respect to the loading direction) are subjected to shear loading, and no voiding phenomena have been identified in these areas.

The characteristic dimensions of polar fan and equatorial ring arrangements have been evaluated in scans A and B. Voiding features (equatorial rings and biggest cavities of a polar fan) radial growth, seen from scans B to A, illustrates how the cavitation state progresses. The intact volumes of matter (unvoided cylindrical volumes at the center of the spherulite and intervoids in polar fans) are subjected to local axial stretching from scans B to A. Moreover, in both scans A and B, in a given deformed spherulite, the dimensions (diameter and height) of the voided zone are proportional to the dimensions of the intact volume at the center. They are correlated with the size of the spherulite and to the voiding state. In the neck (scan A), it is also possible to define shape factors (ratio between height and diameter) of the voided area (1.1) and of the unvoided volume at the center of the spherulite (2). These shape factors are greater than 1, and the objects inspected are stretched along the loading direction, according to the macroscopic deformation applied.

■ AUTHOR INFORMATION

Corresponding Author

*(N.S.) E-mail: nathan.selles@mines-paristech.fr.

ORCID

Peter Cloetens: 0000-0002-4129-9091

Notes

The authors declare no competing financial interest.

■ ACKNOWLEDGMENTS

The authors acknowledge ESRF for beamtime in experiment MA1647 and Anthony Bunsell for scientific and technical discussions.

■ REFERENCES

(1) Laiarinandrasana, L.; Morgeneyer, T.; Proudhon, H.; Regrain, C. Damage of semicrystalline polyamide 6 assessed by 3D X-ray tomography: From microstructural evolution to constitutive modeling. *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* **2010**, *48*, 1516−1525.

(2) Castagnet, S.; Girault, S.; Gacougnolle, J.; Dang, P. Cavitation in strained pvdf: mechanical and x-rays experimental studies. *Polymer* **2000**, *41*, 7523−7530.

(3) Challier, M.; Besson, J.; Laiarinandrasana, L.; Piques, R. Damaged and fracture of polyvinylidene fluoride (PVDF) at 20°C: Experiments and modelling. *Eng. Fract. Mech.* **2006**, *73*, 79−90.

(4) Schirrer, R.; Fond, C.; Lobbrecht, A. Volume change and light scattering during mechanical damage in polymethylmethacrylate toughened with core-shell rubber particules. *J. Mater. Sci.* **1996**, *31*, 6409−6422.

(5) Rolland, H.; Saintier, N.; Robert, G. Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during *in situ* micro-tomography tensile tests. *Composites, Part B* **2016**, *90*, 365−377.

(6) Boisot, G.; Laiarinandrasana, L.; Besson, J.; Fond, C.; Hochstetter, G. Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11. *Int. J. Solids Struct.* **2011**, *48*, 2642−2654.

(7) Schirrer, R.; Lenke, R.; Boudouaz, J. Study of mechanical damage in rubber-toughened Poly(Methyl Methacrylate) by single and multiple scattering of light. *Polym. Eng. Sci.* **1997**, *37*, 1748−1760.

(8) Gehant, S.; Schirrer, R. Multiple light scattering and cavitation in two phase tough polymers. *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* **1999**, *37*, 113−126.

(9) Humbert, S.; Lame, O.; Chenal, J. M.; Rochas, C.; Vigier, G. New insight on initiation of cavitation in semicrystalline polymers: in-situ SAXS measurements. *Macromolecules* **2010**, *43*, 7212−7221.

(10) Laiarinandrasana, L.; Morgeneyer, T.; Proudhon, H.; N'Guyen, F.; Maire, E. Effect of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by X-ray tomography. *Macromolecules* **2012**, *45*, 4658−4668.

(11) Selles, N.; Nguyen, F.; Morgeneyer, T. F.; Proudhon, H.; Ludwig, W.; Laiarinandrasana, L. Comparison of voiding mechanisms in semi-crystalline Polyamide 6 during tensile and creep tests. *Polym. Test.* **2016**, *49*, 137−146.

(12) Selles, N.; Saintier, N.; Laiarinandrasana, L. Voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during creep tests assessed by damage based constitutive relationships and finite elements calculations. *Int. J. Plast.* **2016**, *86*, 112−127.

(13) Cheng, Y.; Laiarinandrasana, L.; Helfen, L.; Proudhon, H.; Klinkova, O.; Baumbach, T.; Morgeneyer, T. F. 3D Damage Micromechanisms in Polyamide 6 Ahead of a Severe Notch Studied by In Situ Synchrotron Laminography. *Macromol. Chem. Phys.* **2016**, *217*, 701−715.

(14) Poulet, P. A.; Hochstetter, G.; King, A.; Proudhon, H.; Joannes, S.; Laiarinandrasana, L. Observations by in-situ X-ray synchrotron computed tomography of the microstructural evolution of semi-crystalline Polyamide 11 during deformation. *Polym. Test.* **2016**, *56*, 245−260.

(15) Pawlak, A.; Galeski, A. Cavitation during tensile deformation of Polypropylene. *Macromolecules* **2008**, *41*, 2839−2851.

(16) Pawlak, A.; Galeski, A. Cavitation and morphological changes in polypropylene deformed at elevated temperatures. *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* **2010**, *48*, 1271−1280.

(17) Morgeneyer, T. F.; Proudhon, H.; Cloetens, P.; Ludwig, W.; Roirand, Q.; Laiarinandrasana, L.; Maire, E. Nanovoid morphology and distribution in deformed HDPE studied by Magnified Synchrotron Radiation Holotomography. *Polymer* **2014**, *55*, 6439−6443.

(18) Regrain, C.; Laiarinandrasana, L.; Toillon, S.; Saï, K. Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer: constitutive relations and finite element implementation. *Int. J. Plast.* **2009**, *25*, 1253−1279.

(19) Laiarinandrasana, L.; Selles, N.; Klinkova, O.; Morgeneyer, T. F.; Proudhon, H.; Helfen, L. Structural versus microstructural evolution of semi-crystalline polymers during necking under tension: Influence of the skin-core effects, the relative humidity and the strain rate. *Polym. Test.* **2016**, *55*, 297−309.

(20) Requena, G.; Cloetens, P.; Altendorfer, W.; Poletti, C.; Tolnai, D.; Warchomicka, F.; Degischer, H. P. Sub-micrometer synchrotron

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

tomography of multiphase metals using kirkpatrick-baez optics. *Scr. Mater.* **2009**, *61*, 760−763.

(21) Bleuet, P.; Cloetens, P.; Gergaud, P.; Mariolle, D.; Chevalier, N.; Tucoulou, R.; Susini, J.; Chabli, A. A hard x-ray nanoprobe for scanning and projection nanotomography. *Rev. Sci. Instrum.* **2009**, *80* (5), 056101.

(22) Henning, S.; Adhikari, R.; Michler, G. H.; Calleja, F. J. B.; Karger-Kocsis, J. Micromechanical Mechanisms for Toughness Enhancement in β-Modified Polypropylene. *Macromol. Symp.* **2004**, *214*, 157−172.

(23) Rozanski, A.; Galeski, A.; Debowska, M. Initiation of Cavitation of Polypropylene during Tensile Drawing. *Macromolecules* **2011**, *44*, 20−28.

(24) Farge, L.; André, S.; Pawlak, P.; Baravian, C.; Irvine, S.; Philippe, A. A study of the deformation induced whitening phenomenon for cavitating and non-cavitating semicrystalline polymers. *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.* **2013**, *51*, 826−841.

(25) Thomas, C.; Ferreiro, V.; Coulon, G.; Seguela, R. In situ AFM investigation of crazing in polybutene spherulites under tensile drawing. *Polymer* **2007**, *48*, 6041−6048.

(26) Galeski, A.; Argon, A. S.; Cohen, R. E. Changes in the morphology of bulk spherulitic nylon-6 due to plastic deformation. *Macromolecules* **1988**, *21*, 2761−2770.

(27) Aboulfaraj, M.; G'sell, C.; Ulrich, B.; Dahoun, A. In-situ observation of the plastic-deformation of polypropylene spherulites under uniaxial tension and simple shear in the scanning electron-microscope. *Polymer* **1995**, *36*, 731−742.

(28) G'Sell, C.; Dahoun, A.; Favier, V.; Hiver, J. M.; Philippe, M. J.; Canova, G. R. Microstructure transformation and stress-strain behavior of iso-tactic polypropylene under large plastic deformation. *Polym. Eng. Sci.* **1997**, *37*, 1702−1711.

(29) Keller, A.; Pope, D. P. Identification of structural processes in deformation of oriented polyethylene. *J. Mater. Sci.* **1971**, *6*, 453−478.

(30) Thomas, C.; Seguela, R.; Detrez, F.; Miri, V.; Vanmansart, C. Plastic deformation of spherulitic semi-crystalline polymers: An in situ AFM study of polybutene under tensile drawing. *Polymer* **2009**, *50*, 3714−3723.

DOI: 10.1021/acs.macromol.7b00727
Macromolecules 2017, 50, 4372−4383

5.1.2. Cavitation en fatigue

La campagne d'essais de fatigue présentée dans le chapitre précédant à la Section II.1.3 a été menée sur des éprouvettes axisymétriques quasi-lisses (Figure 2.16). Ces essais ont été menés jusqu'à rupture et aucun phénomène de striction n'a pu être observé, contrairement au cas des essais de traction monotone et de fluage.

Afin d'étudier le phénomène de cavitation en fatigue sur éprouvettes lisses, et de le comparer aux résultats en traction monotone provenant des observations en holotomographie, une éprouvette rompue en fatigue (et sollicitée à une contrainte maximale de 57 MPa) a été inspectée en tomographie au Synchrotron SOLEIL sur la ligne PSICHE. Les observations ont été effectuées dans toute la section de l'éprouvette, à 1 mm de la surface de rupture, avec une résolution de 1 µm. Mais aucune cavité n'a pas être identifiée.

Finalement, la conclusion est la même que celle déjà proposée dans le cas des éprouvettes CT : la cavitation en fatigue au sein du Polyamide 6 de l'étude est très limitée et la croissance des cavités lors de la sollicitation est très faible. De plus, cela est relié au fait que les phénomènes de striction et de blanchiment n'ont pas été observés en fatigue. En effet, ces phénomènes macroscopiques sont des manifestations à l'échelle de la structure des micro-mécanismes opérant localement que sont les phénomènes de cavitation. La croissance des cavités en fatigue étant très limitée, la striction et le blanchiment n'apparaissent pas au cours d'une sollicitation en fatigue. Les micro-mécanismes de déformation et d'endommagement sont donc similaires en traction monotone et en fluage et sont basés sur la croissance et la coalescence de porosités. Cependant, des mécanismes différents interviennent en fatigue, et le comportement à rupture doit donc aussi être différent.

5.2. Mécanismes de rupture

5.2.1. Traction monotone et fluage

Les faciès de rupture issus des essais de traction monotone et de fluage sur éprouvettes lisses et matériau conditionné à HR50, présentés au Chapitre II, ont été observés au MEB. Ces faciès sont similaires à ceux identifiés par Regrain sur le matériau sec [Regrain, 2009]. La Figure 3.70 propose des observations MEB globales de ces faciès de rupture dans le cas de la traction monotone (à gauche) et du fluage (à droite). Ces faciès sont identiques puisqu'ils présentent une zone ductile localisée au centre des éprouvettes, circulaire et centrée sur un site d'amorçage. La propagation de la rupture ductile semble donc s'effectuer depuis ce site de manière concentrique en direction de la surface de l'éprouvette. Et justement, à proximité de la surface et donc en périphérie, le faciès change et correspond à la phase de rupture finale qui est une rupture fragile.

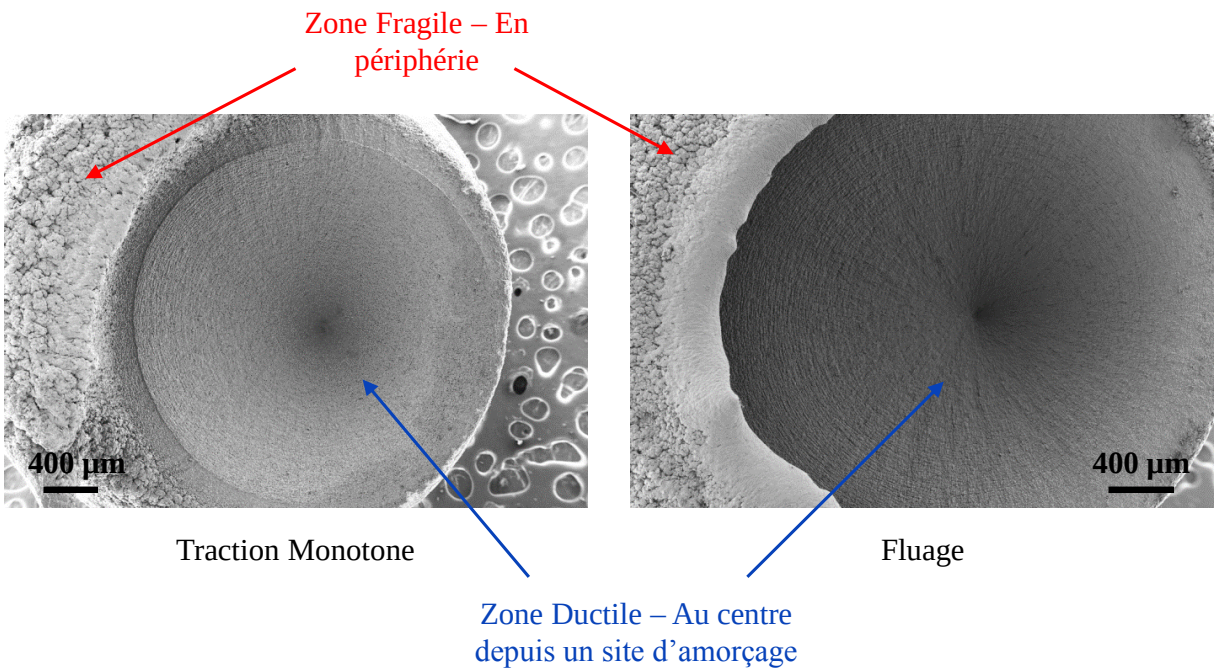


Figure 3. 70 *Observations MEB de surfaces de rupture d'éprouvettes lisses sollicitées en traction monotone et en fluage. Matériau conditionné à HR50.*

Des images MEB de ces surfaces de rupture à des échelles plus fines sont proposées sur la Figure 3.71. Ces images proviennent d'un faciès de rupture en fluage mais les mêmes phénomènes ont été observés sur les faciès d'éprouvettes rompues en traction monotone. La zone ductile est caractérisée par la présence de grosses fibrilles coniques, couchées sur la surface de rupture dans la direction de propagation et donc ici depuis le centre vers la périphérie. Ce type de faciès de rupture a été précédemment relié au développement de la cavitation sous la forme de polar-fans au cours du chargement. Ces observations sont en accord avec cette analyse car il a été établi que les cavités, au centre d'éprouvettes lisses déformées en traction monotone, étaient bien organisées en polar-fans [Laiarinandrasana et al., 2010] [Selles et al., 2017a]. Une zone intermédiaire, d'aspect granuleux est ensuite observée entre les zones ductiles et les zones fragiles. Enfin la zone fragile, localisée en périphérie de l'éprouvette laisse apparaitre la surface des sphérolites : cette phase de rupture s'effectue à travers les frontières de ces sphérolites et est donc de type inter-sphérolitique.

Finalement, les phénomènes de cavitation sont bien à l'origine de la rupture en traction monotone et en fluage de ces éprouvettes lisses. La rupture ne s'est pas initiée en surface, du fait d'un défaut, comme sur les éprouvettes NT4, mais bien au centre. Cela peut certainement s'expliquer par le fait que l'usinage des entailles circulaires est un facteur favorisant l'introduction de défaut surfacique par rapport à l'usinage plus classique d'éprouvettes lisses.

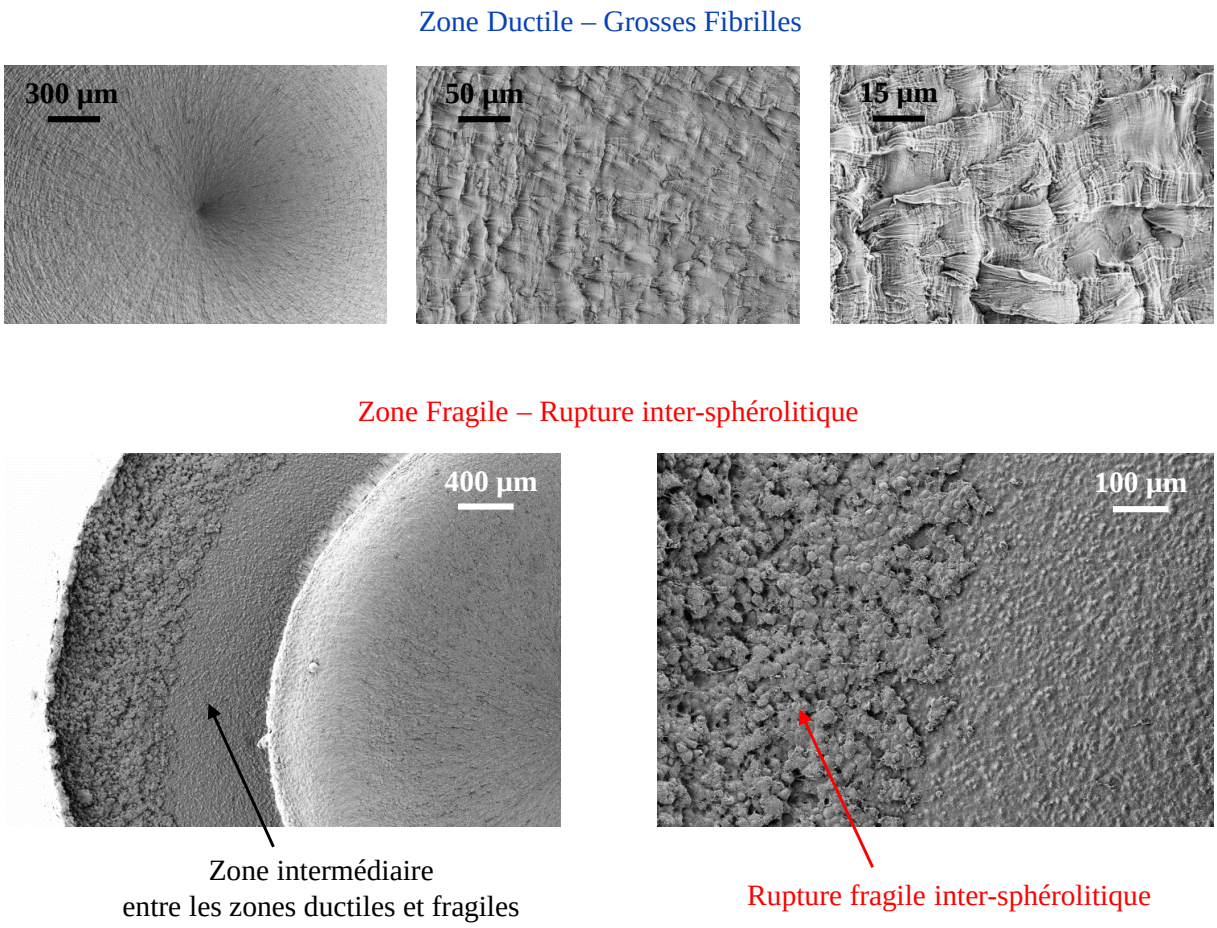


Figure 3. 71 *Observations MEB des différentes zones de la surface de rupture d'une éprouvette lisses sollicitées en fluage. Matériau conditionné à HR50.*

5.2.2. Fatigue

Les faciès de rupture issus de la campagne d'essais de fatigue sur éprouvettes lisses présentée au Chapitre II sont les mêmes quel que soit le chargement. Par ailleurs, les faciès en vis-à-vis (issus des deux parties restantes d'une même éprouvette rompue) sont strictement identiques. Le faciès de rupture de l'éprouvette sollicité à une contrainte nette maximale de 55 MPa, observé à la loupe binoculaire, est présenté sur la Figure 3.72. Et il est totalement différent de ceux observés en traction monotone et en fluage (Figure 3.70). En effet, ce faciès de rupture en fatigue est caractérisé par un amorçage de la rupture ductile situé en surface. Ce résultat n'est d'ailleurs pas surprenant car il est classique de considérer que la durée de vie en fatigue (et donc les phénomènes de rupture) est fortement dépendante de l'état de surface des éprouvettes. La zone ductile voit une propagation depuis ce site d'amorçage en périphérie vers le centre de l'éprouvette. Lorsque la zone ductile a atteint à peu près 50 % de la surface de rupture, la rupture change de régime et devient fragile : la propagation est alors brutale et rapide. Enfin, il est intéressant de noter l'existence d'une zone lisse, d'aspect plutôt ductile au sein de la zone de rupture fragile.

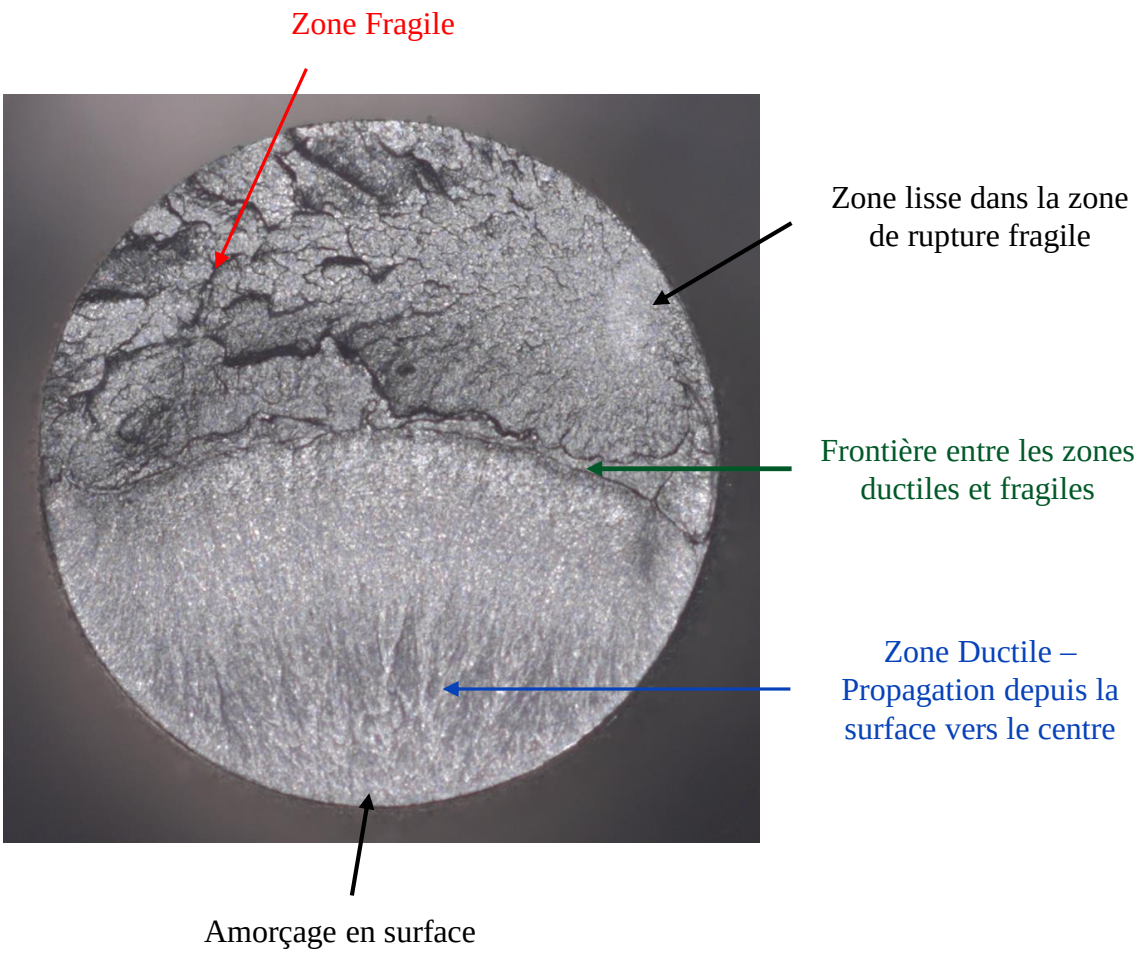
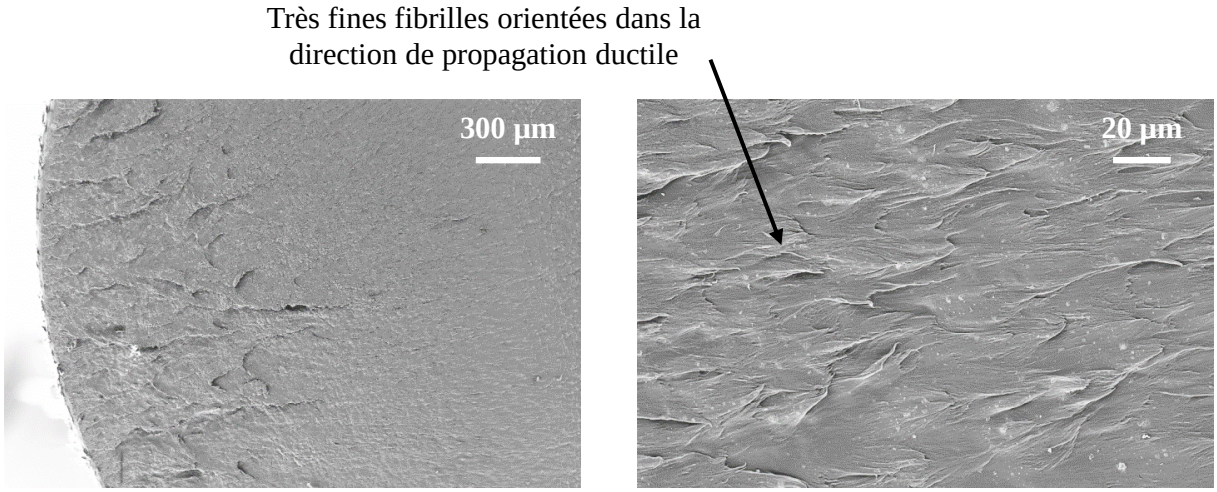


Figure 3. 72 *Observation à la loupe binoculaire de la surface de rupture d'une éprouvette lisse sollicitée en fatigue. Matériau conditionné à HR50.*

Les observations au MEB de la zone d'amorçage et de la zone de rupture ductile sont proposées sur la Figure 3.73. La zone d'amorçage en surface présente un faciès assez perturbé (Figure 3.73.a). La zone de rupture ductile est caractérisée par la présence de très fines fibrilles orientées dans la direction de la propagation, du site d'amorçage vers le centre de l'éprouvette (Figure 3.73.b). Ces fibrilles sont très différentes des très grosses fibrilles observées au sein des zones ductiles et dues à la coalescence de polar-fans voisins (Figure 3.34). Ces fines fibrilles ont déjà été observées au sein des sites ductiles circulaires localisés entre le centre et la périphérie des éprouvettes NT045 ainsi qu'au sein des cupules circulaires au centre des éprouvettes NT4 de matériau sec. Rappelons que ces types de faciès ont été reliés à la formation et au développement de macro-cavités et non pas à la coalescence en cascade de polar-fans voisins. Ainsi le scénario de rupture ductile en fatigue semble être celui de la propagation d'une fissure fine par coalescence de cavités aplaties de type oblate en pointe de fissure, de la même manière que sur l'éprouvette CT. En effet, au fur et à mesure de la coalescence (et de la propagation de la fissure ou du développement de la macro-cavité), les fines zones de matières qui reliaient les cavités retombent sur la surface de rupture.

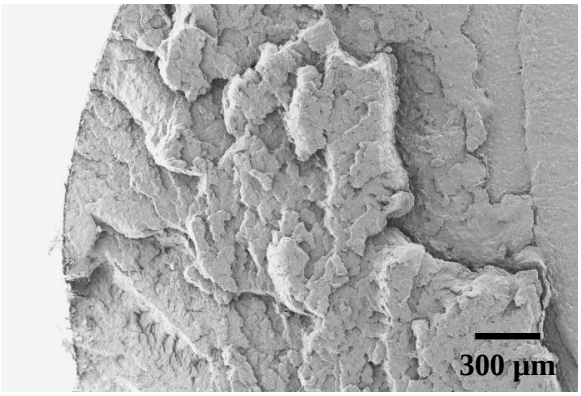


a) Amorçage en surface **b)** Zone ductile

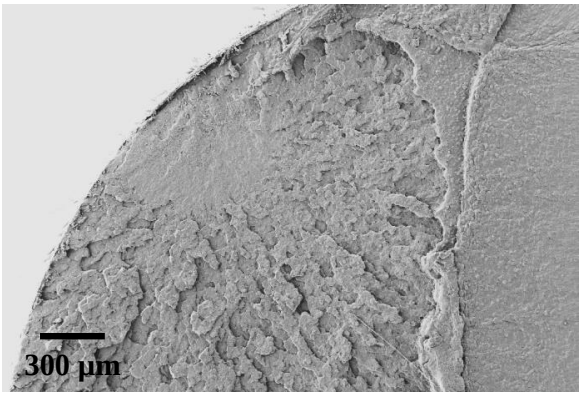
Figure 3. 73 *Observations au MEB de l'amorçage en surface (a) et de la zone ductile (b) sur la surface de rupture d'une éprouvette lisse sollicitée en fatigue. Matériau conditionné à HR50.*

Enfin, la Figure 3.74 propose des observations au MEB de la zone fragile (Figure 3.74.a), de la zone lisse au sein de la zone fragile (Figure 3.74.b) et de la zone intermédiaire (Figure 3.74.c). La zone fragile présente un faciès classique caractéristique d'une rupture inter-sphérolitique. La zone lisse au sein de la zone fragile présente un faciès plutôt ductile, de propagation depuis la surface en direction du centre de l'éprouvette. Il est possible que plusieurs amorçages se produisent plus ou moins simultanément en différents endroits de la surface de l'éprouvette. Un de ces amorçages devient ensuite l'amorçage principal (Figure 3.73.a) et conduit à une propagation de fissure ductile jusqu'à atteindre le centre de l'éprouvette et environ 50 % de la surface de rupture. Ensuite, le régime de rupture devient fragile et la rupture finale révèle la présence de cet autre (ou de ces autres) sites d'amorçage en surface. Enfin, la zone intermédiaire entre zone ductile et zone fragile présente le même faciès granuleux que pour les éprouvettes rompues en traction monotone et en fluage (Figure 3.71).

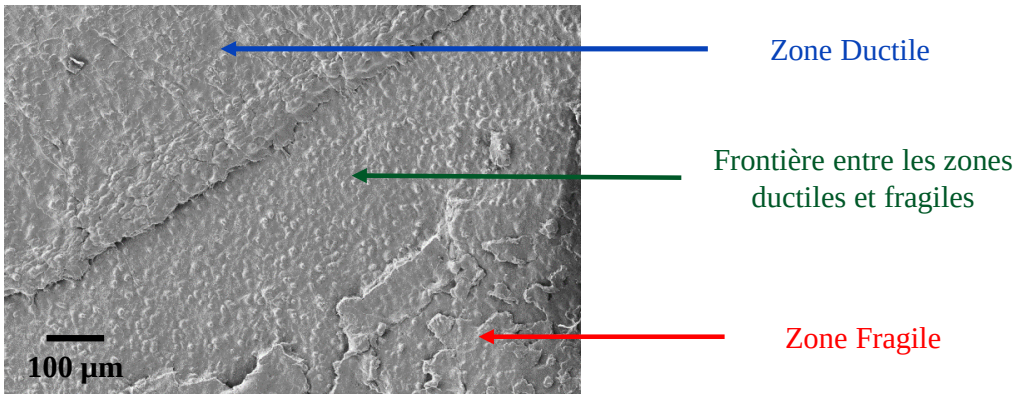
L'étude des différents faciès de rupture a donc permis de mettre en évidence l'existence de deux types de zones de rupture ductiles différents et d'un seul type de zone de rupture fragile inter-sphérolitique. Les mécanismes ductiles semblent dépendre de la morphologie des cavités dans la zone ductile : des cavités allongées dans la direction de traction et organisées en polar-fans mènent à des faciès ductiles caractérisés par de grosses fibrilles coniques alors que des cavités favorisant par coalescence l'apparition de macro-cavités et de fissures mènent à des cupules et des zones ductiles circulaires caractérisées par de très fines fibrilles. Par ailleurs, en ce qui concerne les phénomènes d'amorçage de la rupture finale, il est important de garder à l'esprit la compétition entre l'état de cavitation (souvent définis uniquement par le taux de porosité volumique) et l'état de surface.



a) Zone Fragile



b) Zone lisse secondaire au sein de la zone fragile



c) Zone Intermédiaire

Figure 3. 74 *Observations au MEB de la zone fragile (a), de la zone lisse secondaire (b) et de la zone intermédiaire (c) sur la surface de rupture d'une éprouvette lisse sollicitée en fatigue. Matériau conditionné à HR50.*

6. Conclusion

Les phénomènes de cavitation en traction monotone, fluage et fatigue au sein du matériau Polyamide 6 de l'étude pour différents états de contraintes multiaxiaux ont été caractérisés grâce aux techniques de tomographie et de laminographie à rayonnement X synchrotron. Ces techniques permettent dans un premier temps l'observation et l'analyse qualitative, en 3D, des porosités et de leurs distributions spatiales. Ensuite, le traitement des volumes acquis est basé sur un seuillage en niveau de gris qui permet de dissocier les cavités de la matrice saine puis sur l'identification et l'analyse individuelle de chaque cavité. Finalement, cette procédure et le caractère 3D des données de tomographie et de laminographie ont permis d'étudier les distributions spatiales de taux de porosité volumique, des dimensions caractéristiques des cavités considérées comme des cylindres dont la base est une ellipse perpendiculaire à la direction de sollicitation, et de leur anisotropie. Et la technique de la transformation de Fourier rapide (ou FFT en anglais pour « Fast Fourier Transformation ») a été mise en œuvre afin de conforter ces résultats. En effet, cette technique est fondée sur l'analyse directe des images brutes et son utilisation permet de s'affranchir des biais introduits par l'étape de segmentation.

Au sein des éprouvettes entaillées NT4, les états de cavitation au pic de contrainte en traction monotone et à la fin du stade secondaire en fluage sont similaires. L'équivalence établie au Chapitre II à l'échelle globale peut donc être étendue à l'échelle locale. De plus, cette équivalence concerne aussi les états précédant la rupture finale des éprouvettes, à la fin du plateau de contrainte en traction monotone et à la fin du stade tertiaire en fluage. Quel que soit l'état de déformation macroscopique, la valeur maximale du taux de porosité volumique (V_F) est localisée au centre des éprouvettes et cette valeur maximale augmente en cours de déformation en traction monotone et en fluage. Le profil parabolique inversé de V_F dans la section nette et le long de l'axe de révolution est similaire aux distributions spatiales de taux de triaxialité des contraintes proposées par Bridgman [Bridgman, 1944] et Beremin [Beremin, 1980]. Par ailleurs, au centre de ces éprouvettes entaillées NT4, considérées comme des éprouvettes à triaxialité « modérée », les cavités sont organisées en colonnes parallèles à la direction de chargement, séparées par des fines zones de matières saines, appelées « polar-fans » [Pawlak et Galeski, 2008]. De plus, les gradients et les évolutions temporelles de morphologie et d'anisotropie des cavités considérées individuellement ont été mis en évidence, quantifiés et comparés avec succès aux résultats provenant de l'analyse FFT. Enfin, les mécanismes de rupture en traction monotone et en fluage sont aussi équivalents, puisqu'ils sont les résultats des mêmes phénomènes de croissance et de coalescence de cavités. Les faciès de rupture pour ces deux types de sollicitations sont similaires. La rupture s'amorce de manière ductile au centre des éprouvettes, où le taux de porosité volumique est maximal et se caractérise par des cupules sphériques. Ensuite, la fin de la rupture en périphérie est brutale et de type fragile inter-sphérolitique.

Les états de cavitation au pic de contrainte en traction monotone et en fin de stade secondaire en fluage, quelle que soit la contrainte de fluage appliquée, sont aussi équivalents dans le cas des éprouvettes entaillées NT045. Ils sont néanmoins différents de ceux observés au sein des éprouvettes entaillées NT4 puisque la valeur maximale du taux de porosité volumique n'est plus localisée au centre de l'entaille mais entre le centre et le fond d'entaille. Plus précisément,

la cavitation s'amorce à proximité de la surface d'entaille, dans la section nette, au cours des premiers stades de déformation (avant le pic de contrainte et pendant le fluage secondaire). Ensuite elle progresse en direction du centre de l'éprouvette et la valeur maximale de *VF* se décale progressivement vers l'axe de révolution. Cette distribution spatiale dans la section nette du taux de porosité volumique est donc différente de celle du taux de triaxialité des contraintes proposée par Bridgman [Bridgman, 1944]. Alors, soit cette formulation analytique n'est pas adaptée au cas des éprouvettes entaillées dont le rayon en fond d'entaille est faible, soit le taux de triaxialité des contraintes ne peut pas être considéré comme la force motrice des phénomènes de croissance des cavités. Dans ce cas, il est primordial d'étudier l'influence et le lien avec les phénomènes de cavitation d'une autre grandeur scalaire aussi issue du champ de contrainte : la pression hydrostatique. La réduction du rayon en fond d'entaille par rapport aux éprouvettes NT4 ayant pour conséquence de modifier l'état de contrainte dans la section nette, elle modifie également la morphologie des porosités. Au sein des éprouvettes NT045, les cavités peuvent être assimilées à des disques dont la base est perpendiculaire à la direction de sollicitation et dont la hauteur est très faible. Par ailleurs, l'organisation particulière des cavités en « polar-fans » n'est observée qu'à proximité du fond d'entaille, dans la zone où l'état de contrainte est à triaxialité modérée. Enfin, les mécanismes de rupture ont été reliés aux mécanismes de cavitation. Des macro-cavités sont formées au cours du chargement par coalescence radiale de micro-cavités et sont localisées entre le centre de l'éprouvette et le fond d'entaille. Et cette coalescence est à l'origine de la rupture finale des éprouvettes, aussi bien en traction monotone qu'en fluage. Des zones circulaires ductiles ont été observées sur les faciès de rupture entre l'axe de révolution et la surface d'entaille, soit à l'endroit où les macro-cavités se forment et où le taux de porosité volumique est maximal. Le reste des faciès de rupture est fragile inter-sphérolitique.

De plus, par rapport à l'étude du comportement mécanique du matériau PA6 à l'échelle globale, l'étude des phénomènes de cavitation à l'échelle locale a été enrichie de résultats sur éprouvettes de type « Compact Tensile » dites éprouvettes CT. Ces éprouvettes sont plates et le rayon de fond d'entaille est très faible (0,25 mm) et sont utilisées pour l'étude des phénomènes liés à la propagation de fissure dans le cadre de la Mécanique (Non Linéaire) de la Rupture. Encore une fois, les mécanismes de cavitation en traction monotone et en fluage sont équivalents. Lors des premiers stades d'ouverture d'entaille, la cavitation se développe à proximité du fond d'entaille. Ensuite, lorsque l'ouverture d'entaille augmente, la valeur maximale du taux de porosité volumique se décale de plus en plus loin de la surface d'entaille, mais reste dans la section nette et à mi-épaisseur. Et ce décalage pourrait être interprété à partir des résultats de Mc Meeking [Mc Meeking, 1977] et de Rice et Johnson [Rice et Johnson, 1970] sur les singularités « émoussées ». En effet, ces auteurs ont montré que lorsque le rayon de fond d'entaille d'une singularité géométrique devient suffisamment grand, l'émoussement est responsable d'un décalage progressif de la valeur maximale de la plus grande contrainte principale et de la pression hydrostatique. Cette singularité ne peut plus être considérée comme une fissure. Ainsi, les champs HRR [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968] en élasticité non linéaire ou RR en viscoplasticité [Riedel et Rice, 1980] [Riedel, 1981] ne sont plus pertinents. Ces concepts de la Mécanique Non Linéaire de la

Rupture ont été établis en 2D. Cependant, les observations en laminographie ont permis de mettre en évidence des gradients de taux de porosité et de morphologie des cavités dans l'épaisseur des éprouvettes mais aussi des phénomènes géométries 3D qui remettent en cause l'utilisation de formulations 2D en contraintes planes ou déformations planes. En effet, le front de fissure n'est pas droit mais courbe et un phénomène de striction a été identifié au niveau de la section nette, à proximité de l'entaille, la zone cavitée correspondant très précisément à la zone strictionnée. Enfin, les phénomènes de propagation de fissure en traction monotone et en fluage ont pu être observés. Ils sont similaires et s'opèrent par coalescence de cavités en pointe de fissure et par ouverture des lèvres de la fissure. L'apparition de la fissure modifie le champ de contrainte : la valeur maximale de la plus grande contrainte principale et de la pression hydrostatique sont localisées en pointe de fissure, tout comme l'état de cavitation le plus développé. Et cette équivalence n'a pas pu être étendue au cas des sollicitations en fatigue. Lors d'un chargement cyclique, la croissance des vides est très limitée, la zone cavitée est très petite et localisée en pointe d'une fissure très fine. Les mécanismes de cavitation et de fissuration en traction monotone et en fluage sont différents de ceux en fatigue.

Ces trois études ont donc notamment permis de mettre en évidence les liens entre mécanismes de cavitation et de rupture au sein du Polyamide 6 sous différents états de contrainte multiaxiaux. Des investigations complémentaires ont permis de caractériser les premiers stades de la cavitation grâce à des observations en holotomographie à rayonnement synchrotron (résolution de 50 nm) sur éprouvettes lisses déformées en traction monotone avant le pic de contrainte. Il a été mis en évidence que dans un premier temps, avant le pic de contrainte, les nano-cavités présentes initialement dans le matériau grossissent puis s'organise en clusters. Ces clusters mènent aux micro-cavités cylindriques observées lors des campagnes de tomographie et de laminographie dont la résolution était de l'ordre du micron. Ensuite, certaines cavités s'organisent en « polar-fans » : les colonnes nord et sud ont des formes coniques et sont localisées dans les parties polaires du sphérolite, de part et d'autre de son centre qui reste non cavité. D'autres cavités s'organisent en anneaux dans la zone équatoriale périphérique des sphérolites (ces zones cavités sont dénommées « equatorial rings »), le centre restant non endommagé. Et ces organisations particulières des porosités ont permis de conclure que la cavitation prenait place préférentiellement dans la partie amorphe inter-lamellaire qui n'est pas soumise à des sollicitations en cisaillement et où la pression hydrostatique était importante (du fait du confinement de l'amorphe par les lamelles cristallines).

CHAPITRE IV

Simulation numérique : Courbes de chargement, endommagement et rupture

Le dimensionnement des pièces et des structures industrielles a pour objectif de déterminer les formes, dimensions, et matériaux à utiliser afin de satisfaire la fonction demandée. Cette question du dimensionnement ne doit plus être dissociée de celle de la durabilité. Les réservoirs sous pression ou les réseaux de canalisations par exemple, produits en matériaux polymères et composites, sont soumis à des déformations de fluage dépendant du temps qui peuvent mener à leur rupture en service. La simulation numérique et le calcul par éléments finis sont ainsi devenus des outils d'aide au dimensionnement aujourd'hui indispensables. Ils sont néanmoins tributaires du développement puis de la calibration de modèles robustes, fidèles et prédictifs.

Les coefficients des modèles sont le plus souvent déterminés à partir de données relatives au comportement mécanique macroscopique d'éprouvettes testées en laboratoire (courbes de chargement voire champs de déformation surfacique obtenus par corrélation d'images). Cependant, les résultats présentés aux chapitres précédents ont mis en évidence que ce comportement global ne pouvait pas être dissocié du comportement local et des évolutions de microstructure dans les polymères semi-cristallins. En effet, les phénomènes macroscopiques de striction, ré-entaillage, blanchiment et les formes particulières des courbes de chargement sont des manifestations des micro-mécanismes de déformation et des phénomènes de cavitation. Il semble donc primordial d'adopter une approche numérique, de développer et d'utiliser des modèles considérant les variations de volume permanentes comme une variable d'endommagement.

Le modèle d'endommagement ductile à plusieurs mécanismes développé par Besson [Besson, 2009] a été adapté pour cette étude aux polymères semi-cristallins : les phases amorphe et cristalline sont caractérisées par des coefficients matériaux différents et donc par des comportements mécanique et endommageable différents. Les données d'entrée permettant la calibration du modèle ne sont plus constituées uniquement du comportement global (courbes de traction monotone et de fluage) mais aussi de l'état de cavitation au travers des distributions spatiales de taux de porosité volumique. Par ailleurs, ce modèle permet de rendre compte du fait que la rupture au sein du Polyamide 6 de l'étude s'opère par des mécanismes de croissance et coalescence de cavités et s'amorce là où le taux de porosité volumique est maximal. En effet, le critère de rupture numérique utilisé est un critère en taux de porosité volumique critique.

L'objectif de ce chapitre est donc de mettre en évidence que le modèle poro-visco-plastique utilisé permet de reproduire le comportement mécanique global et les phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage pour différents états de contrainte multiaxiaux (éprouvettes entaillées NT4 et NT045 et éprouvettes « Compact Tensile »). Les distributions spatiales et leurs évolutions temporelles du taux de porosité volumique seront étudiées et comparées à celle du taux de triaxialité des contraintes et de pression hydrostatique afin de déterminer laquelle de ces grandeurs mécaniques peut être reliée à la cavitation. Le lien entre les dimensions des cavités (et leur caractère anisotrope) et les composantes du tenseur des contraintes de Cauchy sera aussi investigué tout comme les mécanismes de rupture et de propagation de fissure numérique.

1. Loi de comportement multi-mécanismes couplée à l'endommagement (Modèle 2M2C)

Le chapitre précédent a été consacré à l'étude des phénomènes de cavitation se produisant au sein du matériau polyamide 6 de l'étude lorsqu'il est soumis à des sollicitations de traction monotone ou de fluage. Les techniques de tomographie et de laminographie à rayonnement synchrotron ont permis de mettre en évidence le fait que des cavités se développent au cours du chargement, grossissent, changent de forme et que ces cavités persistent dans l'état non déformé. La cavitation peut donc être considérée comme un phénomène à l'origine d'une variation de volume irréversible. Par ailleurs, il est important de considérer le polyamide 6 en tant que polymère semi-cristallin. Il est constitué d'une phase amorphe et d'une phase cristalline qui présentent des propriétés mécaniques et des comportements vis-à-vis de la cavitation différents.

L'utilisation du modèle d'endommagement ductile à plusieurs mécanismes développé par Besson [Besson, 2009] semble donc tout à fait appropriée ici. Il a été adapté pour cette étude aux matériaux polymères semi-cristallins : le taux de cristallinité est utilisé afin de rendre compte du poids et de l'influence des phases amorphe et cristalline sur le comportement général du matériau, de la même manière que dans les travaux de thèse de Regrain [Regrain, 2009] et de Cayzac [Cayzac et al., 2013]. Ce modèle est communément appelé modèle 2M2C (pour 2 mécanismes et 2 critères). Il a été implémenté dans la suite logicielle Zset/ZeBuLoN dédiée à la mécanique des matériaux et au calcul de structure par la méthode des éléments finis [Besson et Foerch, 1997].

1.1. Elasto – Visco - Plasticité

1.1.1. Tenseurs des déformations

Les différentes campagnes d'essais présentées dans les chapitres précédents ont permis de mettre en évidence, notamment, le comportement élasto-visco-plastique du matériau PA6 de l'étude, quelle que soit sa teneur en eau. Il est admis que la déformation totale du matériau $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}$ peut se décomposer en une partie élastique $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{el}$ et une partie inélastique $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{in}$ (ou visco-plastique), en considérant que la composante visco-élastique est négligeable (les essais réalisés ne permettant pas de mettre en évidence cette visco-élasticité) :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}} = \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{el} + \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{in} \tag{4.1}$$

L'expression du tenseur des contraintes de Cauchy est donnée par la loi de Hooke qui fait intervenir la matrice de rigidité $\underline{\underline{\boldsymbol{\Lambda}}}$ qui est un tenseur d'ordre 4 :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}} = \underline{\underline{\boldsymbol{\Lambda}}} : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{el} \tag{4.2}$$

La déformation inélastique du polymère semi-cristallin est décomposée en deux déformations : la déformation de la phase cristalline, notée $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{c}$ et la déformation de la phase amorphe, notée $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{a}$. Dans la suite, les indices « c » et « a » se référeront respectivement aux phases cristalline et amorphe. La

déformation inélastique totale est alors définie comme la moyenne des déformations inélastiques de chaque phase, pondérée par le taux de cristallinité z selon le schéma d'homogénéisation suivant :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{in} = (1-z)\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{a} + z\,\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{c} \tag{4.3}$$

1.1.2. Loi de localisation des contraintes

Dans une approche de type multi-mécanismes, chaque mécanisme « i » est associé à un tenseur local des contraintes $\underline{\boldsymbol{\sigma}}^{i}$. Différentes lois de localisation des contraintes ont été développées afin de déterminer les contraintes et déformations locales [Hill, 1965] [Berveiller et Zaoui, 1979] [Cailletaud et Sai, 1995]. Présentons notamment la loi proposée par Cailletaud et Pilvin [Cailletau et Pilvin, 1994]. Il s'agit de la loi de localisation « β », utilisée par Regrain dans sa thèse [Regrain, 2009], qui fait intervenir les variables d'accommodation β^{a} et β^{c} et qui s'écrit simplement :

$$\begin{aligned} \underline{\boldsymbol{\sigma}}^{a} &= \underline{\boldsymbol{\sigma}} + A.z\,[\beta^{c} - \beta^{a}] \\ \underline{\boldsymbol{\sigma}}^{c} &= \underline{\boldsymbol{\sigma}} + A\,(1-z)\,[\beta^{a} - \beta^{c}] \end{aligned} \tag{4.4}$$

Il a été choisi ici de simplifier le modèle (et donc de diminuer le nombre de coefficients) en considérant que la contrainte dans chacune des phases est égale à la contrainte macroscopique [Nikolov et Doghri, 2000] [Cayzac et al., 2013] :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}} = \underline{\boldsymbol{\sigma}}^{a} = \underline{\boldsymbol{\sigma}}^{c} \tag{4.5}$$

1.1.3. Fonctions de charge et écrouissages

Deux fonctions de charge ϕ^{a} et ϕ^{c} permettent de définir le domaine élastique des phases amorphe et cristalline respectivement :

$$\begin{aligned} \phi^{a} &= J_2\left(\underline{\boldsymbol{\sigma}} - \underline{\boldsymbol{X}}^{a}\right) - R^{a} - R_0^{a} \\ \phi^{c} &= J_2\left(\underline{\boldsymbol{\sigma}} - \underline{\boldsymbol{X}}^{c}\right) - R^{c} - R_0^{c} \end{aligned} \tag{4.6}$$

Avec R_0^{a} et R_0^{c} les seuils d'écoulement visco-plastique des phases amorphe et cristalline respectivement ;

R^{a} et R^{c} qui décrivent le changement de forme des domaines élastiques. Ils sont définis par les lois d'écrouissage isotrope ci-après. Q_a, b_a, Q_c et b_c sont les coefficients de l'écrouissage isotrope non linéaire. Une seule loi d'écrouissage isotrope est donc considérée par mécanisme. λ_a et λ_c sont les multiplicateurs inélastiques associés à chacune des phases :

$$R^a = Q_a\,(1 - \exp[-b_a\,\lambda_a])$$
$$R^c = Q_c\,(1 - \exp[-b_c\,\lambda_c]) \tag{4.7}$$

Le modèle développé par Besson [Besson, 2009] permet par ailleurs de prendre en compte les effets que peuvent avoir les mécanismes les uns sur les autres grâce à la définition et à l'implémentation de trois matrices d'interactions. L'une d'entre elles, la matrice H^p permet d'établir des interactions entre les variables d'écrouissages isotropes. Il s'agit d'une matrice 2 x 2 (car ici, une seule loi d'écrouissage isotrope est utilisée par mécanisme) qui est définie comme étant égale à la matrice identité ici, afin de ne pas générer de couplage.

$\underline{\boldsymbol{X}}^a$ et $\underline{\boldsymbol{X}}^c$ permettent de décrire l'écrouissage cinématique dans chacune des phases. Ils sont associés à N_k variables internes cinématiques $\underline{\boldsymbol{\alpha}}_1,\ldots$, $\underline{\boldsymbol{\alpha}}_{Nk}$, plusieurs variables pouvant être attachées à un même mécanisme et il est possible d'écrire :

$$\underline{\boldsymbol{\chi}}_I = \frac{2}{3}\,C_I\,\underline{\boldsymbol{\alpha}}_I \tag{4.8}$$

C_I est ainsi le coefficient représentant la linéarité de l'écrouissage cinématique associé à la variable interne $\underline{\boldsymbol{\alpha}}_I$. Dans la suite, deux lois d'écrouissage cinématiques sont considérées par mécanismes et $N_k = 4$. $\underline{\boldsymbol{X}}^a$ et $\underline{\boldsymbol{X}}^c$ sont définis comme la somme des $\underline{\boldsymbol{\chi}}_I$ qui sont associés au mécanisme (phase amorphe ou cristalline) correspondant :

$$\underline{\boldsymbol{X}}^a = \underline{\boldsymbol{\chi}}_1 + \underline{\boldsymbol{\chi}}_2 \quad \text{et} \quad \underline{\boldsymbol{X}}^c = \underline{\boldsymbol{\chi}}_3 + \underline{\boldsymbol{\chi}}_4 \tag{4.9}$$

Enfin, la matrice H^k est la matrice d'interaction des lois d'écrouissage cinématique permettant de décrire les couplages. Si nous considérons N_k lois d'écrouissage cinématique, l'Equation 4.10 permet de définir ces couplages. Ici, il s'agit donc d'une matrice 4 x 4 :

$$\underline{\boldsymbol{\chi}}_I = \frac{2}{3} C_I \sum_{j=1}^{Nk} H_{Ij}^k\,\underline{\boldsymbol{\alpha}}_j \tag{4.10}$$

1.1.4. Lois d'écoulement de Norton

Les deux multiplicateurs inélastiques $\dot{\lambda}^a$ et $\dot{\lambda}^c$ peuvent être décrits à l'aide d'une fonction puissance des fonctions de charge ϕ^a et ϕ^c. Il s'agit alors d'une représentation de Norton définie par les équations suivantes :

$$\dot{\lambda}^a = \dot{\varepsilon}_0\,\langle \phi^a \,/\, K_a \rangle^{n_a}$$
$$\dot{\lambda}^c = \dot{\varepsilon}_0\,\langle \phi^c \,/\, K_c \rangle^{n_c} \tag{4.11}$$

Avec K_a et K_c les coefficients d'intensité de la deformation dans chaque phase (homogènes à une contrainte) ;

n_a et n_c qui permettent de représenter le caractère plus ou moins non-linéaire du comportement visco-plastique de chaque phase ;

$\dot{\varepsilon}_0 = 1\ s^{-1}$

$\langle\ .\ \rangle = \max(.\ ,\ 0)$: Fonction partie positive.

1.1.5. Rhéo-durcissement

Les travaux de Lafarge [Lafarge, 2004] sur le phénomène de rhéo-durcissement ont abouti à la définition d'une fonction R_h, permettant de représenter la rigidification du matériau due à l'alignement des chaines lorsque les déformations sont importantes. Cette fonction peut être assimilée à un écrouissage, décrivant une augmentation de la contrainte avec la déformation visco-plastique. Par ailleurs, comme proposé par Cayzac et ses co-auteurs [Cayzac et al., 2013], nous pouvons considérer que ce rhéo-durcissement n'apparait que dans la phase amorphe puisque ce sont les chaines polymériques de cette phase amorphe qui vont s'étirer au cours de la déformation. Ainsi, la fonction de charge associée à la phase amorphe devient :

$$\begin{gathered} \phi^a = J_2\left(\underline{\boldsymbol{\sigma}} - \underline{\boldsymbol{X}}^a\right) - R^a - R_0^a - R_h \\ R_h = A_h\ (\exp[-B_h\ \lambda_a] - 1) \end{gathered} \tag{4.12}$$

Avec A_h et B_h les coefficients matériau du rhéo-durcissement.

1.2. Comportement endommageable : Couplage au modèle Gurson – Tvergaard – Needleman (GTN)

La modélisation de l'endommagement ductile dans les matériaux peut s'appréhender et se traiter de trois façons différentes :

- par des modèles découplés qui sont basés sur le postulat que l'endommagement n'a pas d'influence sur le comportement global du matériau. Un paramètre d'endommagement est calculé en post-processing et la rupture intervient lorsque ce paramètre atteint une valeur critique [Rice et Tracey, 1969]. Il est possible de citer le modèle de Drucker-Prager [Drucker et Prager, 1952] comme faisant partie de cette catégorie de modèles découplés, ou les travaux de Lefebvre [Lefebvre, 2002] sur la rupture en fluage d'un PA11 vieilli.

- par des modèles phénoménologiques couplés, souvent considérés comme des modèles relevant de la mécanique de l'endommagement continu (Continuum Damage Mechanics). L'endommagement est associé à une dégradation progressive des propriétés mécaniques (élastiques ou plastiques suivant les formulations) du matériau, sans variation de volume. Le modèle développé par Lemaitre [Lemaitre, 1985] est un exemple de modèle d'endommagement phénoménologique couplé.

- par des modèles micro-mécaniques, basés sur les formulations de la mécanique des milieux poreux. L'endommagement est traité sous l'angle des phénomènes de germination, croissance et coalescence de cavités. La variable d'endommagement à considérer est le taux de porosité qui est définie comme une variable interne du modèle.

Les observations en tomographie et laminographie aux rayons X des phénomènes de cavitation et donc de variation de volume irréversible présentées dans le chapitre précédent, nous incite donc à travailler dans ce cadre de la mécanique des milieux poreux afin de rendre compte au mieux du comportement macroscopique des éprouvettes en traction monotone et en fluage mais aussi du comportement microscopique et donc de la croissance des cavités et des gradients de taux de porosité. Le modèle choisi est ainsi le modèle Gurson – Tvergaard – Needleman (GTN) [Gurson, 1977] [Tvergaard, 1982] [Tvergaard et Needleman, 1984] modifié par Besson et Guillemer-Neel [Besson et Guillemer-Neel, 2003]. Le modèle initial de Gurson est basé sur la croissance d'une cavité sphérique dans une matrice rigide parfaitement plastique, la variable de porosité f pouvant être alors comparée aux taux de porosité volumiques obtenus expérimentalement (noté V_F dans le reste du manuscrit). Tvergaard et Needleman ont ensuite travaillé à la prise en compte des phénomènes de couplage, germination et coalescence des cavités. Le modèle GTN a été implémenté et largement utilisé au Centre des Matériaux ces dernières années. Il a été adapté aux matériaux polymères (grandes déformations, viscosité...) et a fait l'objet de nombreux travaux et publications [Lafarge, 2004] [Boisot, 2009] [Regrain, 2009] [Devilliers, 2011] [Ricard, 2013] [Cayzac, 2014] [Laiarinandrasana et al., 2016b] [Selles et al., 2016b] [Selles et al., 2017b] [Poulet, 2017].

1.2.1. Contrainte scalaire effective

La fraction volumique de porosité f est donc définie comme étant la variable interne d'endommagement du modèle. Il est alors possible de définir une contrainte scalaire effective σ_* pour n'importe quel tenseur de contrainte $\underline{\boldsymbol{\sigma}}$ et fraction volumique de vide comme suit :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}} : \frac{\partial \sigma_*}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} = \sigma_* \tag{4.13}$$

Besson et al. [Besson et al., 2001] [Besson, 2010] ont proposé cette formulation afin de définir une contrainte scalaire effective, notée σ_*, fonction de la contrainte macroscopique et de la porosité. Elle rend compte du fait que le milieu, ou le matériau, est poreux et correspond donc à une mesure de la contrainte au sein du matériau dense et non endommagé réellement restant [Poulet, 2017].

1.2.2. Critère de plasticité du modèle GTN

Le critère du modèle GTN est donné pour chacune des phases par les équations 4.11 qui suivent. Rappelons par ailleurs, que les contraintes effectives dans chaque phase σ_*^a et σ_*^c ne sont pas forcément égales car les fractions volumiques de porosité f^a et f^c au sein de chaque phase peuvent être différentes.

$$G\left(\underline{\boldsymbol{\sigma}}, f^a, \sigma_*^a\right) = \frac{J_2(\underline{\boldsymbol{\sigma}})}{(\sigma_*^a)^2} + 2q_1^a\ f^a\ cosh\left(\frac{q_2^a}{2}\frac{\sigma_{kk}}{\sigma_*^a}\right) - 1 - (q_1^a)^2\ (f^a)^2 = 0$$

$$G\left(\underline{\boldsymbol{\sigma}}, f^c, \sigma_*^c\right) = \frac{J_2(\underline{\boldsymbol{\sigma}})}{(\sigma_*^c)^2} + 2q_1^c\ f^c\ cosh\left(\frac{q_2^c}{2}\frac{\sigma_{kk}}{\sigma_*^c}\right) - 1 - (q_1^c)^2\ (f^c)^2 = 0 \tag{4.14}$$

Avec $J_2(\underline{\boldsymbol{\sigma}}) = \sigma_{eq}^2 = \frac{3}{2}\underline{\boldsymbol{\sigma}}_{\boldsymbol{d}} : \underline{\boldsymbol{\sigma}}_{\boldsymbol{d}}$ — σ_{eq} ainsi définie est la contrainte équivalente de von Mises ;

$\underline{\boldsymbol{\sigma}}_{\boldsymbol{d}} = \underline{\boldsymbol{\sigma}} - \sigma_m\ \underline{\boldsymbol{I}}$ — Déviateur du tenseur des contraintes ;

$\sigma_m = \sigma_{kk}/3\ = tr(\underline{\boldsymbol{\sigma}})/3$ — Contrainte moyenne ou pression hydrostatique ;

q_1^a, q_2^a, q_1^c et q_2^c — les coefficients du modèle liés à l'évolution de la porosité et aux interactions entre cavités.

Ce critère fait donc intervenir les paramètres matériaux q_1 et q_2 liés à l'endommagement. q_1 est donné par la relation $q_1 = 1/f_{crit}$, avec f_{crit} qui correspond à la valeur critique du taux de porosité à rupture (caractérisée par une contrainte macroscopique nulle). q_2 est le paramètre placé devant le terme de pression hydrostatique. Il permet donc de moduler le rôle de la triaxialité des contraintes sur la croissance des cavités.

1.2.3. Réécriture des fonctions de charge et des lois d'évolution

Le couplage du comportement élasto-visco-plastique multi-mécanismes au modèle GTN qui vient d'être présenté ainsi que la prise en compte du rhéo-durcissement nécessitent une réécriture des fonctions de charges données dans l'équation 4.6 :

$$\phi_*^a = \sigma_*^a - X_*^a - R_*^a - R_{h*} - R_0^a$$

$$\phi_*^c = \sigma_*^c - X_*^c - R_*^c - R_0^c \tag{4.15}$$

L'évolution de la déformation inélastique dans chaque phase est obtenue à partir de la loi de normalité :

$$\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}^a = (1-f)\,\dot{\lambda}^a\,\underline{\boldsymbol{n}}_*^a \quad \text{avec} \quad \underline{\boldsymbol{n}}_*^a = \frac{\partial \phi_*^a}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} = \frac{\partial \sigma_*^a}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}}$$

$$\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}^c = (1-f)\,\dot{\lambda}^c\,\underline{\boldsymbol{n}}_*^c \quad \text{avec} \quad \underline{\boldsymbol{n}}_*^c = \frac{\partial \phi_*^c}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} = \frac{\partial \sigma_*^c}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} \tag{4.16}$$

De la même manière, il est possible d'obtenir la loi d'évolution des variables internes de chaque écrouissage cinématique *I* associé au mécanisme « i » :

$$\underline{\dot{\boldsymbol{\alpha}}}_I = (1-f)\,\dot{\lambda}^i[\,\underline{\boldsymbol{n}}_*^i - \frac{3}{2}\frac{D_I}{C_I}\underline{\boldsymbol{\chi}}_I] \tag{4.17}$$

Avec D_I coefficient matériau de l'écrouissage cinématique traduisant la non-linéarité.

1.2.4. Evolution de la porosité

Etant donnée la loi de conservation de la masse, la fraction volumique de vide est reliée au tenseur des déformations inélastiques par l'équation suivante :

$$\dot{f} = (1-f)\,tr[\,\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}^{in}\,] \tag{4.18}$$

De plus, comme cela a été évoqué précédemment, la porosité est aussi décomposée en une porosité f^a et f^c au sein de chaque phase. En utilisant la décomposition de $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{in}$ donnée par l'équation 4.3, il vient la loi d'homogénéisation suivante :

$$f = (1-z)f^a + z\,f^c$$

$$\text{avec} \quad \dot{f}^a = (1-z)(1-f)\,tr[\,\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}^a\,] \quad \text{et} \quad \dot{f}^c = z(1-f)\,tr[\,\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}^c\,] \tag{4.19}$$

La matrice d'interaction H^f permet de rendre compte du fait que l'endommagement au sein d'un mécanisme pourrait affecter les autres mécanismes. Ici, seulement deux mécanismes sont mis en jeu (phases amorphe et cristalline) et nous pouvons écrire, pour le mécanisme « i » (valant donc 1 ou 2) :

$$\widehat{f^i} = \sum_{j=1}^{2} H_{ij}^f\,f^j \tag{4.20}$$

La matrice H^f est donc ici une matrice 2 x 2. Elle a été prise égale à la matrice identité, et aucune interaction « d'endommagement » n'a été prise en compte entre les phases amorphe et cristalline.

Finalement $\widehat{f^a} = f^a$ et $\widehat{f^c} = f^c$, c'est pour cela que les équations précédentes ont été écrites en considérant que les fractions volumiques dans chaque phase étaient simplement f^a et f^c.
La phase de croissance ainsi décrite sera la seule responsable de l'évolution de la porosité. La germination et la coalescence sont implémentées dans le modèle développé par Besson [Besson et al., 2009] mais ne seront pas considérées ici. En effet, la germination, qui permet de simuler l'apparition de nouvelles cavités au cours d'un calcul n'a pas été prise en compte car elle n'a pas été mise en évidence expérimentalement. L'évolution de la porosité semble provenir uniquement de la croissance des cavités initialement présentes dans le matériau non déformé. Le lecteur pourra se référer à ce sujet aux travaux de Chu et Needleman [Chu et Needleman, 1980]. La coalescence des vides, qui a notamment été traitée par Tvergaard et Needleman [Tvergaard et Needleman, 1984] [Needleman et Tvergaard, 1984], permet de prendre en compte une accélération de la croissance des porosités lorsqu'un taux de porosité dit critique est atteint. Cette phase de coalescence est très brève dans les polymères semi-cristallins [Poulet, 2017] et elle n'apparait qu'aux ultimes instants précédant la rupture, qui se produit ensuite rapidement par une coalescence en cascade. Il n'est donc pas utile de la considérer ici, la rupture pouvant être simulée directement en définissant une valeur critique du taux de porosité.

1.3. Stratégie d'identification et traitement des résultats

1.3.1. Optimisation des coefficients du modèle

Les coefficients du modèle qui vient d'être présenté sont déterminés à partir d'une méthode d'identification inverse. L'optimisation de ces coefficients consiste en la minimisation de l'erreur ou de l'écart entre les données expérimentales et les données numériques obtenues par calculs aux éléments finis. L'originalité ici provient du fait que les données d'entrée expérimentales à comparer aux résultats numériques sont constituées à la fois du comportement mécanique macroscopique (courbes de chargement de traction monotone et de fluage) mais aussi des phénomènes de cavitation à l'échelle microscopique (distributions spatiales du taux de porosité volumique obtenues par tomographie ou laminographie) [Cayzac et al., 2013] [Selles et al., 2016b] [Poulet, 2017] [Selles et al., 2017b]. Le couplage au modèle GTN permet de simuler la croissance de cavités et l'évolution du taux de porosité volumique au cours des essais de traction monotone et de fluage. Finalement, la détermination d'un jeu de coefficients pertinent (qui n'est pas unique) relèvera d'un compromis entre la bonne reproduction des courbes de chargement et celle des phénomènes de cavitation. En effet, un des objectifs poursuivi dans ce travail est d'établir le lien entre comportement mécanique global et micro-mécanismes de déformation et de cavitation locaux. Il s'agit ensuite d'être capable de simuler et de prédire la rupture ductile en traction monotone et en fluage (qui font intervenir les mêmes mécanismes de cavitation) puis en fatigue dans le futur.

L'objectif de ce chapitre est donc d'établir que le modèle proposé est capable de reproduire à la fois le comportement mécanique et les phénomènes de cavitation pour différents états de triaxialité des contraintes en traction monotone et en fluage, avec comme perspective l'extension à la fatigue. La base de données expérimentales sera donc composée des résultats sur éprouvettes entaillées NT4 et NT045 ainsi que sur éprouvettes CT présentés au chapitre précédent. Les jeux de coefficients identifiés sont différents pour chaque type d'éprouvettes puisque le conditionnement du matériau PA6 (très sensible à la prise en eau) a été différent pour chaque campagne. De plus, pour un type d'éprouvette donné, les jeux de coefficients permettant de reproduire les comportements en traction monotone et en fluage

sont aussi différents. Il est possible, de déterminer un unique jeu de coefficients permettant d'obtenir des résultats satisfaisants en traction monotone et en fluage aussi bien concernant le comportement mécanique que la cavitation [Selles et al., 2017b]. Cependant, le manque de temps, la complexité de l'identification de paramètres du modèle pour les campagnes de fluage, les plages très étendues de vitesses de déformations et de temps caractéristiques considérées ainsi que le nombre important d'essais à prendre en compte ont mené à ce choix de différencier les jeux de coefficients pour la traction monotone et le fluage. Ces aspects seront par ailleurs discutés plus en détails dans la Section IV.3. Et les jeux de coefficients sont tous détaillés dans l'Annexe A1.

1.3.1.1. Comportement élastique

Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν (les paramètres élastiques) doivent idéalement être déterminés à partir d'essais de traction monotone sur éprouvettes lisses. Une interprétation graphique de la courbe de chargement représentant l'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale permet d'accéder à la valeur de E, et l'étude de la réduction diamétrale dans la section de l'éprouvette permet de déterminer ν. Cependant, le Polyamide 6 de l'étude ainsi que ses caractéristiques mécaniques sont très sensibles à la prise en eau et un essai de traction monotone sur une éprouvette lisse soumise exactement aux mêmes conditions que les éprouvettes NT4 (matériau sec), NT045 et CT (matériau conditionné à HR50) n'a pas été systématiquement mené. Ces paramètres élastiques ont donc fait l'objet d'une optimisation, de la même manière que les autres coefficients du modèle, tout en gardant à l'esprit les valeurs obtenues grâce aux essais de traction monotone sur éprouvettes lisses. Pour le matériau sec, Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] ont déterminé que le module d'Young valait 2500 MPa et le coefficient de Poisson 0,38. Pour le matériau conditionné à HR50, nous avons déterminé que le module d'Young valait 1650 MPa.

1.3.1.2. Comportement visco-plastique et endommageable

Le taux de cristallinité du matériau a été établi à 43 % par Modulated Differential Scanning Calorimetry (voir Chapitre I). Cette grandeur est un coefficient du modèle, qui ne dépend pas du conditionnement et qui intervient par exemple dans l'étape d'homogénéisation de la déformation inélastique (Equation 4.3). En effet, le modèle proposé est un modèle multi-mécanismes qui permet de différentier les comportements visco-plastique et endommageable des phases amorphes et cristallines en leur attribuant des coefficients différents. Même si aujourd'hui, il est encore impossible de caractériser de manière rigoureuse le comportement mécanique des phases amorphe et cristalline au sein d'un polymère semi-cristallin ainsi que leurs interactions, il est important de développer et de tester ce genre de modèle multi-mécanismes. En effet, ces informations seront bientôt accessibles grâce aux progrès techniques et ces modèles permettront une représentation toujours plus précise de ces matériaux multi-phasés. Par ailleurs, il est aujourd'hui admis dans la littérature scientifique que la cavitation se développe majoritairement dans la phase amorphe des polymères semi-cristallins. Ainsi, l'optimisation des coefficients a été effectuée en prenant en compte ces observations de manière que le taux de porosité volumique au sein de la phase amorphe calculé numériquement soit supérieur à celui de la phase cristalline.

Finalement, les paramètres visco-plastiques suivants ont été optimisés pour chaque type d'éprouvette et chaque type de chargement par méthode inverse :

- R_0^a, R_0^c, Q_a, Q_c, b_a et b_c représentent les paramètres de l'écrouissage non-linéaire ;

- K_a, K_c, n_a et n_c représentent les paramètres de la loi de Norton et permettent de rendre compte de la non linéarité du comportement visco-plastique de chaque phase. Notons par ailleurs que l'utilisation d'un modèle multi-mécanismes et donc de deux potentiels de Norton doit permettre de rendre compte de l'existence de deux régimes visco-plastiques différents aux basses et hautes contraintes (caractérisée par la bi-linéarité de la relation entre vitesse minimale de déformation de fluage et contrainte appliquée dans un diagramme logarithmique) ;

- A_h et B_h sont les paramètres du rhéo-durcissement, ayant uniquement une influence sur la loi d'écrouissage isotrope de la phase amorphe ;

Par ailleurs, les paramètres d'endommagement q_1^a, q_1^c, q_2^a et q_2^c ont aussi été intégrés à la phase d'optimisation par méthode inverse. La seule contrainte a été de conserver des coefficients q_1^a et q_1^c supérieurs à 1 puisque ces coefficients ont une réalité physique : ils sont reliés au taux de porosité volumique critique à rupture f_{crit} par la relation $q_1 = 1/f_{crit}$. Cependant, dans cette étude, la rupture des éléments ne sera pas gérée comme cela mais à partir d'un autre critère de rupture qui sera présenté dans la suite. De plus, le taux de porosité initial dans chaque phase a été fixé à 1 %.

Enfin, le cas de l'écrouissage cinématique est délicat. Il permet une meilleure représentation du stade de fluage primaire mais est surtout associé aux chargements de type cyclique et donc à la fatigue. Même si le cas de la fatigue n'est pas traité dans cette étude numérique, l'écrouissage cinématique a été pris en compte au travers de 4 potentiels, deux par mécanisme (Equations 4.8 et 4.9). Ce choix a été motivé par le besoin d'éprouver au maximum le modèle et son implémentation et par son utilisation future sur des études en fatigue. Finalement, les données en fluage et en traction monotone ne permettant pas l'identification précise des paramètres de ces écrouissages cinématiques, des potentiels linéaires ont été utilisés, caractérisés par les coefficients C_1, C_2, C_3 et C_4 tous égaux à 10 MPa et par la matrice d'interaction H^k définie ci-après. Ces coefficients sont identiques pour l'ensemble des jeux de paramètres identifiés et n'ont pas été incorporés à la procédure d'optimisation par méthode inverse.

$$H^k = \begin{pmatrix} 1{,}5 & 0 & -1{,}5 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ -1{,}5 & 0 & 1{,}5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

1.3.2. Exploitation et comparaison des résultats numériques et expérimentaux

1.3.2.1. Comportement mécanique global

Dans un premier temps, le comportement macroscopique ou comportement mécanique global est étudié. Il s'agit de comparer les courbes de chargement de traction monotone et de fluage obtenues expérimentalement et présentées au chapitre précédent aux courbes de chargement obtenues par calculs aux éléments finis. Rappelons que ces courbes de chargement ont été utilisées comme des données d'entrée de la méthode inverse d'optimisation. Par ailleurs, il est aussi important de rappeler

que les grandeurs essentielles à la compréhension et à la caractérisation des courbes et campagnes de fluage sont la vitesse minimale de déplacement de fluage ainsi que le temps de début de fluage tertiaire (et donc de localisation) ou le temps à rupture. Lors de l'identification des coefficients du modèle, une attention toute particulière a été portée à ces grandeurs et la bonne reproduction des courbes en vitesse de déplacement a été privilégiée par rapport aux courbes de fluage en déplacement. Enfin, pour les deux types de chargement, il a été intéressant d'étudier l'évolution de la géométrie des éprouvettes au cours des simulations numériques. Cela a notamment permis de vérifier la capacité du modèle à reproduire les phénomènes macroscopiques que sont le ré-entaillage, observé sur les éprouvettes entaillées NT4 ou la striction, observée sur les éprouvettes CT.

1.3.2.2. Taux de porosité volumique

L'étude numérique de la cavitation se fait à partir de la variable d'endommagement qu'est le taux de porosité volumique qui est calculé au sein de chaque phase lors de la simulation aux éléments finis. Nous nous intéressons dans la suite exclusivement au taux de porosité volumique total V_F, puisque c'est celui-ci qui est obtenu expérimentalement par traitement des données de tomographie ou de laminographie. Néanmoins, il est important de rappeler que l'identification des coefficients du modèle a été effectuée en s'assurant que le taux de porosité volumique était toujours être supérieur dans la phase amorphe que dans la phase cristalline. En effet, il est montré dans la littérature que la cavitation dans les polymères semi-cristallins prenait place préférentiellement voire exclusivement parfois dans la phase amorphe [Castagnet et al., 2000] [Castagnet et Deburck, 2007] [Selles et al., 2017a]. Il s'agit ici clairement d'une des originalités et d'une des forces de ce modèle multi-mécanismes qui permet de différencier le comportement mécanique mais aussi le comportement d'endommagement ductile de chacune des phases. Dans la suite, les distributions spatiales du taux de porosité volumique obtenues expérimentalement (et qui ont été utilisées comme données d'entrée lors de l'identification inverse des coefficients du modèle) sont comparées aux distributions spatiales équivalentes obtenues par calculs aux éléments finis. Cependant, comme évoqué au chapitre précédent, la détermination des valeurs de taux de porosité volumique à partir de la segmentation des images de tomographie ou de laminographie (Figure 3.2) est sujette à de nombreuses incertitudes alors que le profil des gradients et donc la localisation des valeurs maximales et minimales est indépendante de la valeur du seuil choisie. Ainsi, ce seront les évolutions spatiales du taux de porosité volumique normalisé (dont la formule est donnée par l'Equation 3.1) obtenues expérimentalement et par simulation numérique qui seront comparés dans la suite. En effet, la localisation de la valeur maximale de V_F est le résultat essentiel de l'approche proposée. La rupture dans le polyamide 6 de l'étude étant de caractère ductile, s'opérant par un mécanisme classique de croissance et coalescence de cavités, elle est très étroitement liée à l'évolution de la porosité au sein du matériau. La rupture finale s'amorce à l'endroit où V_F est maximal, et être capable de simuler cette localisation pour différents états de contraintes est un enjeu important. Cela permet par la suite de transférer cette approche au calcul de structures et de prévoir la localisation de la cavitation et de la rupture dans des pièces industrielles de géométrie complexe sollicitées en traction monotone ou en fluage.

Enfin, il est proposé de mettre en évidence et d'étudier le lien entre les grandeurs locales issues du champ des contraintes et la croissance des cavités. Le lien entre taux de triaxialité des contraintes et taux de porosité volumique a été notamment étudié par Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2012]. Ces auteurs ont comparé avec succès le profil de V_F dans la section nette d'éprouvettes entaillées au gradient de taux de triaxialité des contraintes proposé par Bridgman [Bridgman, 1944] et

ont étendu cette comparaison à l'évolution le long de l'axe de révolution [Beremin, 1980]. Par ailleurs, ce lien est clairement pris en compte par le modèle : dans l'Equation 4.14 le paramètre d'endommagement q_2 est placé devant le terme de triaxialité des contraintes. Cependant, la pression hydrostatique du champ des contraintes est aussi très souvent considérée comme la force motrice du phénomène de croissance des cavités. Finalement, il est proposé de comparer les évolutions spatiales (gradients au sein des éprouvettes) mais aussi temporelles (au cours des essais de traction monotone et de fluage lorsque la déformation augmente) de V_F et des grandeurs scalaires obtenues par calculs aux éléments finis que sont le taux de triaxialité des contraintes et la pression hydrostatique. Cette étude doit finalement permettre d'établir quelle est la grandeur mécanique locale à l'origine de l'évolution de V_F au cours de la déformation (évolution temporelle) et de ses gradients en un instant donné (évolution spatiale).

1.3.2.3. Anisotropie et morphologie des cavités

Les micro-mécanismes de cavitation étudiés dans le chapitre précédent présentent un caractère anisotrope. En effet, les cavités observées ne sont pas forcément sphériques et ont été caractérisées en 3D par les dimensions de leur boite englobante le long des axes du repère de coordonnées cylindriques dans le cas des éprouvettes entaillées axisymétriques ou cartésiennes dans le cas des éprouvettes CT (voir Figure 3.3). Cependant, le modèle GTN est un modèle d'endommagement isotrope, basé sur la croissance de cavités sphériques. L'unique variable permettant de représenter l'état de cavitation est le taux de porosité volumique qui est un scalaire et qui ne permet donc pas de rendre compte de l'aspect anisotrope des mécanismes de cavitation observés. Il est donc proposé dans la suite de comparer les gradients des dimensions caractéristiques des cavités obtenus expérimentalement à des variables mécaniques obtenues numériquement. Le lien entre taux de porosité volumique et pression hydrostatique voire taux de triaxialité des contraintes étant établi, Laiarinandrasana et al. [Laiarinandrasana et al., 2016b] ainsi que Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] pour la traction monotone et Selles et al. [Selles et al., 2016b] pour le fluage ont proposé que ces variables mécaniques soient issues du champ de contrainte local et ont montré que l'utilisation du champ local de déformation n'était pas pertinente. Les dimensions caractéristiques des cavités sont comparées aux composantes correspondantes du tenseur des contraintes de Cauchy, définies selon le même axe du repère de coordonnées. Par exemple, dans le cas des éprouvettes entaillées NT4 et NT045, la contrainte radiale σ_{RR} est comparée au diamètre d_R, la contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ est comparée au diamètre d_θ et la contrainte axiale σ_{ZZ} est comparée à la hauteur h_Z. Il est important de garder à l'esprit que ce genre d'approche permet de discuter et de comparer principalement les tendances des distributions spatiales ainsi que l'évolution temporelle et non pas l'aspect quantitatif, comme cela sera évoqué par la suite.
La mise en place de cette comparaison est motivée par plusieurs idées et envies :

- légitimer encore un peu plus le lien entre champ des contraintes et phénomènes de cavitation ;

- déterminer si l'on peut être capable de rendre compte de l'anisotropie des phénomènes de cavitation à partir d'un modèle d'endommagement isotrope comme le modèle GTN ;

- obtenir une représentation continue des distributions spatiales des dimensions caractéristiques des cavités. En effet, les résultats expérimentaux obtenus présentent une importante dispersion expérimentale, surtout si le mode est la variable statistique considérée

comme la plus pertinente. Et une représentation continue fidèle permettrait le calcul des déformations locales appliquées aux cavités et donc de leur déformation volumique [Laiarinandrasana et al., 2016b].

Enfin, la comparaison peut s'étendre aux facteurs de forme des cavités. Par exemple, le facteur de forme définis dans le chapitre précédent par l'Equation 3.2 peut être comparé au facteur de forme A_{EF} suivant, obtenus grâce au calcul par élément finis :

$$A_{EF} = (\sigma_{ZZ} - \sigma_{RR}) / (\sigma_{ZZ} + \sigma_{RR}) \tag{4.21}$$

Il sera néanmoins primordial de garder à l'esprit que les phénomènes de cavitation sont des phénomènes cumulatifs. L'état de cavitation en un instant donné est le résultat de l'ensemble des états de contraintes locaux rencontrés au cours du temps et de la déformation. C'est pour cela qu'une attention particulière est apportée à l'évolution temporelle du champ de contrainte et de ses composantes tout au long des essais de traction monotone et de fluage. Et il sera intéressant de déterminer si l'état de contrainte en un instant donné peut décrire de manière satisfaisante l'anisotropie des cavités observée en cet instant mais due à des changements morphologiques antérieurs.

1.3.2.4. Rupture

Les mécanismes de rupture en traction monotone et en fluage pour différentes géométries d'éprouvettes (NT4, NT045 et CT) ont été étudiés dans le chapitre précédent et ont été associés aux phénomènes de cavitation. Dans ce chapitre consacré aux calculs par éléments finis, un des objectifs est de réussir à simuler la rupture pour ces deux types de chargement et donc d'étudier numériquement le phénomène de propagation de fissures.

La variable d'endommagement du modèle utilisé dans cette étude est le taux de porosité volumique. Comme évoqué précédemment, dans le modèle GTN un élément est considéré comme rompu au cours d'un calcul dans le code ZeBuLoN lorsque au moins un de ses points de Gauss atteint la valeur de porosité critique f_{crit} définie par la relation $f_{crit} = 1/q_1$. Cependant, une autre approche a été utilisée dans la suite afin de simuler la rupture. Le taux de porosité à rupture est fixé par l'opérateur et un élément dont un nombre donné de ses points de Gauss atteignent cette valeur critique est considéré comme rompu. Alors, une rigidité et un coefficient de Poisson artificiels sont attribués à cet élément (respectivement $E = 0{,}1$ MPa et $\nu = 0{,}03$) afin de pouvoir continuer le calcul en considérant que la contrainte au sein de cet élément est nulle [Poulet, 2017].

2. Eprouvettes entaillées NT4

L'étude numérique du comportement mécanique, de la cavitation et de la rupture en traction monotone et en fluage d'éprouvettes entaillées NT4 est présentée dans la suite. Elle se base sur les résultats expérimentaux présentés au chapitre précédent dans la Section III.2. Rappelons que la géométrie de ces éprouvettes entaillées NT4 et notamment le rayon en fond d'entaille de 4 mm engendre un état de triaxialité dit modéré au début des essais. La simulation numérique par calculs aux éléments finis de ces résultats et l'approche présentée dans la section précédente ont fait l'objet de deux publications : une concernant la traction monotone [Laiarinandrasana et al., 2016b] et une concernant le fluage [Selles et al., 2016b]. Cependant, le modèle [Cayzac et al., 2013] utilisé lors de ces travaux était un modèle moins sophistiqué que celui présenté dans la section précédente et la rupture n'était pas traitée.

2.1. Maillage et conditions aux limites

Le maillage élaboré afin de reproduire par simulation numérique le comportement mécanique macroscopique et la cavitation à l'échelle microscopique en traction monotone et en fluage des éprouvettes entaillées NT4 est représenté sur la Figure 4.1. Il est composé d'éléments axysimétriques linéaires (éléments *CAX 4* de ZeBuLoN) qui sont des éléments quadrilatéraux à 4 nœuds et les dimensions des éprouvettes testées expérimentalement (Figure 2.26) sont respectées. Les conditions aux limites imposées sont aussi représentées sur la Figure 4.1. Elles ont notamment permis de simplifier le calcul et de ne pas mailler l'ensemble de l'éprouvette : le déplacement horizontal est imposé nul le long de l'axe de révolution, tout comme le déplacement vertical au niveau de la section nette (ou section minimale). Rappelons que cette section nette est caractérisée par un rayon R, que la zone entaillée est caractérisée par une hauteur δ dans la direction verticale et que le repère de coordonnées est cylindrique (r, θ, z). Enfin, le chargement (en déplacement ou en force selon le type de sollicitation) est imposé aux nœuds de l'arête supérieure et la variable mécanique de réaction (respectivement la force ou le déplacement) y est déterminée. Il est aussi intéressant de noter que dans la section nette et le long de l'axe de révolution (dans la zone entaillée) de l'éprouvette, les éléments sont des carrés de 50 µm de côté alors que les Volumes d'Intérêt Statistiques utilisés lors des études expérimentales de tomographie et de laminographie étaient des cubes de 50 μm^3. Ainsi, des volumes élémentaires représentatifs équivalents ont été utilisés afin de comparer les résultats expérimentaux et numériques concernant les gradients de taux de porosité volumique.

Par ailleurs, les jeux de coefficients utilisés pour représenter numériquement les comportements de ces éprouvettes entaillées NT4 en traction monotone et en fluage sont présentés dans l'Annexe A1, dans les Tableaux A1.1 et A1.2 respectivement.

2.2. Comportement mécanique macroscopique

La comparaison des résultats expérimentaux et des résultats de simulation numérique concerne dans un premier temps le comportement macroscopique des éprouvettes entaillées NT4 sollicitées en traction monotone et en fluage. Il s'agit d'étudier la réponse mécanique globale soit les courbes de chargement ainsi que la géométrie des éprouvettes déformées.

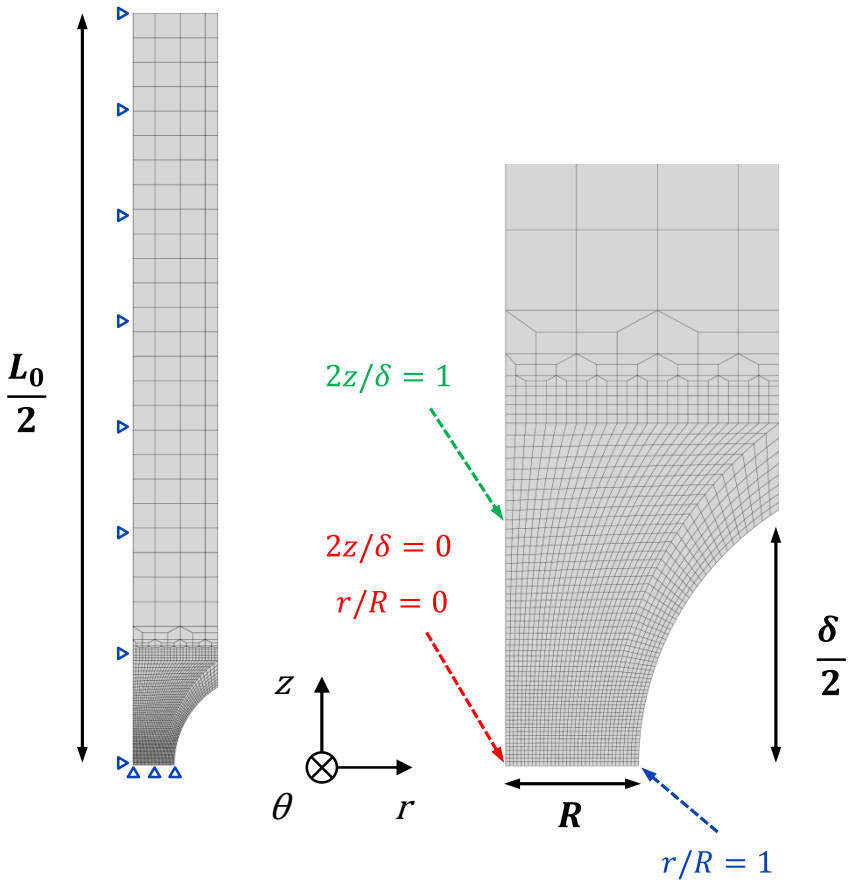


Figure 4. 1 *Maillage et conditions aux limites pour une éprouvette entaillée NT4.*

2.2.1. Traction monotone

Les courbes de chargement de traction monotone, représentant l'évolution de la contrainte nette en fonction du déplacement appliqué sont représentées sur la Figure 4.2 : les symboles noirs correspondent à la courbe expérimentale et la ligne continue correspond à la courbe obtenue par simulation numérique. Ce formalisme de présentation des résultats (symboles = expérimental et ligne continue = simulation) sera utilisé systématiquement dans la suite. Les résultats expérimentaux et numériques sont en très bon accord et le modèle est capable de reproduire la forme particulière de ces courbes, notamment les phénomènes d'adoucissement après le pic de contrainte et de plateau de contrainte jusqu'à la rupture finale.

Les géométries des éprouvettes déformées jusqu'au pic de contrainte (éprouvette TM-A) et jusqu'à l'état précédant la rupture finale (éprouvette TM-C) sont représentées sur la Figure 4.3. Le calcul par éléments finis permet de bien simuler l'évolution de la géométrie de l'éprouvette au cours du chargement. Au pic de contrainte, le rayon de fond d'entaille a augmenté et l'entaille s'est juste ovalisée. En revanche, lorsque la déformation augmente, le phénomène de localisation qu'est le ré-entaillage apparaît : l'entaille ne possède plus une courbure continue, la réduction diamétrale est accélérée dans la section nette de l'éprouvette et une zone lisse se forme au centre de l'entaille. Rappelons par ailleurs qu'expérimentalement, il a été observé que le blanchiment de l'éprouvette est

localisé au sein de cette zone ré-entaillée. Le ré-entaillage a donc été considéré comme une manifestation macroscopique des phénomènes de cavitation et le modèle proposé est capable de le reproduire de manière fidèle en traction monotone.

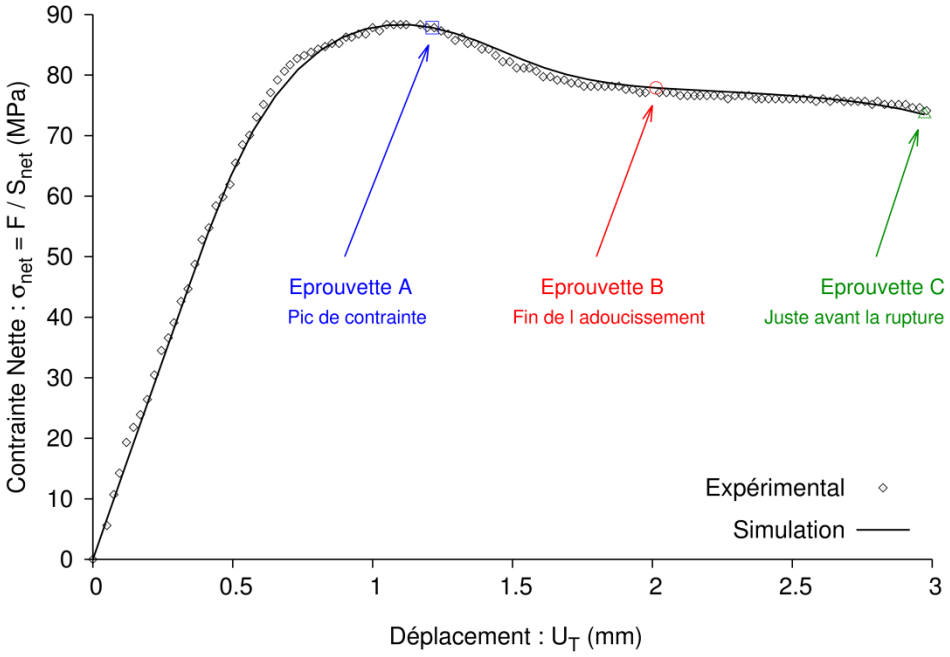
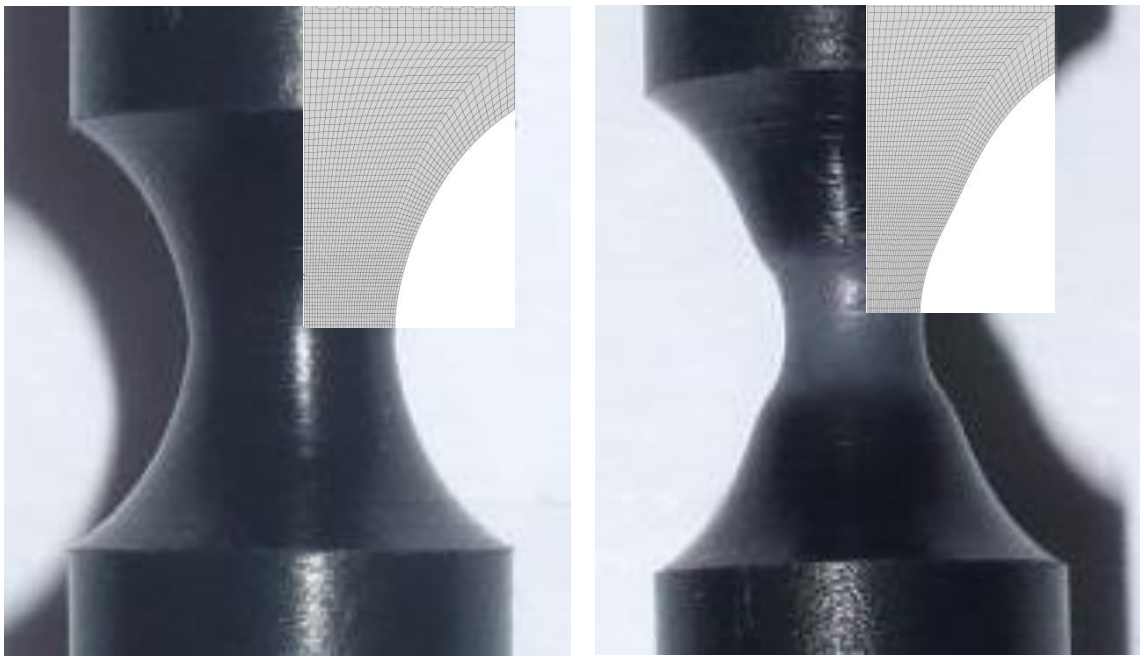


Figure 4. 2 *Courbes de chargement de traction monotone sur éprouvette entaillée NT4. Résultats expérimentaux (symboles) et numériques (ligne continue).*



Eprouvette TM-A Eprouvette TM-C

Figure 4. 3 *Aspect et géométrie des éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone TM-A (au pic de contrainte) et TM-C (juste avant la rupture finale).*

2.2.2. Fluage

Les courbes de fluage expérimentales et numériques représentant l'évolution du déplacement de fluage (à gauche) et de la vitesse de déplacement de fluage (à droite) en fonction du temps sont représentées sur la Figure 4.4. Rappelons que :

- l'éprouvette FL-A est soumise à une contrainte nette de 71 MPa et est déformée jusqu'au début du stade de fluage tertiaire ;

- l'éprouvette FL-B est soumise à une contrainte nette de 75,4 MPa et est aussi déformée jusqu'au début du stade de fluage tertiaire ;

- l'éprouvette FL-C est soumise à une contrainte nette de 71,5 MPa et est déformée jusqu'à la fin du stade de fluage tertiaire, juste avant la rupture.

Le modèle permet d'obtenir des courbes de fluage présentant les trois stades classiques : primaire (diminution de la vitesse de déplacement de fluage), secondaire (stabilisation de la vitesse de déplacement de fluage autour d'une valeur minimale) et tertiaire (augmentation rapide de la vitesse de déplacement de fluage jusqu'à la rupture). Les résultats expérimentaux et numériques en déplacement et en vitesse de déplacement sont en très bon accord pour l'éprouvette FL-A. Pour l'éprouvette FL-B, le déplacement de fluage est surestimé, mais la courbe en vitesse de déplacement de fluage permet de bien capturer la vitesse minimale ainsi que le début du fluage tertiaire. Enfin, pour l'éprouvette FL-C, le déplacement de fluage est sous-estimé, mais la vitesse minimale ainsi que les temps de début de fluage tertiaire et à rupture sont bien estimés par la simulation.

De la même manière que pour les éprouvettes déformées en traction monotone, la géométrie en fin de simulation des éprouvettes déformées FL-A et FL-C est représentée sur la Figure 4.5. Au début du stade de fluage tertiaire (FL-A), comme au pic de contrainte en traction monotone, la localisation de la déformation s'initie et le ré-entaillage n'est pas encore apparu. En revanche, lorsque le fluage tertiaire est bien établi (FL-C), le ré-entaillage au niveau de la section nette est important. Néanmoins, contrairement au chargement de traction monotone (TM-C sur la Figure 4.3), le ré-entaillage simulé est moins étendu, plus sévère que le ré-entaillage observé expérimentalement et n'aboutit pas à une zone lisse aux alentours de la section nette. Nous verrons dans la suite que cette légère différence a un impact notamment sur la triaxialité des contraintes et sur les comparaisons qui peuvent être faites avec la morphologie des cavités.

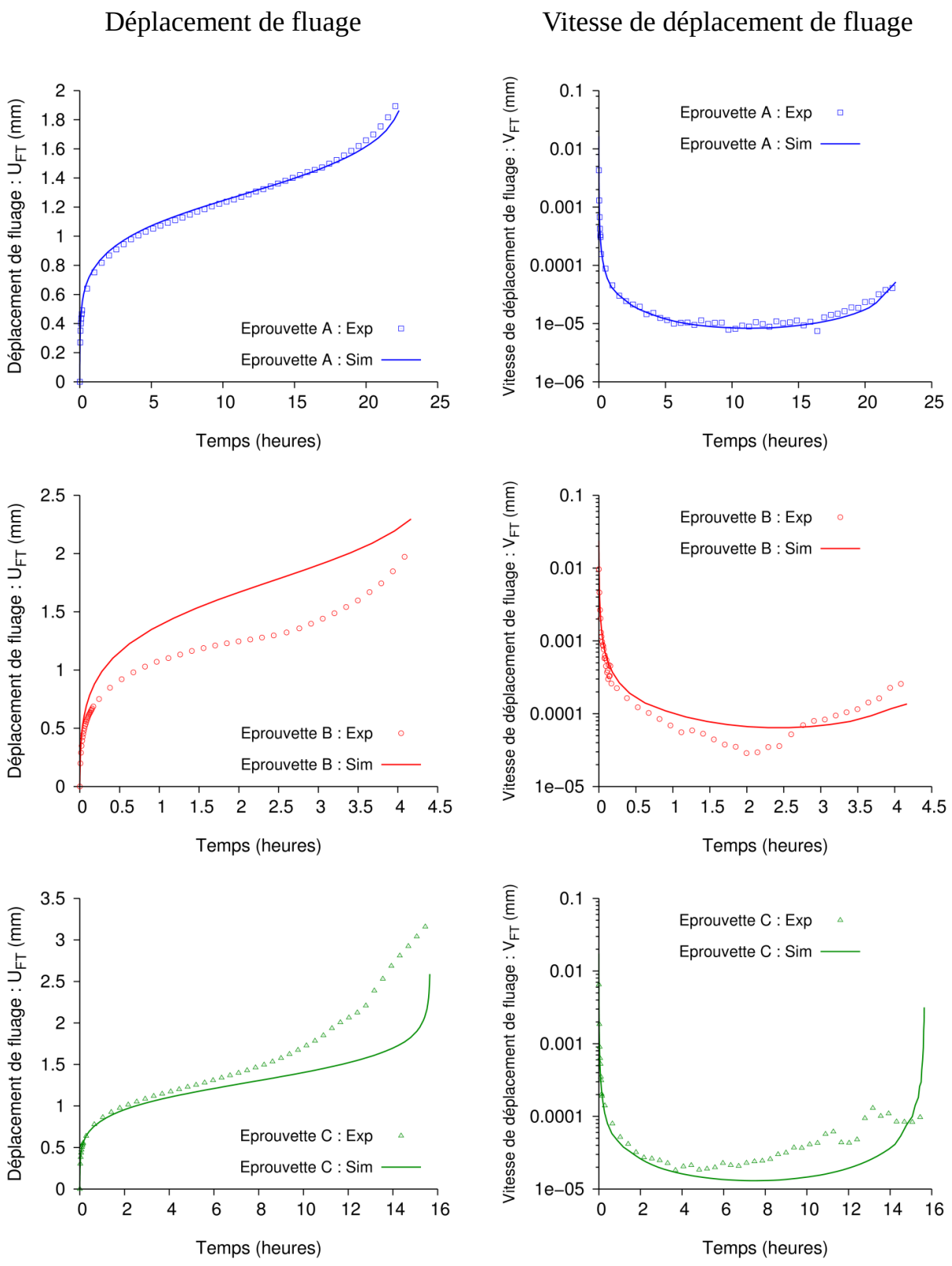
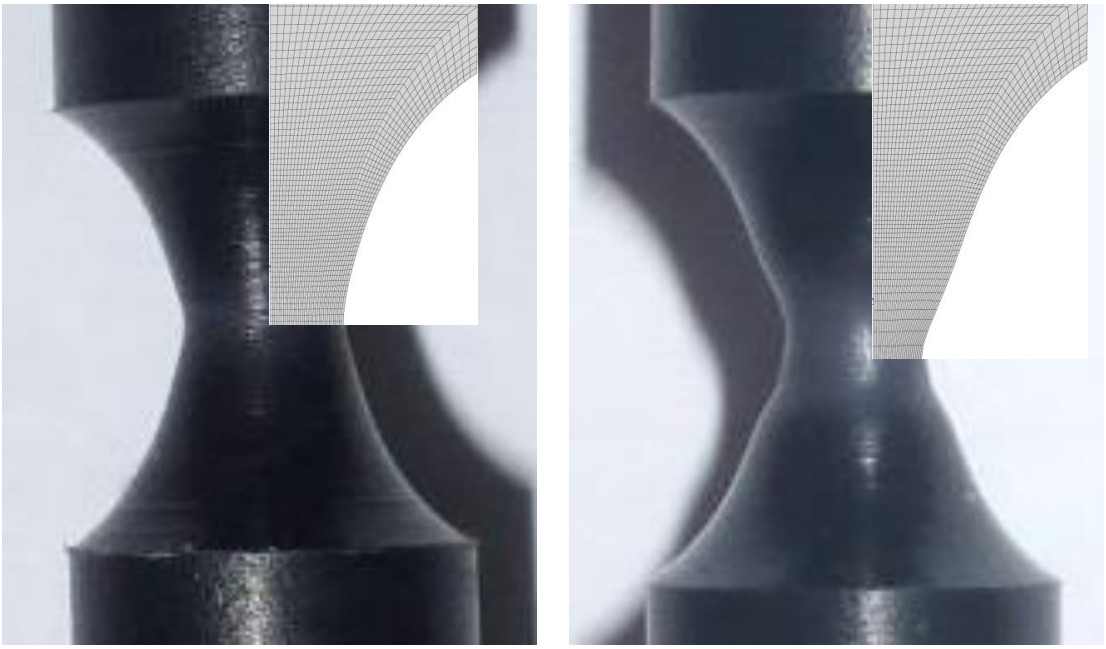


Figure 4. 4 *Courbes de chargement de fluage en déplacement (gauche) et en vitesse de déplacement (droite) sur éprouvettes entaillées NT4 – Résultats expérimentaux (symboles) et numériques (ligne continue).*



Eprouvette FL-A Eprouvette FL-C

Figure 4. 5 *Aspect et géométrie des éprouvettes entaillées NT4 déformées en fluage FL-A (début du fluage tertiaire) et FL-C (juste avant la rupture finale).*

2.3. Taux de porosité volumique

2.3.1. Iso-valeurs

Les cartographies d'iso-valeurs de taux de porosité volumique pour les éprouvettes entaillées NT4 déformées respectivement en traction monotone et fluage sont proposées sur les Figures 4.6.a et 4.6.b. Tout d'abord, il est important de noter que V_F est bien maximal au centre de l'éprouvette (dans la section nette et le long de l'axe de révolution) quel que soit le type de chargement (traction monotone ou fluage) et quel que soit l'état de déformation atteint. De plus, lorsque la déformation augmente, la valeur maximale de V_F augmente. En effet, cette valeur vaut 4,7 % au pic de contrainte en traction monotone (TM-A) et atteint 18,5 % à la fin du plateau de contrainte (TM-C). De la même manière cette valeur maximale vaut 10,4 % au début du fluage tertiaire (FL-A) et 14,5 % lorsque le fluage tertiaire est établi (FL-C). Ces valeurs sont rappelées dans le Tableau 4.1 et sont notamment comparées aux valeurs obtenues expérimentalement.

2.3.2. Procédure de normalisation

Rappelons qu'au sein des éprouvettes entaillées NT4, les profils de taux de porosité volumique sont étudiés tout d'abord dans la section nette (en $z = 0$) pour une coordonnée radiale normalisée r / R variant de 0 au centre de l'éprouvette à 1 en fond d'entaille : il s'agit du profil radial. Les gradients sont aussi étudiés le long de l'axe de révolution de l'éprouvette (en $r = 0$) et la coordonnée axiale normalisée $2z / \delta$ varie entre 0 au centre de l'éprouvette et 1 au niveau de l'épaulement : il s'agit du profil axial.

Les valeurs maximales de V_F (localisées au centre) ainsi que les valeurs minimales dans la section nette et le long de l'axe de révolution sont données dans le Tableau 4.1 pour les six éprouvettes étudiées. Ces valeurs permettent de normaliser les distributions spatiales de V_F obtenues expérimentalement et numériquement et donc de pouvoir les comparer et de discuter des tendances.

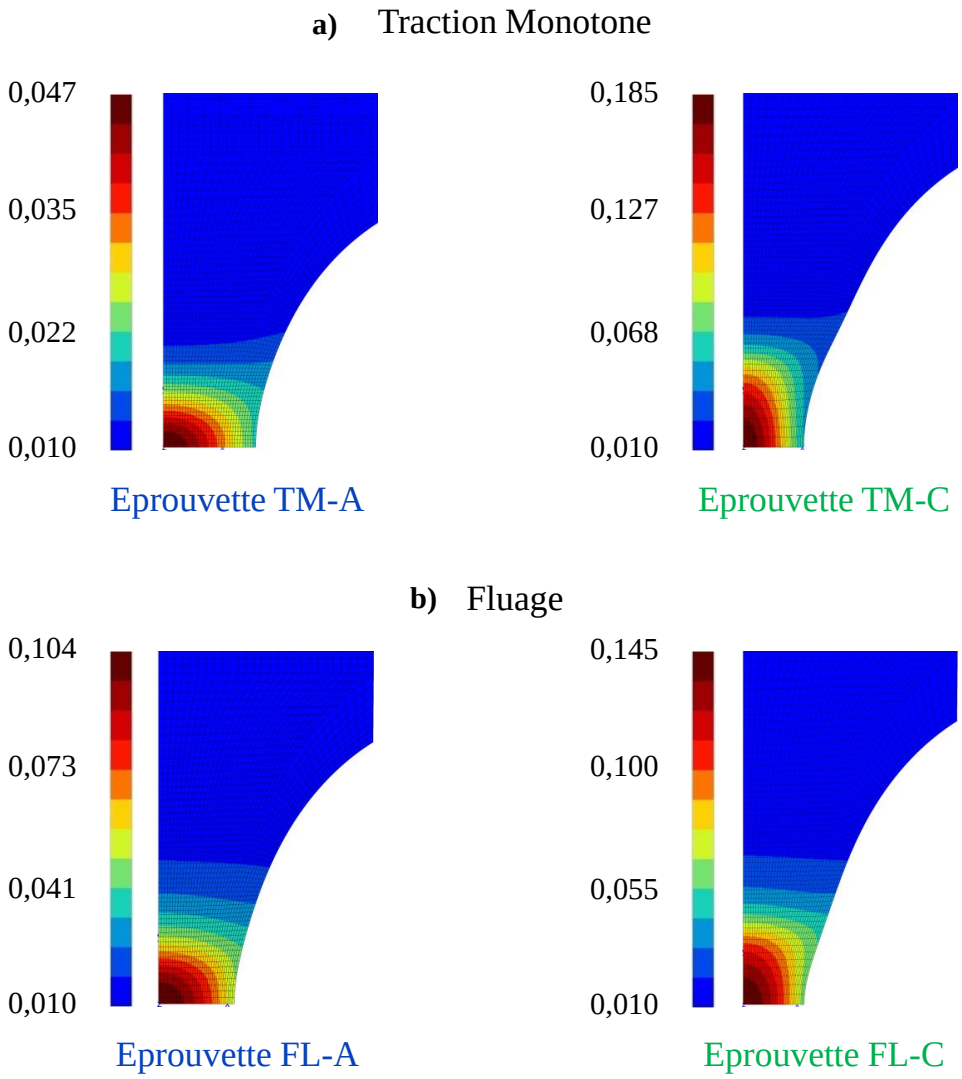


Figure 4. 6 *Cartographie des iso-valeurs de taux de porosité volumique V_F. Eprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (a) et en fluage (b).*

2.3.3. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Les profils radiaux obtenus expérimentalement (symboles) et numériquement (lignes continues) sont représentés sur la Figure 4.7 et sont en bon accord pour l'ensemble des éprouvettes. Comme observé sur la Figure 4.6, le calcul par éléments finis simule bien le fait que la valeur maximale de V_F soit localisée au centre de l'éprouvette, aussi bien en traction monotone qu'en fluage, mais aussi la localisation en fond d'entaille de la valeur minimale. Il en résulte un profil radial de type « parabole

inversée » plus ou moins aplatie au centre. En effet, de la même manière que ce qui a été établi expérimentalement, les évolutions radiales de V_F obtenues par simulation au sein des éprouvettes déformées en traction monotone semblent présenter des gradients plus abrupts que celles obtenues au sein des éprouvettes déformées en fluage. Le terme de « régularisation » a été utilisé précédemment, pour qualifier le fait que le chargement de fluage pourrait être plus conciliant que le chargement de traction monotone et qu'une sollicitation en fluage pourrait être à l'origine de gradients de taux de porosité volumique moins marqués qu'une sollicitation en traction monotone.

	V_{Fmax}		$V_{Fmin}(radial)$		$V_{Fmin}(axial)$	
	Exp (%)	Num (%)	Exp (%)	Num (%)	Exp (%)	Num (%)
TM-A	6	4,7	0	2,6	0	1
TM-B	15	14,2	0	3,6	0	1
TM-C	20	18,5	0	5,3	0	1
FL-A	10,6	10,4	0	5	0	1
FL-B	10	10,6	0	5	0	1
FL-C	14,5	14,5	0	6,1	0	1

Tableau 4. 1 *Valeurs maximales et minimales du taux de porosité volumique V_F. Eprouvettes entaillées NT4.*

Enfin, il semble important de rappeler qu'une zone sans cavités visibles a été identifiée dans la section nette, à l'extrême proximité des entailles pour l'ensemble des éprouvettes NT4 étudiées. Il en a résulté une valeur minimale de V_F nulle pour l'évolution radiale (voir Tableau 4.1). Cette valeur nulle est la conséquence directe de la résolution limitée de la technique de tomographie utilisée (les voxels étant des cubes de 0,7 µm de côté) puisque une porosité initiale de l'ordre de 1 % (caractérisée par des cavités sphériques de 0,1 µm de diamètre) a été observée au sein du matériau non déformé. En fond d'entaille, l'état de contrainte étant uniaxial, la croissance des cavités est très limitée. Ainsi, numériquement, le taux de porosité en fond d'entaille ($r / R = 1$) est faible, mais il n'est pas nul et est supérieur au taux de porosité initial fixé pour l'ensemble des simulations à 1 %.

2.3.4. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

Les profils axiaux obtenus expérimentalement (symboles) et numériquement (lignes continues) sont représentés sur la Figure 4.8. De la même manière que pour les évolutions radiales, le modèle est capable de reproduire les gradients quantifiés expérimentalement pour les deux types de sollicitation, et plus particulièrement la forme en « S » de ces courbes. Le taux de porosité est maximal au centre de l'éprouvette (en $2z / \delta = 0$) et diminue lorsque la coordonnée axiale augmente. De plus, V_F atteint sa valeur minimale pour des coordonnées axiales bien plus importantes pour la simulation numérique (de l'ordre de $2z / \delta = 0{,}6$ pour l'ensemble des éprouvettes) que pour les observations expérimentales (entre $2z / \delta = 0{,}25$ et $2z / \delta = 0{,}4$). Encore une fois, l'argument de la résolution limitée des images de

tomographie peut être avancé ici. En effet, lorsque la coordonnée axiale normalisée augmente, l'état de cavitation est moins développé et se rapproche de l'état initial, les cavités n'ayant que très peu grossi. Dans cette zone, V_F est donc sous-estimé expérimentalement, et les gradients obtenus sont abrupts. Les résultats numériques présentent des profils moins marqués qui semblent plus en accord avec la réalité physique du phénomène de cavitation.

Enfin, le calcul par éléments finis peine à simuler le phénomène de plateau observé expérimentalement et la présence d'une zone sur laquelle V_F est constant, particulièrement lorsque la déformation est importante et donc pour les éprouvettes TM-C et FL-C. Depuis le centre vers l'épaulement des éprouvettes, les valeurs de V_F obtenues numériquement diminuent systématiquement. Le modèle réussit néanmoins à reproduire le fait que cette diminution est moins marquée pour les éprouvettes TM-C et FL-C.

2.3.5. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique

Les cartographies de taux de triaxialité des contraintes τ et de pression hydrostatique σ_m sont représentées sur la Figure 4.9 pour les éprouvettes déformées en traction monotone avant le pic de contrainte (U_T = 0,6 mm), au pic de contrainte (TM-A), en fin d'adoucissement (TM-B) et juste avant la rupture (TM-C). La Figure 4.10 présentent les résultats équivalents en fluage pour les éprouvettes déformées à 71,5 MPa à la fin du stade primaire (t_F = 2,8 h), à la fin du stade secondaire (t_F = 13,8 h), et à la fin du stade tertiaire (éprouvette FL-C).

Les Figures 4.9.a et 4.9.b permettent respectivement d'étudier l'évolution dans toute l'entaille (distribution spatiale) de τ et de σ_m au cours de l'essai de traction monotone (évolution temporelle). Jusqu'au pic de contrainte (TM-A), les valeurs maximales de τ et de σ_m sont localisées au centre de l'éprouvette. La valeur maximale du taux de triaxialité reste proche de 0,6 tout au long de l'essai alors que la valeur maximale de la pression hydrostatique augmente avec la déformation. A partir du pic de contrainte, du fait du phénomène de ré-entaillage et des évolutions des composantes radiale et axiale du tenseur des contraintes (étudiées dans la suite), la localisation de la valeur maximale de τ évolue au cours de l'essai de traction monotone. En effet, elle se décale de plus en plus le long de l'axe de révolution de l'éprouvette au fur et à mesure que la déformation imposée augmente et que le ré-entaillage entraine le développement d'une zone lisse au niveau de la section nette. En fin d'essai, juste avant la rupture (TM-C) le taux de triaxialité des contraintes au centre de l'éprouvette est proche de 0,4 : l'état de contrainte est proche d'un état de contrainte uniaxial (caractérisé par τ = 0,33). Dans le même temps, la valeur maximale de pression hydrostatique reste localisée dans la section nette de l'éprouvette. Finalement, les évolutions spatiales et temporelles de V_F (Figures 4.6.a) semblent plutôt en accord avec celles de la pression hydrostatique puisque la valeur maximale de σ_m augmente au cours du temps et que cette valeur maximale est toujours localisée au centre de l'entaille. Par ailleurs, notons que le long de l'axe de révolution des éprouvettes, après le pic de contrainte, une valeur minimale locale de τ est atteinte entre le centre de l'entaille et l'épaulement. Expérimentalement, le long de l'axe de révolution, le taux de porosité volumique diminue de manière continue depuis $r / R = 0$ jusqu'à $r / R = 1$, de la même manière que σ_m.

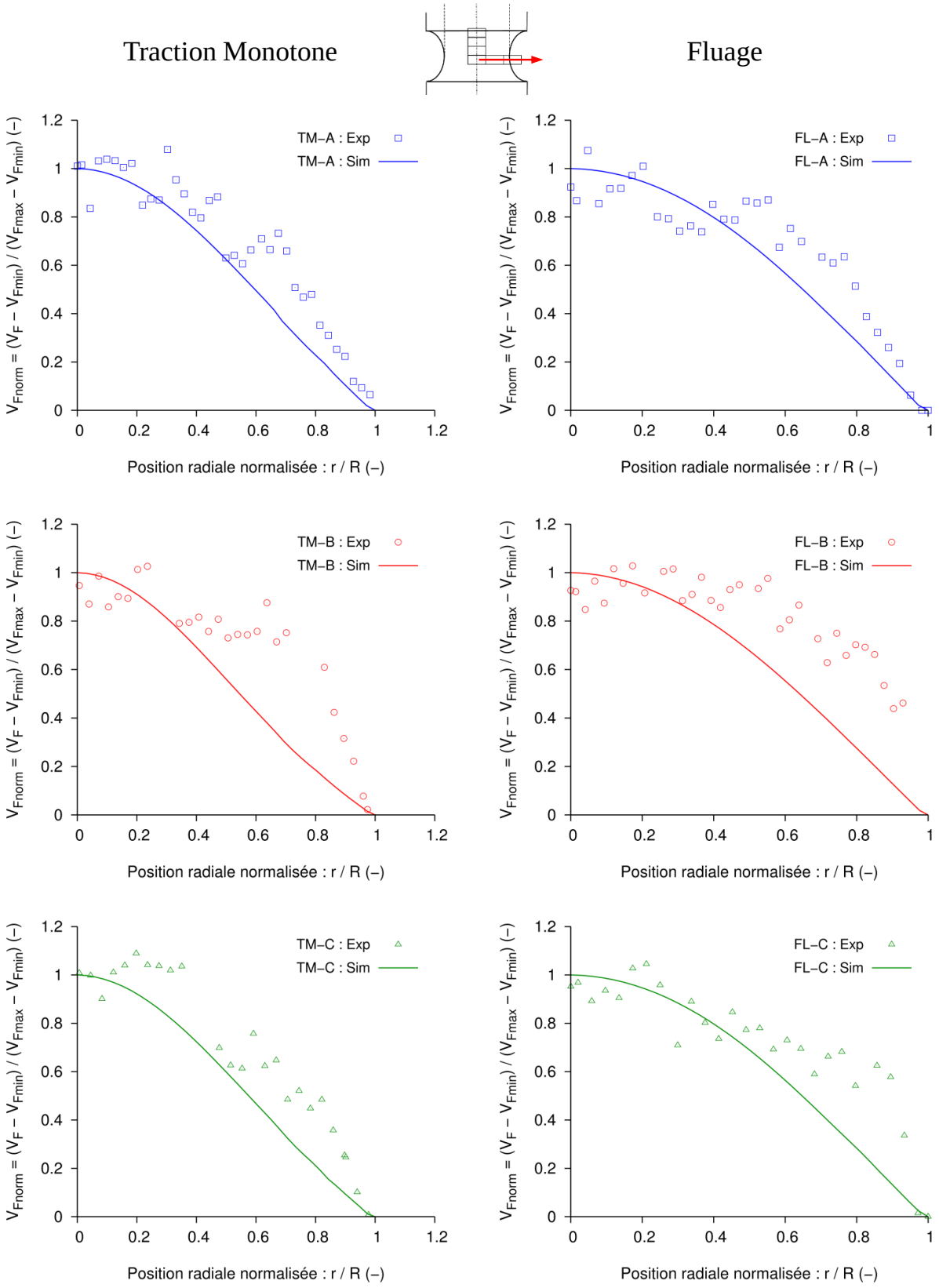


Figure 4. 7 *Evolution radiale du taux de porosité volumique normalisé V_{Fnorm} dans la section nette (z = 0) d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite).*

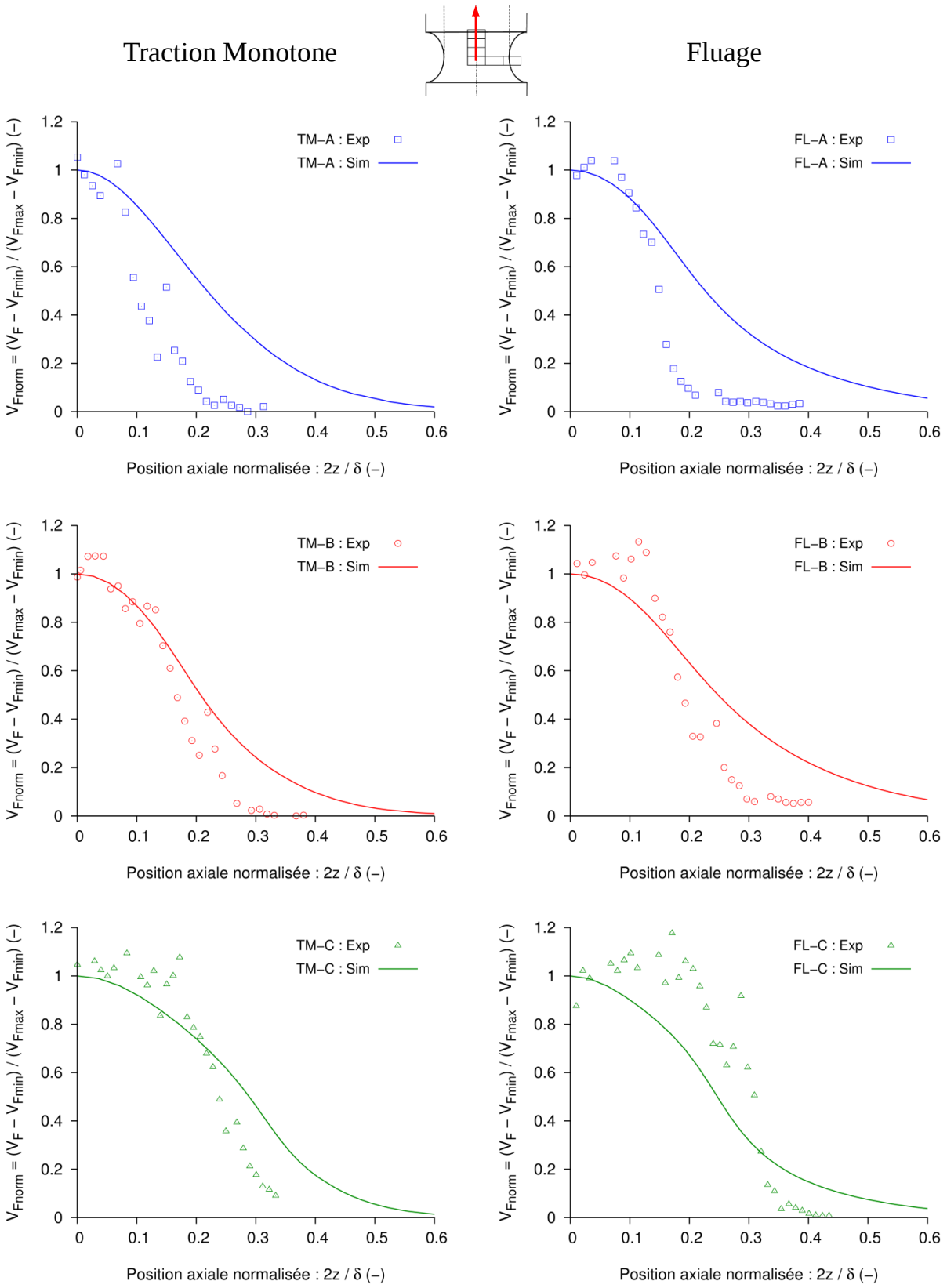


Figure 4. 8 *Evolution axiale du taux de porosité volumique normalisé V_{Fnorm} le long de l'axe de révolution (r = 0) d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite).*

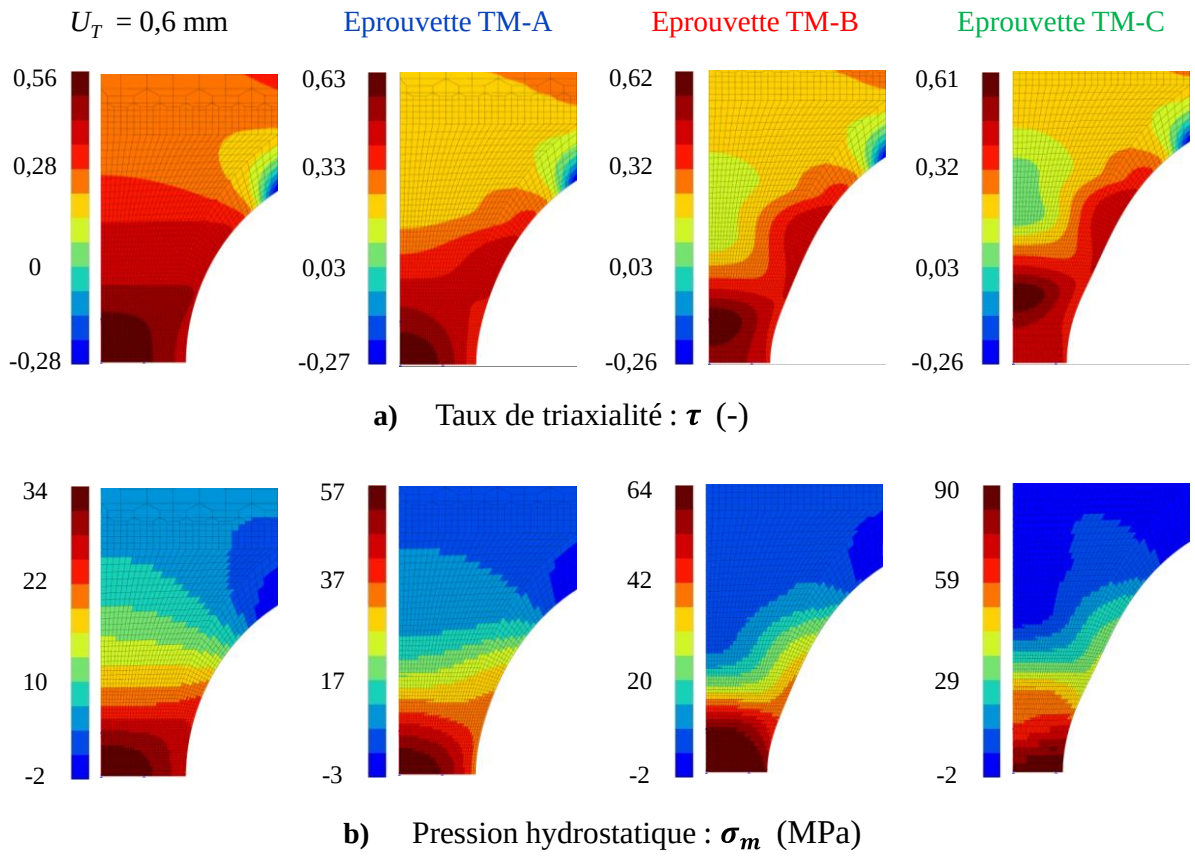


Figure 4. 9 *Cartographie des iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes* $\boldsymbol{\tau}$ *(a) et de pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b). Eprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone.*

Les Figures 4.10.a et 4.10.b permettent respectivement d'étudier l'évolution dans toute l'entaille (distribution spatiale) de τ et de σ_m au cours d'un essai de fluage mené à une contrainte nette de 71,5 MPa (évolution temporelle). Les résultats ne sont que très rapidement commentés car le ré-entaillage pendant le stade de fluage tertiaire n'est pas simulé de manière satisfaisante. De fait, la délocalisation de la valeur maximale du taux de triaxialité des contraintes le long de l'axe de révolution n'est pas observée. En revanche, la présence d'une valeur minimale locale de τ le long de cet axe entre le centre de l'entaille et l'épaulement est observée. Il est cependant possible d'établir que les évolutions temporelles et spatiales du taux de porosité volumique et de la pression hydrostatique sont similaires en fluage au sein d'une éprouvette entaillée NT4.

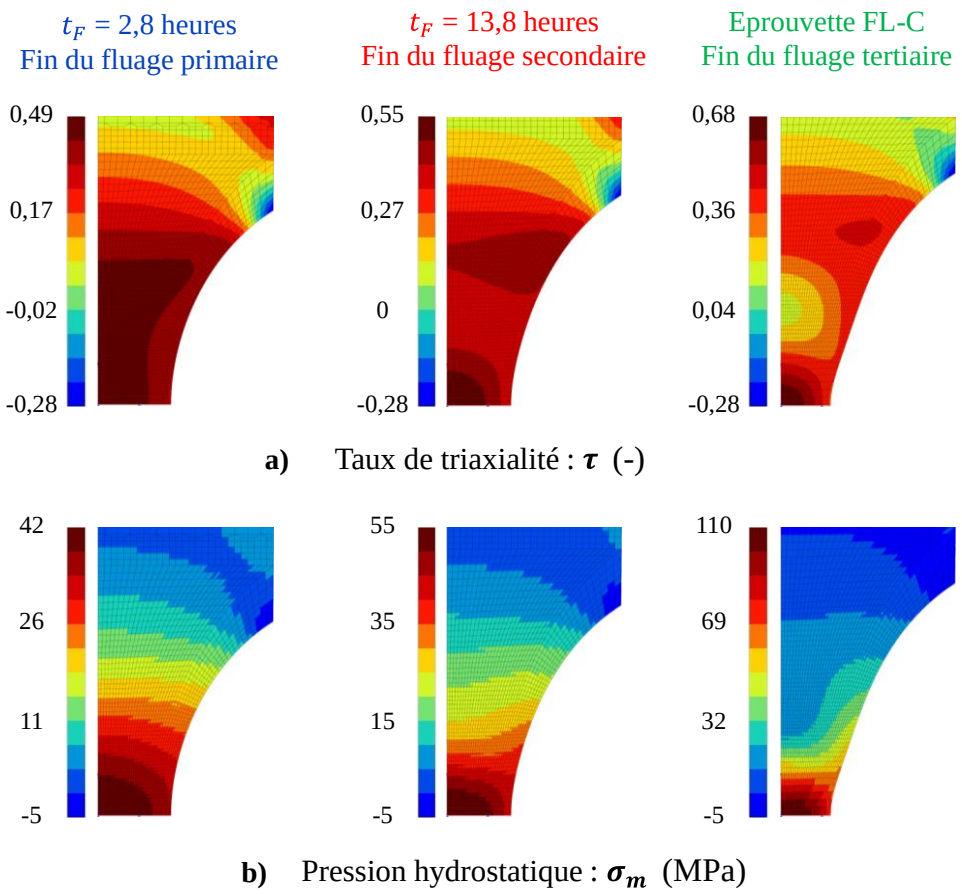


Figure 4. 10 *Cartographie des iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes* $\boldsymbol{\tau}$ *(a) et de pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b). Eprouvettes entaillées NT4 déformées en fluage à 71,5 MPa.*

2.4. Morphologie des cavités – Dimensions caractéristiques

La seule variable d'endommagement accessible numériquement étant un scalaire (V_F), les dimensions caractéristiques des cavités sont comparées aux composantes correspondantes du tenseur des contraintes de Cauchy : la contrainte radiale σ_{RR} est comparée au diamètre d_R, la contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ est comparée au diamètre d_θ et la contrainte axiale σ_{ZZ} est comparée à la hauteur h_Z. En effet, ces grandeurs sont définies selon les mêmes axes du repère de coordonnées cylindriques. De plus, Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] pour la traction monotone et Selles et al. [Selles et al., 2016b] pour le fluage ont montré que le champ de déformation local n'était pas le champ mécanique pertinent pour l'étude de l'anisotropie des cavités.

2.4.1. Iso-valeurs

Dans un premier temps, les cartographies de contrainte radiale σ_{RR}, contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ et contrainte axiale σ_{ZZ} sont représentées sur la Figure 4.11 pour les éprouvettes déformées en traction monotone avant le pic de contrainte (U_T = 0,6 mm), au pic de contrainte (TM-A), en fin d'adoucissement (TM-B) et juste avant la rupture (TM-C). Les cartographies équivalentes obtenues en

fluage ne sont pas représentées ici et sont proposées dans l'Annexe A2 (Figure A2.1). Les résultats concernant les éprouvettes FL-A, FL-B et FL-C ne sont discutés dans la suite qu'à partir des évolutions radiales et axiales.

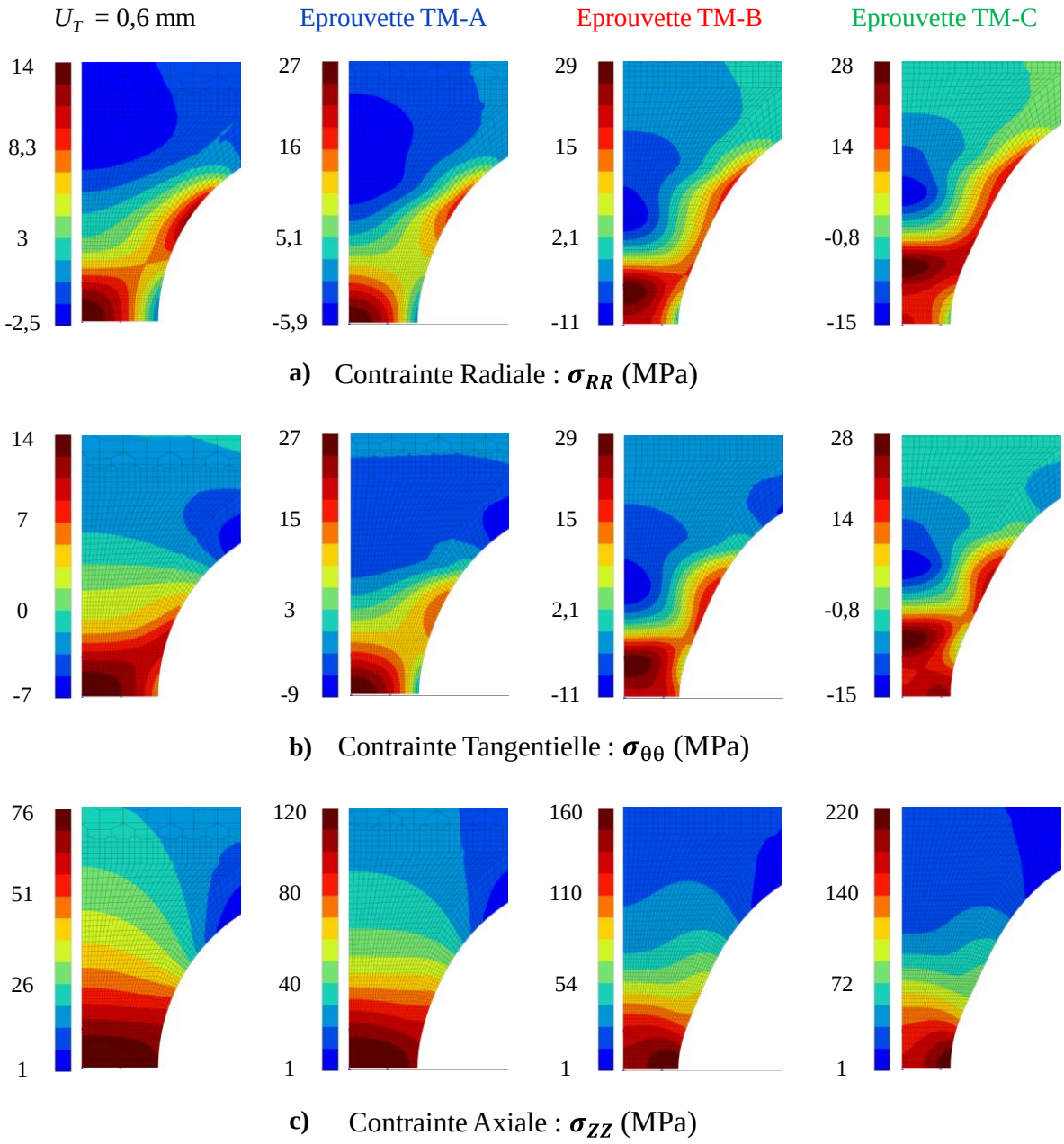


Figure 4. 11 *Cartographie des iso-valeurs de contraintes radiale $\boldsymbol{\sigma_{RR}}$ (a), tangentielle $\boldsymbol{\sigma_{\theta\theta}}$ (b) et axiale $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$ (c). Eprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone.*

La Figure 4.11.a permet d'étudier les gradients et les évolutions temporelles de la composante radiale du tenseur des contraintes σ_{RR} au cours de l'essai de traction monotone. Jusqu'au pic de contrainte (TM-A), l'entaille possède un profil circulaire : la valeur maximale de σ_{RR} est localisée au centre de l'éprouvette et σ_{RR} est nulle en fond d'entaille. En fin d'adoucissement (TM-B), la valeur maximale de

σ_{RR} a changé de localisation : elle s'est décalée le long de l'axe de révolution de l'éprouvette du fait de l'apparition du phénomène de ré-entaillage et d'une zone cylindrique de plus en plus lisse au centre de l'entaille. Finalement, juste avant la rupture (TM-C), le ré-entaillage s'étant développé, la valeur maximale de σ_{RR} s'est encore plus décalée le long de l'axe de révolution.

Les résultats présentés sur la Figure 4.11.b concernent l'évolution temporelle des gradients de la contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ au sein de l'entaille. Ces distributions sont similaires à celles de la contrainte radiale mais notons que contrairement aux considérations analytiques, la composante tangentielle du champ de contrainte ne semble pas égale à la composante radiale dans la section nette notamment.

La Figure 4.11.c permet d'étudier l'évolution dans toute l'entaille de la composante axiale du tenseur des contraintes σ_{ZZ} au cours de l'essai de traction monotone. Le gradient dans la section nette n'est pas très marqué tout au long de l'essai, mais notons que la localisation de la valeur maximale passe du centre de l'éprouvette au pic de contrainte (TM-A) au fond d'entaille dès la fin de l'adoucissement (TM-B). De plus, cette valeur maximale de la contrainte axiale locale augmente avec la déformation (de la même manière que la hauteur des cavités) puisque la réduction diamétrale dans la section nette est de plus en plus importante. En revanche, le gradient le long de l'axe de révolution est beaucoup plus important.

Ces cartographies ont donc permis de mettre en évidence l'importance de la simulation aux éléments finis dans l'étude des éprouvettes entaillées. En effet, les approches analytiques comme celles proposées par Bridgman [Bridgman, 1944] ou Beremin [Beremin, 1980] sont limitées aux cas où l'entaille reste circulaire. Alors les composantes radiale et axiale du champ des contraintes présentent des profils paraboliques dans la section nette et le long de l'axe de révolution et les valeurs maximales sont localisées au centre. Cependant, après le pic de contrainte en traction monotone ou le début de la phase tertiaire en fluage, la localisation de la déformation entraine un ré-entaillage. L'entaille n'est plus circulaire et les champs de contrainte définis analytiquement ne sont plus valables.

2.4.2. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Sur la Figure 4.12, l'évolution radiale du diamètre d_R des cavités (valeurs modales et moyennes) est comparée à l'évolution radiale de la composante σ_{RR} du tenseur des contraintes pour les éprouvettes déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite). L'évolution du diamètre d_R est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche et l'évolution de σ_{RR} sur l'axe des ordonnées de droite. Comme observé sur la Figure 4.11.a, la composante radiale du tenseur des contraintes présente un gradient dans la section nette des éprouvettes déformées aussi bien en traction monotone qu'en fluage et l'état de contrainte n'y est donc pas uniforme. Le profil radial parabolique aplati de σ_{RR} est le même que le profil du diamètre d_R. La valeur maximale de σ_{RR} est localisée au centre de l'éprouvette ($r / R = 0$), et la valeur minimale (proche de 0 MPa) en fond d'entaille ($r / R = 1$), pour toutes les éprouvettes. Ainsi la composante radiale du tenseur des contraintes semble pouvoir rendre compte des gradients de diamètre d_R des cavités dans la section nette des éprouvettes déformées en traction monotone et en fluage : le diamètre diminue depuis le centre de l'éprouvette vers le fond d'entaille, caractérisé par un état de contrainte uniaxial. Dans cette zone particulière, la contrainte radiale reste proche de 0 MPa tout au long des essais, la pression hydrostatique est plus faible qu'au centre et le taux de triaxialité des contraintes proche de 0,33. L'augmentation du volume des cavités est donc très

faible et la croissance radiale, favorisée par une valeur de contrainte radiale importante, est très limitée : les cavités sont très fines et très allongées selon la direction de sollicitation lorsqu'elles sont visibles. Finalement, comme cela avait été évoqué précédemment, la morphologie des cavités semble bien être directement liée à l'état de contrainte.

De la même manière, l'évolution radiale de la hauteur h_Z des cavités (valeurs modales et moyennes) est comparée sur la Figure 4.13 à l'évolution radiale de la composante σ_{ZZ} du tenseur des contraintes pour les éprouvettes déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite). L'évolution de la hauteur h_Z est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche et l'évolution de σ_{ZZ} sur l'axe des ordonnées de droite. Mis à part pour l'éprouvette TM-A, les évolutions radiales de h_Z et celles de σ_{ZZ} coïncident bien. En effet, pour l'éprouvette TM-A, la valeur maximale de σ_{ZZ} est localisée au centre de l'éprouvette alors que la hauteur h_Z présente une valeur maximale localisée en $r / R = 0{,}8$. Pour les autres éprouvettes, l'étude de l'évolution radiale de la hauteur h_Z des cavités est très délicate. Comme évoqué précédemment, elle résulte d'une double influence de la triaxialité des contraintes et donc des composantes du tenseur des contraintes. A proximité du fond d'entaille l'état de contrainte est presque uniaxial, ce qui favorise l'élongation des cavités dans la direction de traction (et donc une augmentation de h_Z). Cependant, cet état de contrainte limite l'augmentation du volume des cavités et donc l'augmentation de ses dimensions. Cette problématique, couplée à la résolution limitée de la tomographie rend difficile l'interprétation des distributions radiales : la hauteur maximale des cavités est-elle atteinte en fond d'entaille ou entre le centre et le fond d'entaille (courbe en « M ») ? L'étude des gradients de σ_{ZZ} pourrait donc permettre de trancher et d'établir, dans chaque situation quelle est la représentation à adopter. En effet, pour les éprouvettes TM-B et TM-C déformées en traction monotone, la valeur maximale de σ_{ZZ} est localisée en fond d'entaille. Au centre, la valeur de σ_{ZZ} augmente lorsque la déformation imposée augmente, passant de 140 MPa pour TM-B à 200 MPa pour TM-C alors que dans le même temps, la valeur modale de h_Z au centre de ces éprouvettes passe de 2 à 3 µm. Les évolutions radiales de σ_{ZZ} dans la section nette des éprouvettes déformées en fluage présentent plutôt des profils en « M » et les gradients sont moins marqués. La valeur maximale n'est plus située en fond d'entaille mais en $r / R = 0{,}8$. De plus, la valeur de σ_{ZZ} au centre des éprouvettes augmente lorsque le stade de fluage atteint progresse, passant de 135 MPa pour FL-A à 210 MPa pour FL-C alors que dans le même temps, la valeur modale de h_Z au centre de ces éprouvettes passe de 1,5 à 2,5 µm Finalement, les évolutions radiales de σ_{ZZ} pour les deux types de chargement sont légèrement différentes et le phénomène de régularisation en fluage pourrait être à l'origine de ces profils en « M » et des gradients moins marqués qu'en traction monotone.

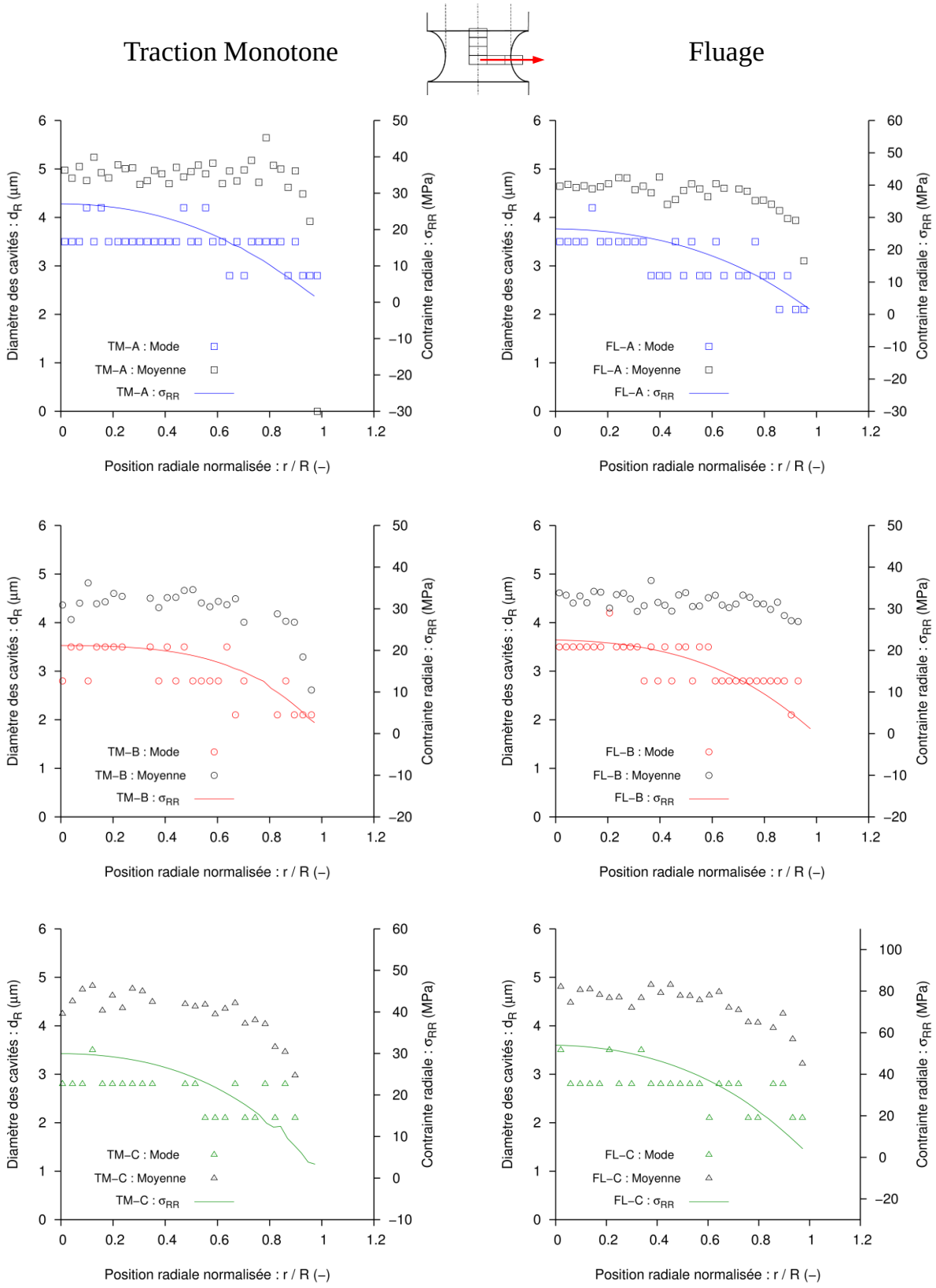


Figure 4. 12 *Evolution radiale du diamètre d_R des cavités et de la composante radiale $\boldsymbol{\sigma_{RR}}$ du tenseur des contraintes dans la section nette d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

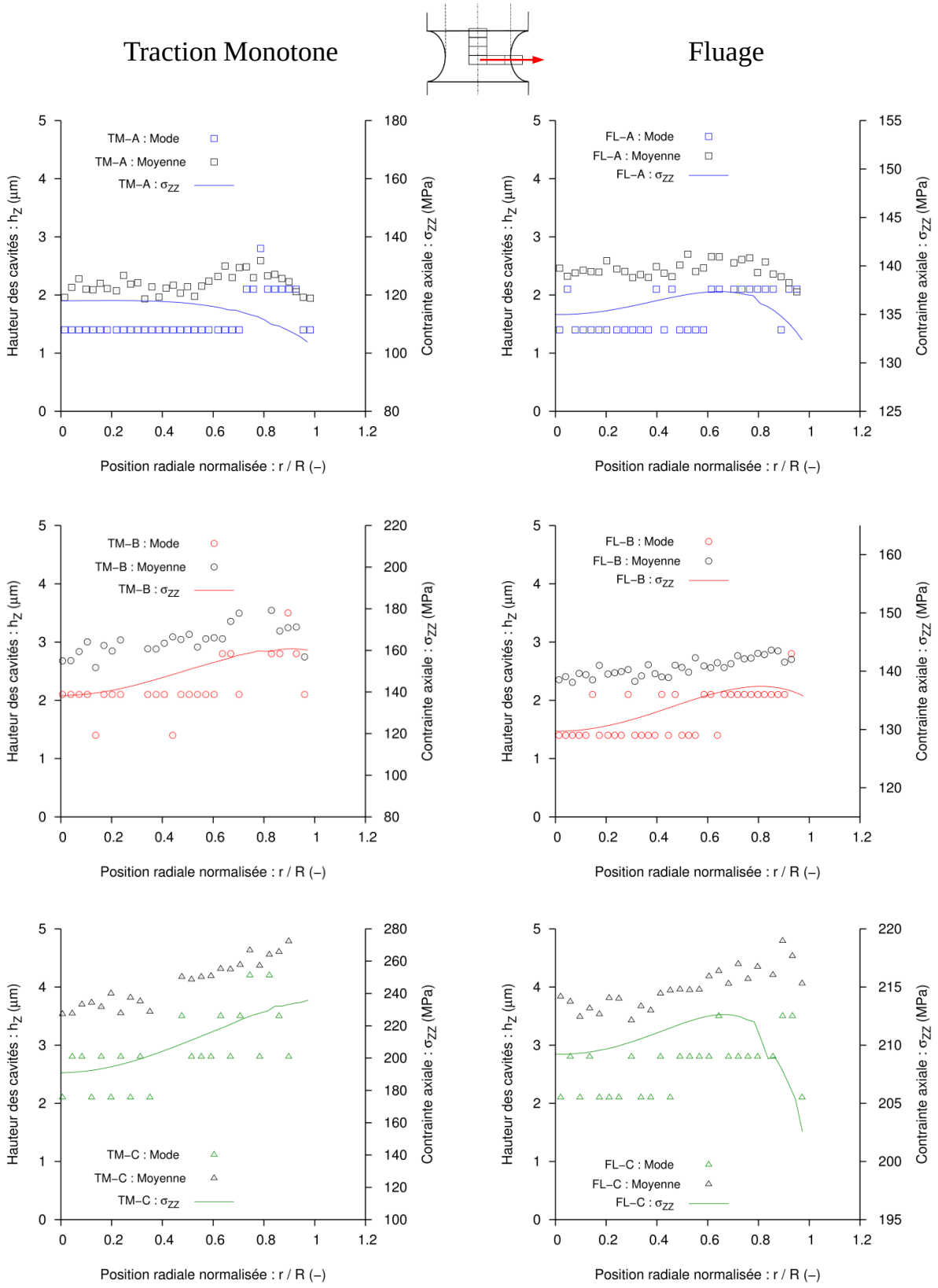


Figure 4. 13 *Evolution radiale de la hauteur h_Z des cavités et de la composante axiale $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$ du tenseur des contraintes dans la section nette d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

2.4.3. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

La même approche que celle qui vient d'être mise en place dans la section nette des éprouvettes est utilisée pour étudier le lien entre morphologie des cavités et composantes du champ des contraintes le long de l'axe de révolution.

Sur la Figure 4.14, l'évolution axiale du diamètre d_R des cavités est comparée à l'évolution axiale de la composante σ_{RR} du tenseur des contraintes pour les éprouvettes déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite). L'évolution de d_R est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche et l'évolution de σ_{RR} sur l'axe des ordonnées de droite. Pour les éprouvettes déformées jusqu'à l'initiation du phénomène de localisation (TM-A, FL-A et FL-B), les résultats expérimentaux et numériques sont en bon accord : σ_{RR} reproduit bien la diminution régulière de la valeur modale du diamètre d_R des cavités depuis le centre (où la valeur maximale est localisée) vers l'épaulement de l'éprouvette. Pour les éprouvettes TM-B et TM-C, les évolutions axiales de d_R présentent un profil en « M » avec une valeur maximale qui est décalée par rapport au centre de l'éprouvette le long de l'axe de révolution. Et les évolutions axiales de σ_{RR} sont en très bon accord avec ces profils et permettent de les représenter de manière continue. Ce bon accord des résultats expérimentaux et numériques est notamment dû au fait que le ré-entaillage en traction monotone a été représenté de manière très satisfaisante et fidèle par le calcul aux éléments finis. La situation inverse a été obtenue pour l'éprouvette FL-C. En effet, comme évoqué précédemment lors des discussions autour de la Figure 4.5, la simulation numérique a abouti dans le cas de FL-C a un ré-entaillage très marqué aux alentours de la section nette qui n'a pas généré de zone quasiment lisse au centre de la zone entaillée. Ainsi, la valeur maximale de la contrainte radiale est toujours localisée au centre de l'éprouvette : l'évolution axiale de σ_{RR} dans l'éprouvette FL-C ne permet pas de représenter de manière continue l'évolution du diamètre d_R des cavités caractérisée (comme pour TM-B et TM-C) par un profil en « M » (qui est aussi observé sur les courbes en moyenne pour les éprouvettes FL-A et FL-B). Cependant, le modèle a été capable de bien capturer et reproduire ces phénomène de ré-entaillage et de délocalisation du maximum de σ_{RR} le long de l'axe de révolution en traction monotone et une identification de coefficients du modèle différente pourrait permettre de surpasser ce problème dans le cas du fluage.

La Figure 4.15 présente l'évolution axiale de la hauteur h_Z des cavités qui est comparée à l'évolution axiale de la composante σ_{ZZ} du tenseur des contraintes pour les éprouvettes déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite). La représentation numérique proposée est en très bon accord avec les résultats expérimentaux provenant du traitement des volumes de tomographie. En effet, pour l'ensemble des éprouvettes, la valeur maximale de la contrainte axiale le long de l'axe de révolution est bien localisée dans la section nette (en $2z / \delta = 0$) et elle augmente lorsque la déformation augmente, de la même manière que la hauteur des cavités. De plus, l'évolution axiale est la même pour h_Z et σ_{ZZ} : ces deux grandeurs diminuent de manière régulière le long de l'axe de révolution depuis la section nette en direction de l'épaulement de l'éprouvette. Par ailleurs, cette représentation de l'état de cavitation et de la morphologie des porosités par les composantes de champ des contraintes permet de postuler de l'état de cavitation dans les zones où la résolution est trop limitée pour permettre l'observation des cavités de très petites tailles. Par exemple, pour l'éprouvette FL-A, les résultats expérimentaux indiquent que pour des coordonnées $2z / \delta$ proche de 0,3 h_Z est sensiblement supérieur à 1 µm alors que pour les coordonnées $2z / \delta > 0{,}35$, plus aucune cavité n'est présente. La réalité physique de l'état de cavitation, qui est très certainement caractérisée par une diminution progressive de la hauteur des cavités jusqu'à atteindre la valeur initiale de 0,1 µm semble donc bien capturée par l'évolution de la contrainte axiale σ_{ZZ}.

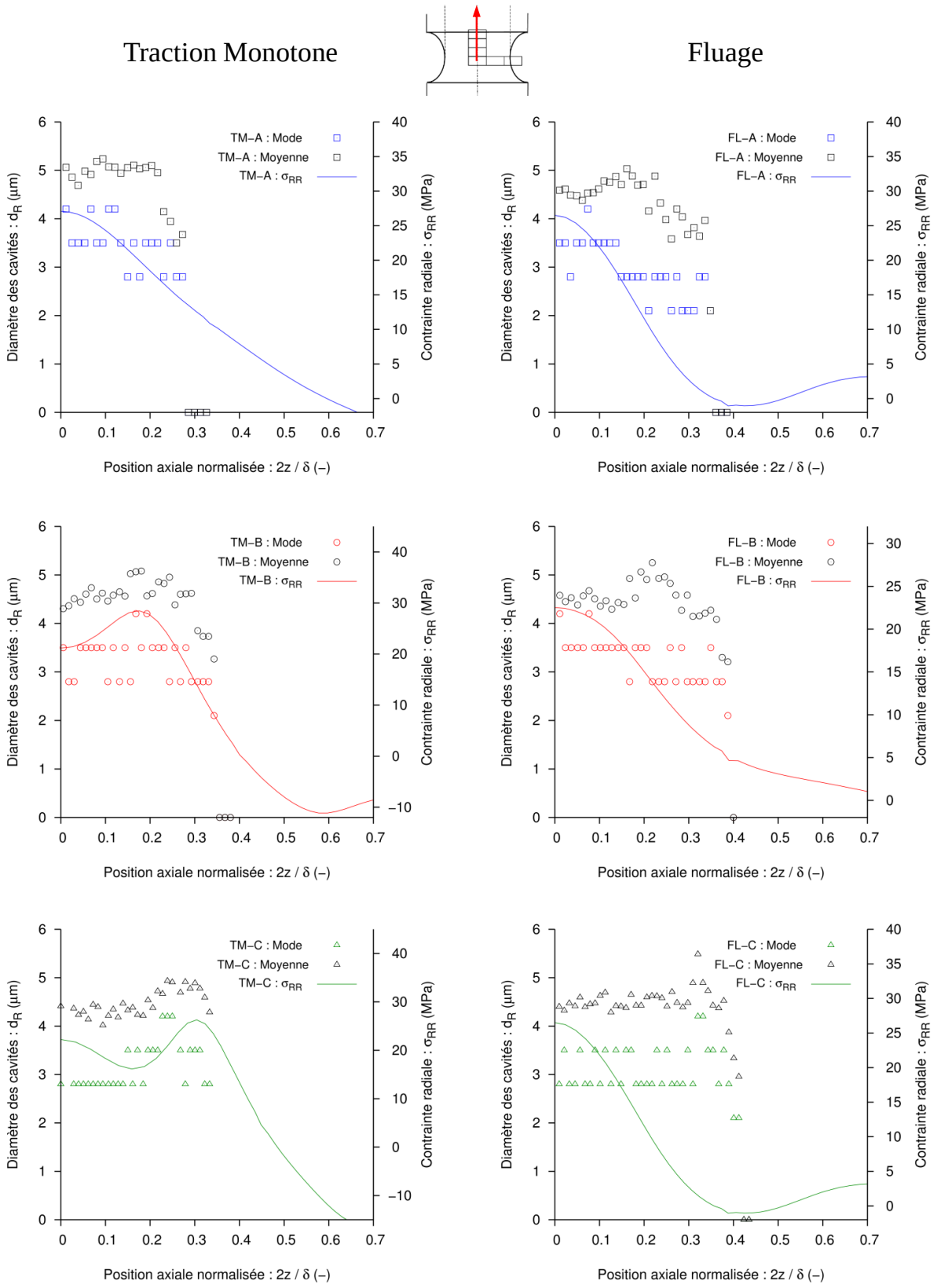


Figure 4. 14 *Evolution axiale du diamètre d_R des cavités et de la composante radiale $\boldsymbol{\sigma_{RR}}$ du tenseur des contraintes le long de l'axe de révolution d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

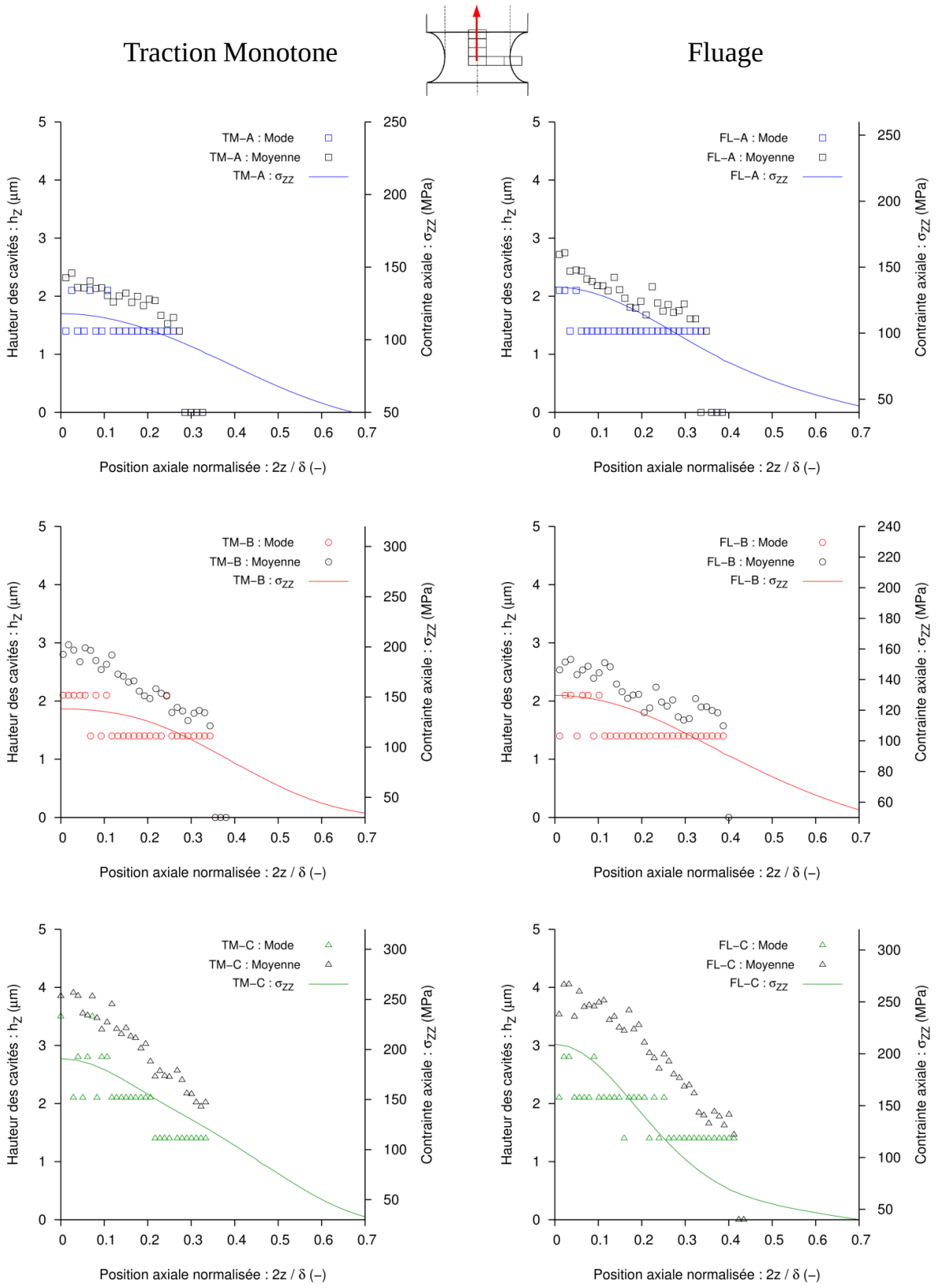


Figure 4. 15 *Evolution axiale de la hauteur h_Z des cavités et de la composante axiale $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$ du tenseur des contraintes le long de l'axe de révolution d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

Finalement, la représentation de l'anisotropie de cavitation en instant donné par le champ de contrainte en cet instant est plutôt satisfaisante au sein d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone et en fluage. Ce résultat provient principalement du fait que les distributions spatiales des composantes de champ de contrainte n'évoluent que très peu au cours des essais. Dans la section nette, les valeurs maximales de σ_{RR} et de σ_{ZZ} restent localisées respectivement au centre et à proximité du fond d'entaille. Le long de l'axe de révolution, σ_{ZZ} décroit depuis le centre vers l'épaulement, quel que soit l'état de déformation atteint. La principale évolution temporelle provient du changement de localisation de la valeur maximale de la contrainte radiale σ_{RR} du centre de l'entaille en direction de l'épaulement le long de l'axe de révolution et la distribution axiale du diamètre des cavités suit cette évolution.

2.5. Morphologie des cavités – Facteurs de forme

2.5.1. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Dans un premier temps, l'évolution radiale du facteur de forme A_D (Equation 3.4) défini dans le plan circonférentiel ($r\theta$) est comparée à l'évolution radiale du facteur de forme numérique correspondant A_{DEF} défini par la formule suivante :

$$A_{DEF} = (\sigma_{RR} - \sigma_{\theta\theta}) / (\sigma_{RR} + \sigma_{\theta\theta}) \tag{4.22}$$

La Figure 4.16 regroupe les comparaisons de ces évolutions radiales pour l'ensemble des éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (à gauche) et en fluage (à droite). Le facteur de forme défini à partir du champ des contraintes calculé par éléments finis A_{DEF} (Equation 4.22) permet de bien rendre compte de l'anisotropie des cavités dans le plan circonférentiel puisque les courbes expérimentales et numériques présentent les mêmes tendances. A_{DEF} est bien égal à 0 au centre de l'éprouvette ($r / R = 0$) : les contraintes radiale σ_{RR} et tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ sont égales le long de l'axe de révolution des éprouvettes. Lorsque la coordonnée radiale augmente et lorsque l'on se rapproche du fond d'entaille, A_{DEF} diminue et atteint sa valeur minimale en fond d'entaille ($r / R = 1$), de la même manière que le facteur de forme A_D obtenu par traitement des images de tomographie. Le calcul par éléments finis prévoit donc que les composantes radiales et tangentielles du tenseur des contraintes ne sont pas égales dans la section nette d'éprouvettes entaillées, alors que l'approche de Brigdman [Bridgman, 1944] est basée sur l'hypothèse que ces composantes sont égales dans la section nette. Finalement en direction du fond d'entaille et dans le plan ($r\theta$), les cavités s'ovalisent de plus en plus selon la direction tangentielle du fait de la prédominance croissante de la composante tangentielle du tenseur des contraintes sur la composante radiale.

Le facteur de forme numérique A_{HEF} est défini par la formule suivante de sorte qu'il puisse être comparé au facteur de forme A_H obtenu après traitement des volumes de tomographie et dont la définition est donnée par l'Equation 3.5 :

$$A_{HEF} = (\sigma_{ZZ} - \sigma_{RR}) / (\sigma_{ZZ} + \sigma_{RR}) \tag{4.23}$$

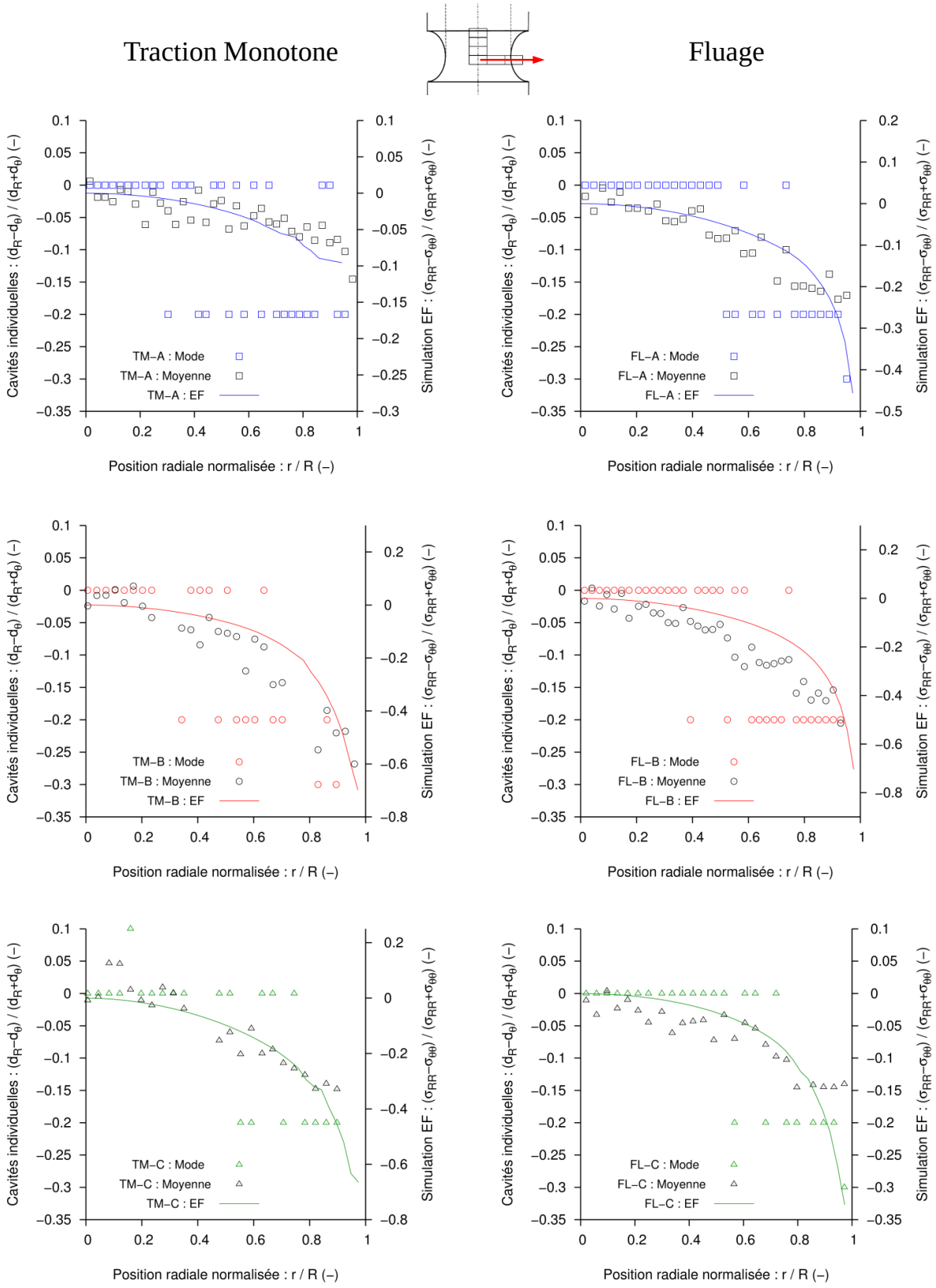


Figure 4. 16 *Evolution radiale du facteur de forme A_D des cavités et du facteur de forme correspondant A_{DEF} dans la section nette d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

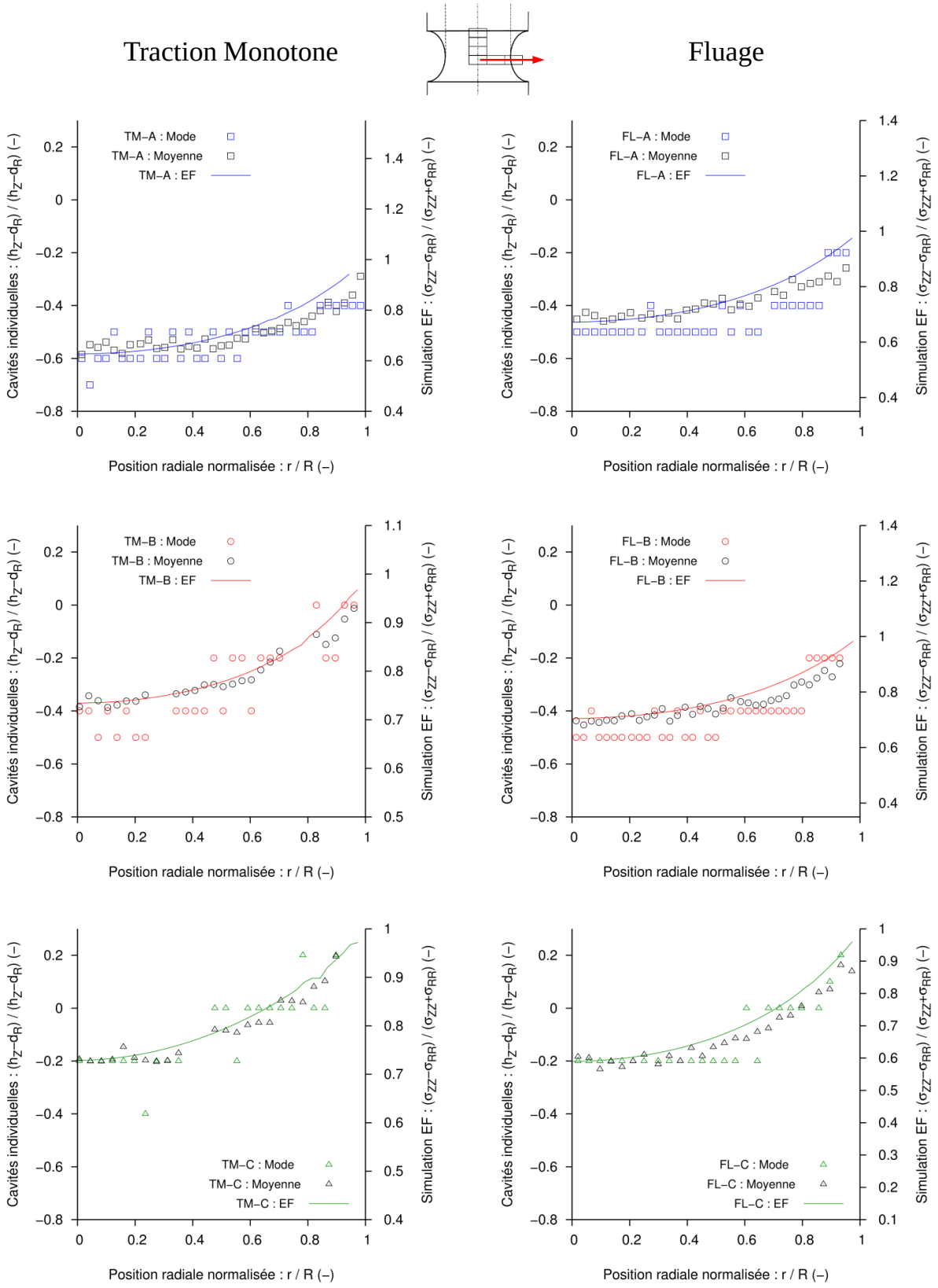


Figure 4. 17 *Evolution radiale du facteur de forme A_H des cavités et du facteur de forme correspondant A_{HEF} dans la section nette d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

Les évolutions radiales des facteurs de forme dans le plan (*rz*) issus de la tomographie (directement à partir des dimensions des cavités) et du calcul par éléments finis (à partir du champ des contraintes) sont représentées pour l'ensemble des éprouvettes sur la Figure 4.17. Et les courbes expérimentales et numériques présentent exactement les mêmes tendances : les valeurs minimales de A_H et A_{HEF} sont localisées au centre de l'éprouvette et les valeurs maximales en fond d'entaille. Le facteur de forme numérique A_{HEF} permet de décrire parfaitement de manière continue l'évolution radiale de l'anisotropie des cavités dans le plan (*rz*). Par ailleurs, du point de vue quantitatif, A_{HEF} est systématiquement supérieur à 0 alors que le facteur de forme donné par la tomographie est toujours inférieur à 0 sauf en fond d'entaille pour TM-C et FL-C. En effet, σ_{ZZ} et σ_{RR} qui sont comparés ici ne sont pas du tout du même ordre de grandeur. L'information importante à retirer de ce type d'approche est bien la possibilité de rendre compte des tendances des évolutions spatiales de l'anisotropie des cavités à partir du tenseur des contraintes.

2.5.2. Evolution axiale : du centre vers l'épaulement de l'éprouvette

Les cavités étant isotropes dans le plan circonférentiel et les composantes radiales et tangentielles du champ des contraintes étant égales le long de l'axe de révolution des éprouvettes, uniquement les évolutions axiales des facteurs de forme A_H et A_{HEF} sont présentées dans la suite (Figure 4.18).

Il a été établi précédemment que le phénomène de ré-entaillage n'était pas reproduit de manière satisfaisante pour les éprouvettes déformées en fluage. Il en découle que l'évolution axiale de A_{HEF} représente de manière assez pauvre l'évolution axiale de l'anisotropie des cavités dans le plan (*rz*) en fluage. Dans le cas des éprouvettes FL-A et FL-B, la représentation numérique de l'anisotropie capture bien l'augmentation du facteur de forme pour des coordonnées $2z / \delta > 0{,}2$. En revanche, cette représentation numérique prévoit une localisation de la valeur minimale du facteur de forme au centre de l'éprouvette ($2z / \delta = 0$) alors qu'expérimentalement, une diminution de A_H est observée depuis le centre de l'éprouvette, la valeur minimale étant atteinte en $2z / \delta = 0{,}2$. Dans le cas de l'éprouvette FL-C, le calcul aux éléments finis ne permet pas de rendre compte de l'évolution axiale de l'anisotropie des cavités dans le plan (*rz*).

En revanche, les calculs en traction monotone aboutissent à des résultats très satisfaisants puisque le facteur de forme numérique parvient pour les trois éprouvettes à reproduire l'évolution axiale du facteur de forme des cavités déterminée expérimentalement. Le ré-entaillage étant bien simulé, l'évolution radiale de A_{HEF} présente bien les tendances particulière observées en tomographie et notamment la localisation de la valeur minimale en $2z / \delta = 0{,}2$ pour TM-B et en $2z / \delta = 0{,}25$ pour TM-C (et donc décalée le long de l'axe de révolution, en direction de l'épaulement).

Cette étude et la comparaison des résultats expérimentaux (en termes de morphologie des cavités) et numériques (en termes de composantes du tenseur des contraintes) renforcent donc l'idée que la pression hydrostatique est la force motrice de la croissance des cavités et que le champ des contraintes peut être relié à la morphologie et à l'anisotropie de ces cavités dans le cadre des éprouvettes entaillées NT4 et donc des états de contraintes à triaxialité modérée. Ainsi, ces comparaisons pourraient intervenir dans les procédures d'identification et d'optimisation de coefficients de modèles micro-mécaniques d'endommagement ductile couplé. En effet, les distributions spatiales des dimensions caractéristiques et des facteurs de forme pourraient être systématiquement comparées aux composantes correspondantes du tenseur des contraintes (après l'optimisation classique à partir des

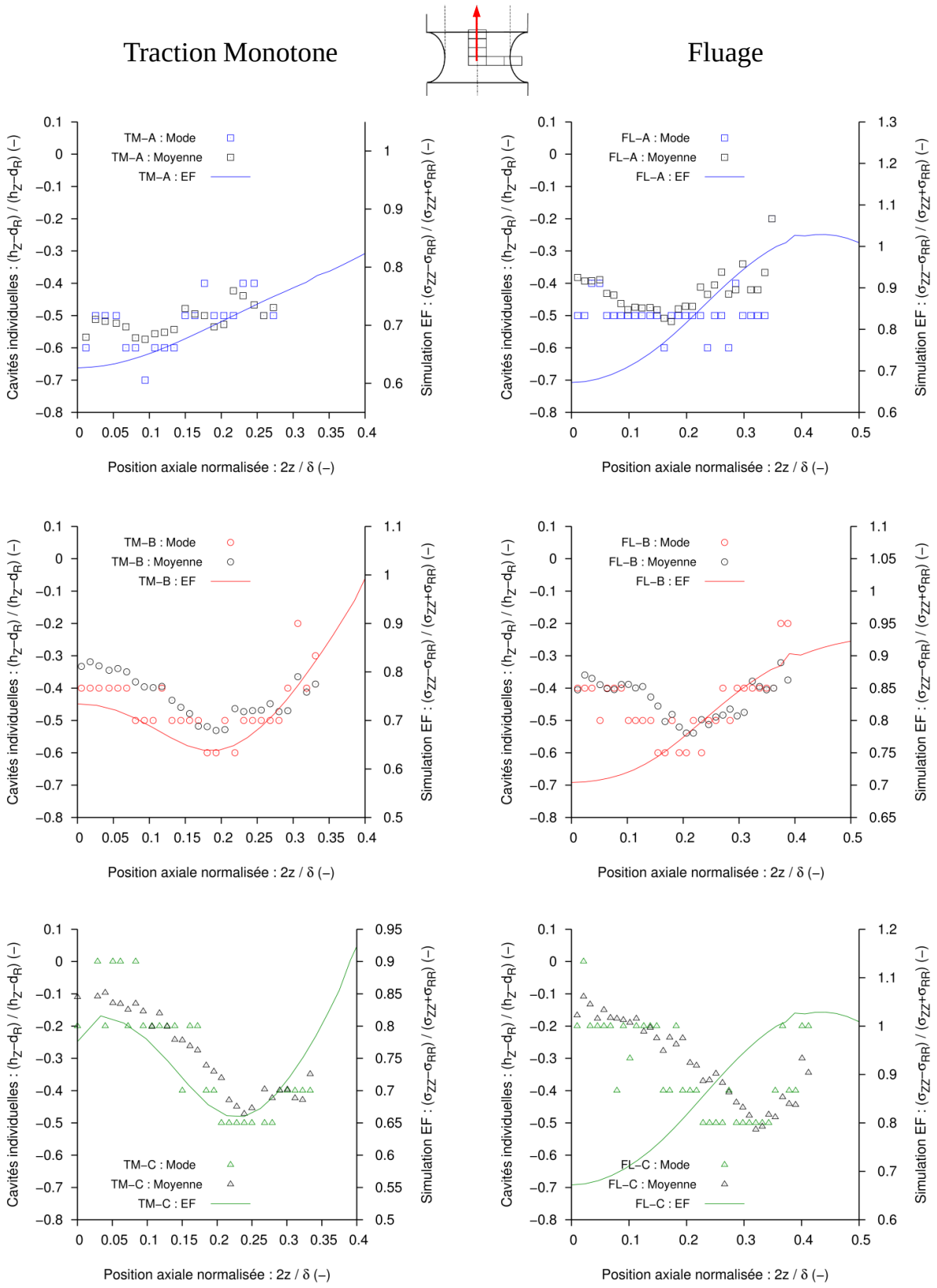


Figure 4. 18 *Evolution axiale du facteur de forme A_H des cavités et du facteur de forme correspondant A_{HEF} le long de l'axe de révolution d'éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone (gauche) et en fluage (droite).*

courbes de chargement et du taux de porosité volumique) et permettre la discrimination de certains jeux de paramètres. Dans cette étude, il aurait par exemple été intéressant de poursuivre la procédure d'identification des coefficients pour le chargement en fluage. En effet, même si les résultats en termes de comportement mécanique, de distributions spatiales de taux de porosité et de morphologie des cavités dans la section nette sont très satisfaisants, la représentation de l'anisotropie le long de l'axe de révolution laisse à désirer. Et cela est à rapprocher immédiatement du fait que le ré-entaillage n'a pas non plus été simulé de manière satisfaisante.

La prise en compte de l'anisotropie d'endommagement est aujourd'hui un enjeu important de modélisation et simulation numérique, afin de rendre les résultats de plus en plus représentatifs et d'être capable d'étudier directement l'évolution des facteurs de forme des cavités en cours de calcul. Ces problématiques ont récemment mené au développement d'un modèle d'endommagement anisotrope permettant de simuler les changements de forme et d'orientation des cavités en cours de sollicitation [Cao et al., 2015].

2.6. Rupture

2.6.1. Traction monotone

Le critère de rupture dans le cas des essais de traction monotone sur éprouvettes entaillées NT4 est défini par un taux de porosité critique de 21 %. Lorsque le taux de porosité global est égal ou supérieur à 21 % sur l'ensemble des points de Gauss d'un élément alors cet élément est considéré comme cassé. La Figure 4.19 représente la courbe de chargement de traction monotone obtenue par simulation numérique jusqu'à la rupture ainsi que les cartographies d'iso-valeurs de V_F correspondant à l'éprouvette déformée en différents points du calcul définis sur cette courbe de chargement. Les éléments rompus sont retirés du maillage sur ces cartographies, afin de mettre en évidence la propagation de la fissure ductile.

La rupture s'amorce au centre de l'éprouvette (Etat 1), là où le taux de porosité volumique atteint sa valeur maximale. Alors la résistance mécanique de l'éprouvette chute quasiment instantanément et les éléments se cassent en cascade dans la section nette de l'éprouvette préférentiellement (Etats 2 et 3). La fissure ou rupture ductile se propage de manière radiale dans la section minimale depuis le centre de l'éprouvette vers le fond d'entaille. Ces résultats de calculs sont conformes aux observations expérimentales, provenant notamment des travaux de thèse de Regrain [Regrain, 2009] : la rupture en traction monotone (et en fluage) des éprouvettes entaillées NT4 de polyamide 6 sec s'amorce au centre des éprouvettes et se propage de manière ductile en direction de la surface. Cette phase ductile est suivie d'une phase de rupture fragile qui correspond à l'avancée brutale de la fissure en périphérie, jusqu'à la surface de l'éprouvette. L'État 4 défini sur la Figure 4.19 peut être considéré comme la fin de l'étape de propagation ductile. En effet, dans la suite du calcul, les éléments restant en périphérie ne rompent pas. Le modèle utilisé ici étant un modèle de rupture ductile, il n'est pas capable de simuler la rupture de type fragile (qui n'est pas la résultante des phénomènes de cavitation et du fait que le taux de porosité a atteint une valeur critique) qui a lieu à la fin du processus de rupture, en périphérie de l'éprouvette.

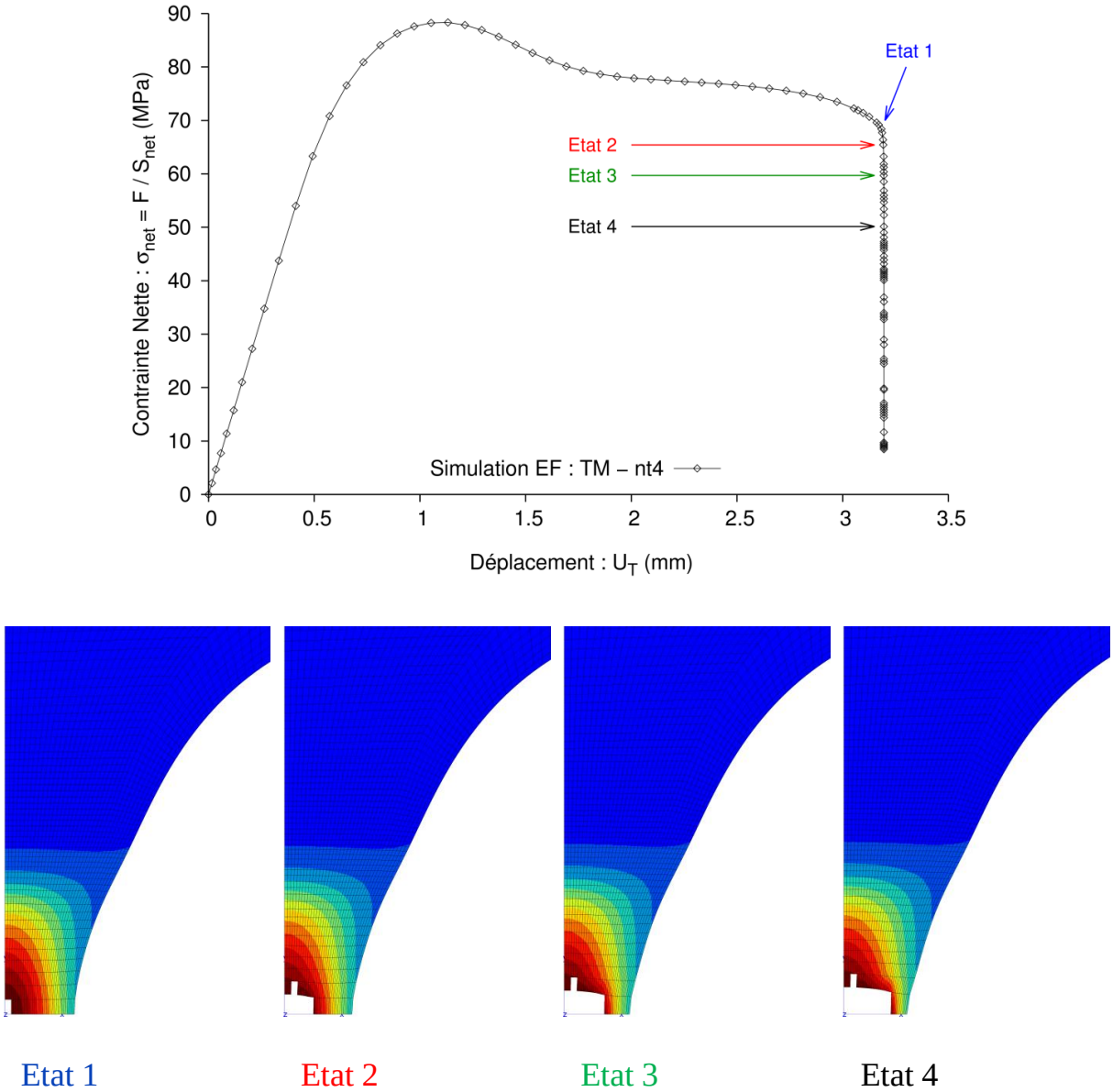


Figure 4. 19 *Simulation numérique de la rupture en traction monotone d'une éprouvette entaillée NT4 par érosion d'éléments selon un critère en taux de porosité critique.*

2.6.2. Fluage

Le critère de rupture dans le cas de l'essai de fluage à 71,5 MPa sur éprouvettes entaillées NT4 (éprouvette FL-C) est défini par un taux de porosité critique de 15 %. La Figure 4.18 représente la courbe de chargement de fluage obtenue par simulation numérique jusqu'à la rupture ainsi que les cartographies d'iso-valeurs de V_F correspondant aux éprouvettes déformées en différents points du calcul définis sur cette courbe de chargement. Les éléments rompus ne sont pas représentés sur ces cartographies.

De la même manière que pour la traction monotone, la rupture en fluage pour le matériau sec sur ces éprouvettes entaillées NT4 s'amorce au centre de l'éprouvette : dans la section nette et le long de l'axe de révolution (Etat 1). Ensuite, lorsque la fissure se propage dans la section nette de l'éprouvette selon la direction radiale, le déplacement de fluage augmente extrêmement rapidement (Etats 2 et 3). Enfin, l'état 4 correspond à la fin de la phase de propagation de fissure ductile pouvant être simulée par un modèle de type GTN puisque déterminée par la croissance de cavités et un critère en taux de porosité critique. Ensuite, le reste de l'éprouvette est rompu de manière fragile. Ce scénario de rupture en fluage est en accord avec les observations expérimentales de Regrain [Regrain, 2009] qui ont été détaillées au chapitre précédent dans la Section III.2.4.1 et illustrés par la Figure 3.31.

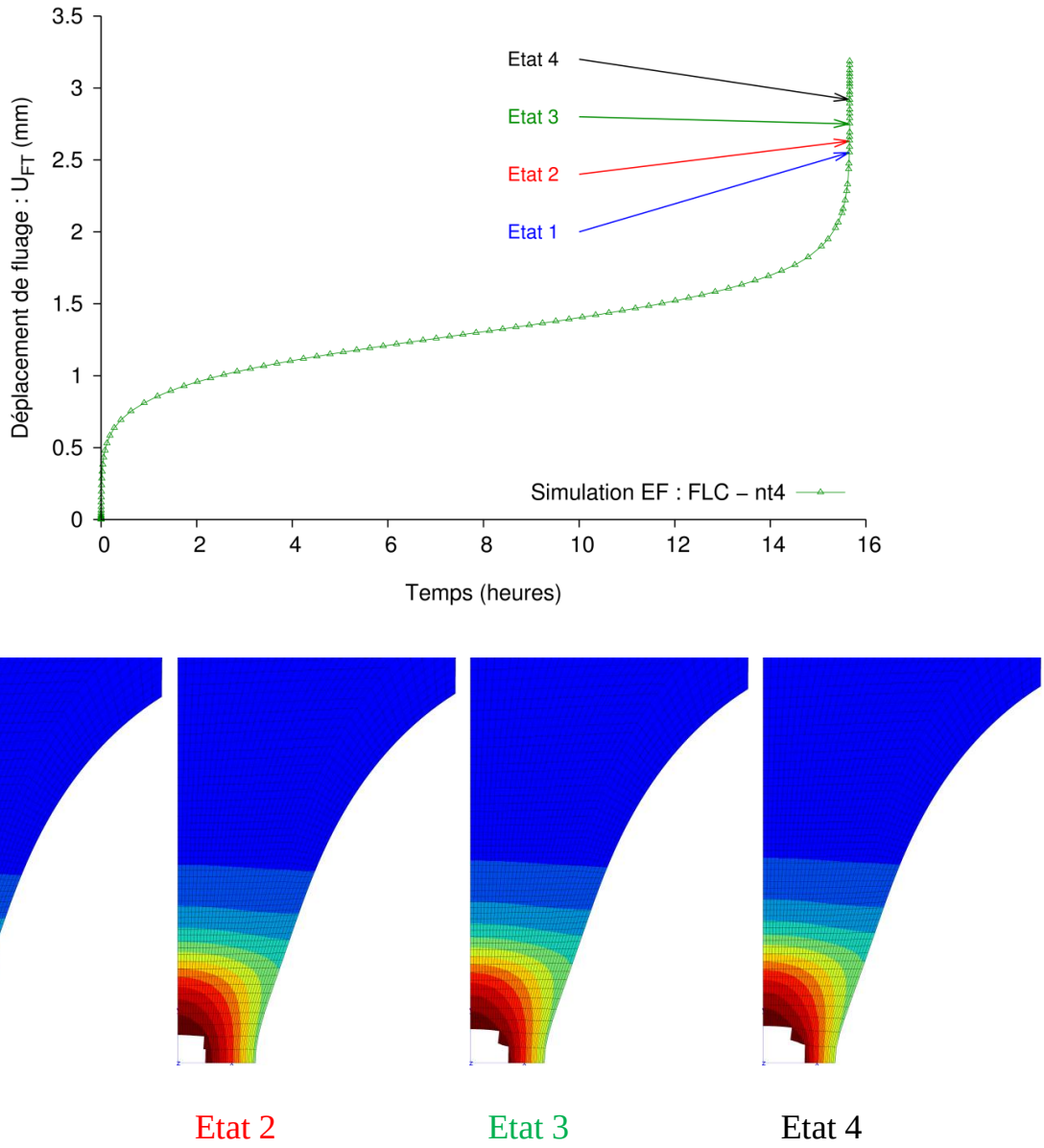


Figure 4. 20 *Simulation numérique de la rupture en fluage d'une éprouvette entaillée NT4 par érosion d'éléments selon un critère en taux de porosité critique.*

3. Eprouvettes entaillées NT045

Les pièces industrielles peuvent avoir des géométries complexes, voire même des défauts (fissures, entailles, piqures…) et sont donc soumises à des champs de contraintes non uniformes et localement multiaxiaux lors des sollicitations en service (traction monotone, fluage, fatigue ou combinaison…). Les éprouvettes entaillées NT045 étudiées tout au long de ce travail de thèse se caractérisent par un rayon de fond d'entaille faible comparable à celui de certaines de ces irrégularités géométriques (0,45 mm) et responsable d'un état de contrainte multiaxial présentant des gradients dans la zone entaillée. Cet état de contrainte est considéré comme un état de contrainte à triaxialité élevée ici.

L'étude numérique du comportement mécanique, de la cavitation et de la rupture en traction monotone et en fluage d'éprouvettes entaillées NT045 est présentée dans la suite. Elle se base sur les résultats expérimentaux présentés au chapitre précédent dans la Section III.3. De la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT4, des résultats de simulation numérique par calculs aux éléments finis en traction monotone et en fluage en utilisant un modèle d'endommagement multi-mécanismes simplifié développé par Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] ont fait l'objet d'une publication [Selles et al., 2017b].

3.1. Maillage et conditions aux limites

Le maillage des éprouvettes entaillées NT045 est représenté sur la Figure 4.21 et possède les mêmes caractéristiques que le maillage des éprouvettes entaillées NT4 présenté dans la section précédente. Les éléments sont axysimétriques linéaires (éléments *CAX* 4 de ZeBuLoN) et dans la section nette ce sont des carrés de 50 µm de côté. Les conditions aux limites imposées permettant de simplifier le maillage sont aussi représentées sur la Figure 4.19 : le déplacement horizontal est imposé nul le long de l'axe de révolution, tout comme le déplacement vertical au niveau de la section nette (caractérisée par un rayon R). Enfin, le repère de coordonnées est cylindrique (r, θ, z).

Rappelons que les éprouvettes entaillées NT045 utilisées lors de l'étude des phénomènes de cavitation en fluage et en traction monotone étaient des éprouvettes doublement entaillées (Figure 3.35). Néanmoins, il n'a pas été nécessaire de mailler les deux entailles, puisque le comportement d'une seule entaille est étudié au travers notamment du déplacement d'ouverture d'entaille ou déplacement laser. La distance L_0 entre la section nette de l'entaille et la tête de l'éprouvette est la même pour le maillage que pour les éprouvettes doublement entaillées. Le chargement (en déplacement pour la traction monotone ou en force pour le fluage) est imposé aux nœuds de l'arête supérieure. Pour la traction monotone, la force de réaction est déterminée en ces nœuds (expérimentalement la force de réaction est bien déterminée aux têtes de l'éprouvette) et le déplacement laser U_L correspond au déplacement du marqueur réfléchissant (Figure 4.21), positionné à 5 mm de la section nette. Pour le fluage, la force est imposée aux nœuds de l'arête supérieure et le déplacement laser de fluage U_{FL} est déterminé par le déplacement du nœud positionné au niveau du marqueur réfléchissant.

Enfin, la Figure 3.36 a permis de mettre en évidence la géométrie réelle des entailles de ces éprouvettes NT045 dans leur état non déformé. Une étude préliminaire a été menée afin d'évaluer l'influence du maillage soit idéalisé (une entaille parfaitement circulaire ayant un rayon de 0,45 mm) soit réaliste et reprenant la forme réelle non régulière de l'entaille [Selles et al., 2017b]. Les résultats numériques, en termes de comportement mécanique global mais aussi de distributions spatiales de

taux de porosité sont similaires pour les deux maillages et il a été décidé de travailler sur le cas général des entailles idéalisées (Figure 4.21).

Par ailleurs, les jeux de coefficients utilisés pour représenter numériquement les comportements de ces éprouvettes entaillées NT045 en traction monotone et en fluage sont présentés dans l'Annexe A1, dans les Tableaux A1.3 et A1.4 respectivement.

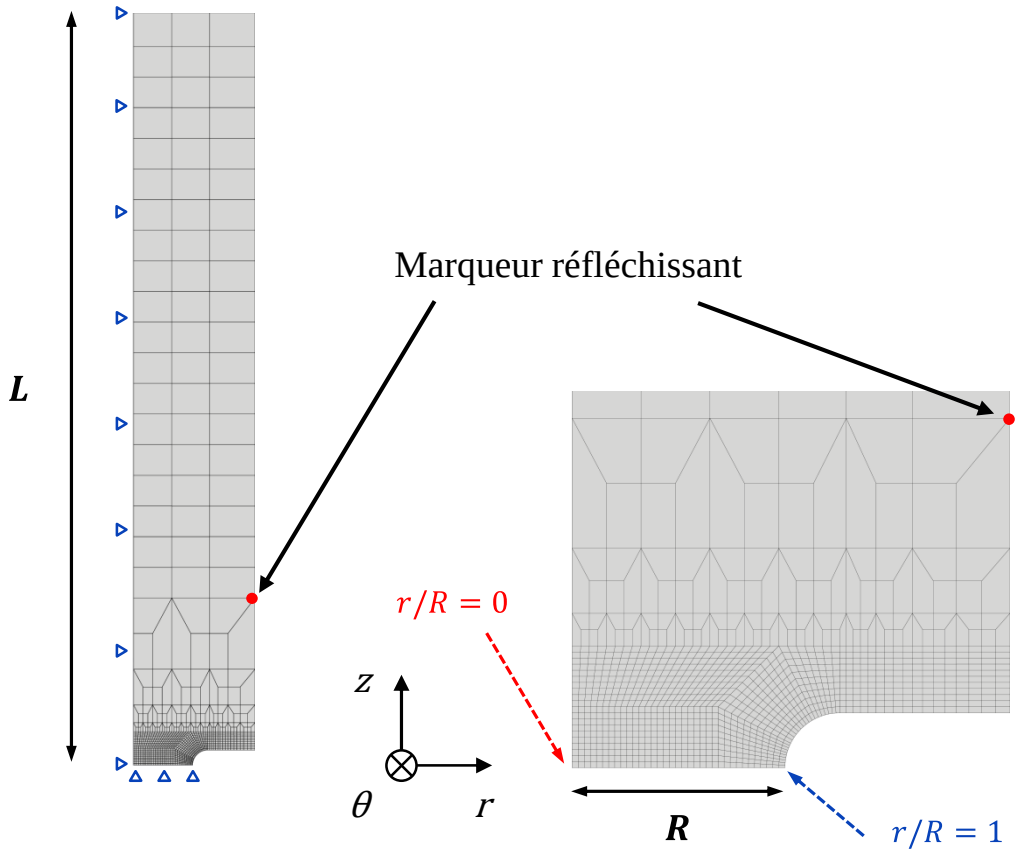


Figure 4. 21 *Maillage et conditions aux limites pour une éprouvette entaillée NT045.*

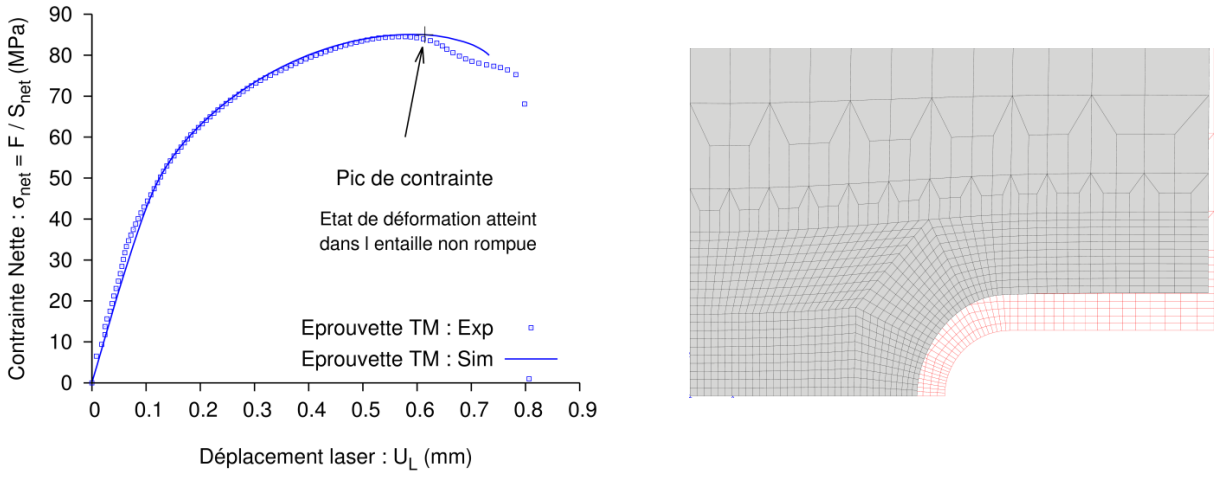
3.2. Comportement mécanique macroscopique

La comparaison des résultats expérimentaux et des résultats de simulation numérique par éléments finis concerne dans un premier temps la réponse mécanique globale des éprouvettes entaillées NT045 sollicitées en traction monotone et en fluage.

3.2.1. Traction monotone

L'évolution de la contrainte nette en fonction du déplacement U_L déterminé au niveau du marqueur réfléchissant est représentée sur la Figure 4.22.a par des symboles pour la courbe expérimentale et par une ligne continue pour la courbe numérique. Ces résultats sont en très bon accord jusqu'au pic de contrainte. Ensuite, le phénomène d'adoucissement et le léger plateau de contrainte avant la rupture

(qui n'est pas encore simulée ici) ne sont pas très bien reproduits par la simulation aux éléments finis. Le maillage de l'éprouvette déformée au pic de contrainte est représenté sur la Figure 4.22.b (l'état non déformé étant représenté par les lignes rouges). C'est cet état de déformation qui a été atteint au sein de l'entaille non rompue des éprouvettes doublement entaillées et qui a été étudié par tomographie au rayonnement synchrotron. Au pic de contrainte donc, l'entaille est toujours circulaire, le rayon en fond d'entaille a augmenté légèrement et le ré-entaillage (très léger sur éprouvettes entaillées NT045) n'est pas observé puisque la localisation de la déformation ne débute qu'à ce moment-là. Les résultats présentés en Annexe 2 permettent de mettre en évidence qu'il est possible, en changeant de jeu de coefficients, d'obtenir numériquement une courbe de chargement plus fidèle aux résultats expérimentaux. Cependant, avec ce jeu de coefficients, les résultats en termes d'endommagement et de rupture n'étaient pas satisfaisants.



a) b)

Figure 4. 22 Courbes de chargement de traction monotone sur éprouvettes NT045 (a) et maillage de l'éprouvette déformée au pic de contrainte (b). Résultats expérimentaux (symboles) et numériques (ligne continue).

3.2.2. Fluage

Les courbes de fluage expérimentales et numériques représentant l'évolution du déplacement laser de fluage U_{FL} (à gauche) et de la vitesse de déplacement laser de fluage V_{FL} (à droite) en fonction du temps de fluage sont représentées sur la Figure 4.23. Rappelons que les éprouvettes FL74, FL65 et FL55 ont été respectivement soumises à des contraintes nettes de fluage de 74 MPa, 65 MPa et 55 MPa. L'essai à 55 MPa n'a pas été mené jusqu'à la rupture d'une des entailles et a été interrompu pendant le stade de fluage secondaire.

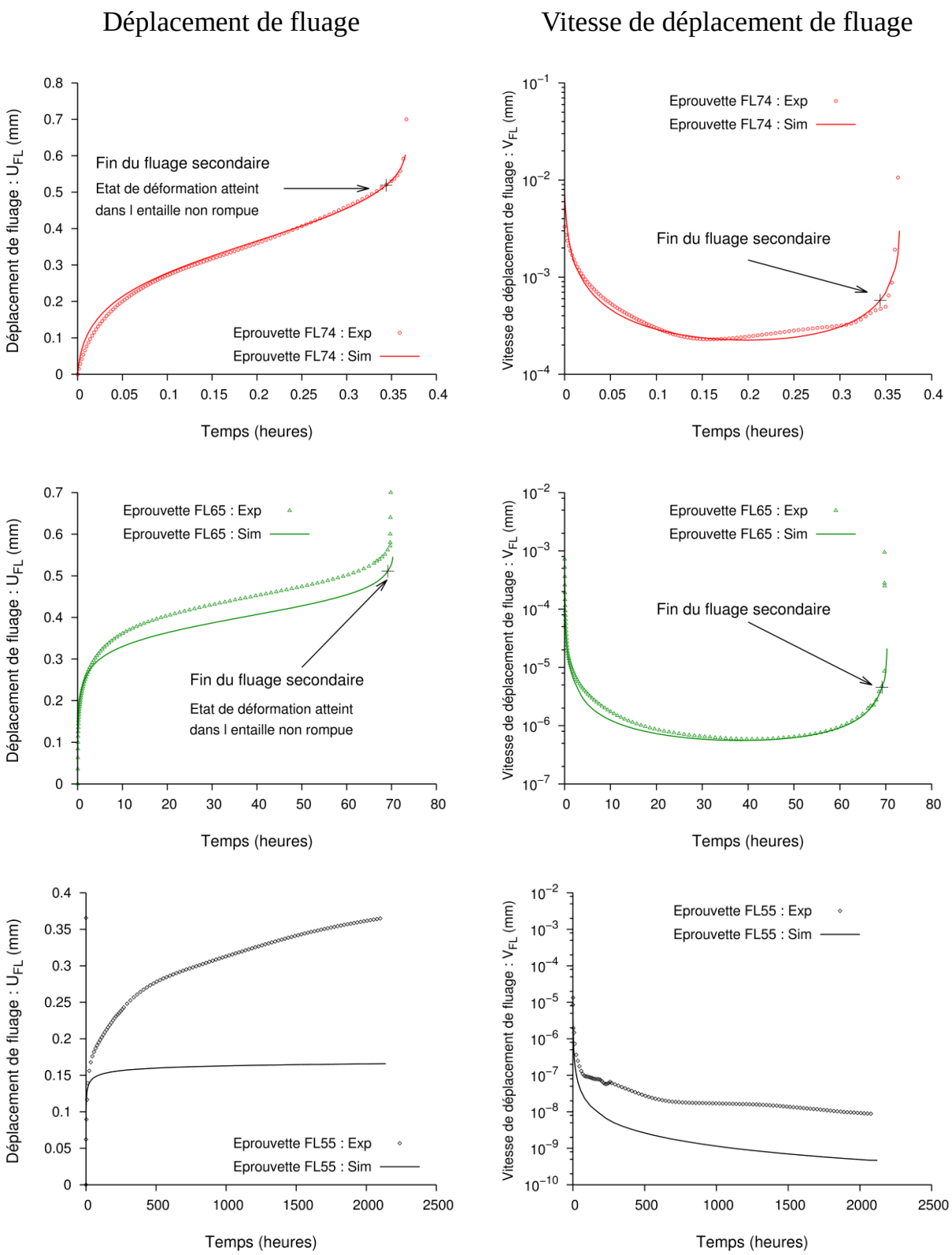


Figure 4. 23 *Courbes de chargement de fluage en déplacement (gauche) et en vitesse de déplacement (droite) sur éprouvettes entaillées NT045 – Résultats expérimentaux (symboles) et numériques (ligne continue).*

De la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT4, le modèle permet d'obtenir des courbes de fluage présentant les trois stades classiques : primaire, secondaire et tertiaire, le stade de fluage tertiaire étant très court. Pour les éprouvettes FL74 et FL65, les résultats numériques que ce soit en termes de déplacement ou de vitesse, de valeur de la vitesse minimale de fluage ou de temps de début de fluage tertiaire sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux. Le déplacement d'ouverture d'entaille de fluage pour l'éprouvette FL65 est néanmoins légèrement sous-estimé. Expérimentalement, les entailles non rompues qui ont été observées en tomographie ont été déformées jusqu'au début du stade de fluage tertiaire (ou fin du stade de fluage secondaire). Numériquement, les états de déformations étudiés correspondent donc aussi au début du stade de fluage tertiaire et sont représentés par des croix noires sur les courbes de chargement obtenues par simulation.

Enfin, le jeu de coefficients choisi afin de simuler le comportement en fluage de ces éprouvettes entaillées NT045, ne permet pas de reproduire de manière satisfaisante la courbe de chargement de l'essai mené à 55 MPa. Même si les tendances sont les mêmes, le déplacement ainsi que la vitesse de déplacement de fluage sont fortement sous-estimés. Les essais de fluage présentés dans cette section sont caractérisés par une large gamme de vitesse de déplacement allant de 10^{-2} mm/s à 10^{-8} mm/s dans le cas de l'éprouvette FL55. Les temps caractéristiques étudiés sont donc aussi très différents : l'éprouvette FL74 a rompu au bout de moins d'une heure alors que l'essai à 55 MPa a duré 3 mois sans mener à la rupture. A la fin du calcul par éléments finis, la vitesse de déplacement laser de fluage simulée est de 10^{-9} mm/s, soit une décade plus faible que la vitesse établie expérimentalement.

Nous en revenons alors aux différences de comportement en fluage (soit de comportement visco-plastique) aux basses et hautes contraintes du matériau Polyamide 6 de l'étude. En effet, il a été observé sur le matériau conditionné à HR50 (mais aussi sur le matériau sec [Regrain, 2009]), pour des éprouvettes lisses, que les données expérimentales représentant la vitesse minimale de déformation de fluage en fonction de la contrainte dans un diagramme logarithmique pouvaient être caractérisées par deux régimes linéaires (Figure 2.11) : un aux hautes contraintes et un aux basses contraintes. Les vitesses minimales de déplacement de fluage obtenues expérimentalement pour les éprouvettes FL74, FL65 et FL55 sont représentées par des carrés bleus sur la Figure 4.24 dans un diagramme logarithmique en fonction de la contrainte appliquée. Et ces données expérimentales ne peuvent pas être représentées par une même droite.

Rappelons que la formulation de Norton de la viscosité (loi puissance) donne une représentation linéaire de la vitesse minimale de déplacement de fluage en fonction de la contrainte appliquée dans un diagramme logarithmique. Et une des motivations de l'utilisation d'un modèle multi-mécanismes réside dans l'existence de cette bi-linéarité : le comportement visco-plastique est modélisé à partir de deux lois de Norton (Equation 4.11), ce qui permet de reproduire cette non-linéarité et les différences de comportement aux temps courts et aux temps longs. En effet, plusieurs essais de fluage sur éprouvettes entaillées NT045 à des contraintes comprises entre 45 et 74 MPa ont été simulés. Les résultats numériques en termes de vitesses minimales de déplacement de fluage sont représentés sur la Figure 4.24 : par des ronds rouges pour les hautes contraintes, supérieures à 58 MPa et par des triangles verts pour les basses contraintes, inférieures à 55 MPa. Et deux régimes peuvent être identifiés et représentés par des droites. Notons que la pente pour le régime aux hautes contraintes et la même que celle identifiée à partir des essais de fluage sur éprouvettes NT045 simplement entaillées (Figure 2.43) et que la pente aux basses contraintes et donc aux temps longs est plus faible.

Finalement, les résultats concernant les essais menés à 74 et 65 MPa (et plus généralement à hautes contraintes) sont très satisfaisants et le modèle est capable de simuler les deux régimes linéaires différents de la relation entre vitesse minimale de fluage et contrainte appliquée. Cependant, le jeu de coefficients choisi ne permet pas de rendre compte du comportement en fluage aux basses contraintes et donc notamment les courbes de fluage de l'éprouvette FL55. Mais le modèle utilisé ici, avec une optimisation différente des coefficients pourrait permettre de représenter de manière satisfaisante à la fois le comportement en fluage aux temps courts et aux temps longs. Il faudrait néanmoins pour cela disposer de données expérimentales solides concernant le comportement en fluage aux temps longs, et être ainsi capable de déterminer la pente du régime linéaire aux basses contraintes. Il faut aussi garder à l'esprit l'existence de gradients de vitesse de déformation de fluage pour les éprouvettes entaillées au sein même de l'entaille ce qui rend l'exercice encore plus délicat.

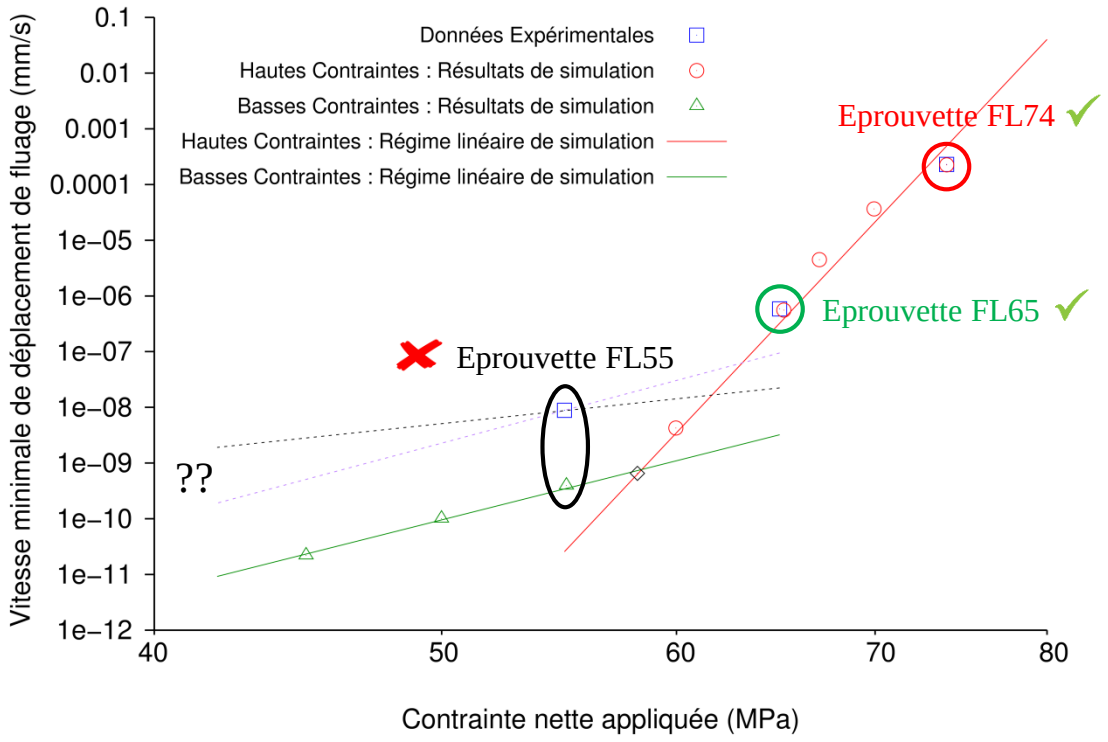


Figure 4. 24 *Différents régimes de vitesses minimales de déplacement de fluage en fonction de la contrainte appliquée. Comparaison des résultats expérimentaux et de simulation numérique. Eprouvettes entaillées NT045.*

3.3. Taux de porosité volumique

3.3.1. Iso-valeurs

Les cartographies d'iso-valeurs de taux de porosité volumique représentées sur la Figure 4.25 ainsi que les résultats numériques présentés dans la suite correspondent aux états caractéristiques de déformation renseignés sur les courbes de chargement numériques (Figures 4.22 et 4.23). Ces états sont ceux atteints expérimentalement par les entailles non rompues au moment de la localisation de la déformation dans l'autre entaille :

- au pic de contrainte pour l'éprouvette TM ;

- au début du stade de fluage tertiaire pour les éprouvettes FL74 et FL65 ;

- lorsque l'essai est interrompu, pendant le stade secondaire de fluage pour l'éprouvette FL55.

Ces cartographies permettent donc l'étude des distributions spatiales du taux de porosité volumique. L'évolution temporelle de ces gradients peut être appréhendée en considérant que l'éprouvette FL55 est dans un état de cavitation antérieur à celui des éprouvettes FL74 et TM qui sont-elles mêmes dans un état de cavitation antérieur à celui de l'éprouvette FL65.

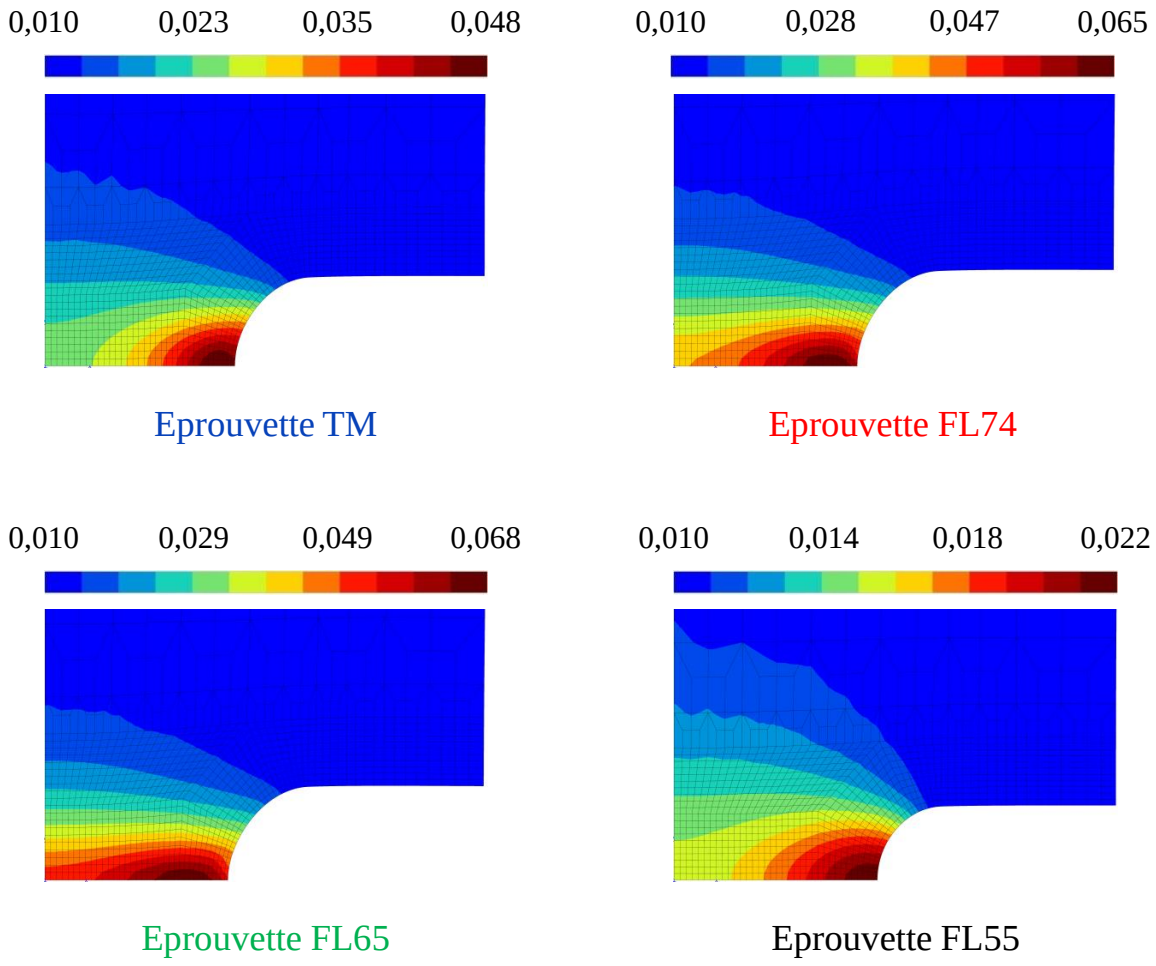


Figure 4. 25 *Cartographies des iso-valeurs de taux de porosité volumique V_F. Eprouvettes entaillées NT045.*

Pour les éprouvettes TM, FL74 et FL65, la valeur maximale du taux de porosité volumique est localisée dans la section nette, entre l'axe de révolution et le fond d'entaille, comme ce qui avait été observé et quantifié expérimentalement (Figures 3.39 et 3.43). De plus, ces cartographies permettent de mettre en évidence le fait que les zones fortement cavitées présentent une forme de « comète », dont la hauteur (dimension selon la direction axiale du chargement) est maximale à proximité de l'entaille, là où V_F est maximal, et qui s'affine ensuite en direction du centre de l'éprouvette. Ces

résultats numériques sont donc en bon accord avec les observations et résultats expérimentaux (Figure 3.44). L'état de cavitation au sein de l'éprouvette FL55 est légèrement différent, de la même manière que ce qui a été observé sur les images de tomographie (Figure 3.40). En effet, la valeur maximale du taux de porosité est très faible et localisée à proximité immédiate du fond d'entaille.

Du point de vue de l'évolution temporelle, la simulation numérique semble donc capable de capturer le fait que la cavitation se développe d'abord pendant le stade de fluage secondaire près de la surface d'entaille puis qu'elle progresse en direction du centre de l'éprouvette au cours de la déformation. Enfin, la simulation, aussi bien dans le cas de la traction monotone que du fluage, a tendance à sous-estimer les valeurs maximales de V_F qui restent très faibles pour tous les essais (voir Tableau 4.2).

3.3.2. Procédure de normalisation

Rappelons tout d'abord qu'au sein des éprouvettes entaillées NT045, les profils de taux de porosité volumique sont étudiés dans la section nette (en $z = 0$) pour une coordonnée radiale normalisée r / R variant de 0 au centre de l'éprouvette à 1 en fond d'entaille : il s'agit du profil radial.

Les valeurs maximales et minimales de V_F ainsi que leurs localisations respectives dans la section nette, obtenues expérimentalement ou par simulation numérique sont données dans le Tableau 4.2 pour les quatre éprouvettes étudiées. Ces valeurs permettent de normaliser les distributions radiales de V_F obtenues expérimentalement et par calculs aux éléments finis et donc de pouvoir les comparer. Comme cela a été évoqué précédemment, les valeurs maximales de taux de porosité numériques sont systématiquement sous-estimées par rapport aux résultats issus de l'étude des volumes de tomographie. En revanche, leurs localisations dans la section nette sont plutôt bien simulées. Notons aussi que les simulations numériques prévoient systématiquement des valeurs minimales localisées au centre des éprouvettes, le long de l'axe de révolution, alors qu'expérimentalement, ces valeurs numériques sont parfois localisées en fond d'entaille ($r / R = 1$ pour les éprouvettes FL74 et FL55) ou au centre de l'éprouvette ($r / R = 0$ pour les éprouvettes TM et FL65). En effet, la bande de matière sans cavités visibles en fond d'entaille observée en tomographie n'existe pas numériquement.

	Valeurs maximales				**Valeurs minimales**			
	V_F		r / R		V_F		r / R	
	Exp (%)	Num (%)	Exp (-)	Num (-)	Exp (%)	Num (%)	Exp (-)	Num (-)
TM	8,8	4,8	0,84	0,88	0	3	1	0
FL74	9,5	6,5	0,81	0,84	2	4,2	0	0
FL65	14,8	6,8	0,66	0,78	3,5	5	1	0
FL55	6	2,2	0,93	0,95	0	1,5	0	0

Tableau 4. 2 *Valeurs maximales et minimales du taux de porosité volumique V_F et localisations correspondantes dans la section nette. Eprouvettes entaillées NT045.*

3.3.3. Evolution radiale : du centre vers l'entaille de l'éprouvette

Les profils radiaux de taux de porosité volumique normalisés obtenus expérimentalement (symboles) et numériquement (lignes continues) sont représentés sur la Figure 4.26 et sont en bon accord pour l'ensemble des éprouvettes. Ces représentations permettent de mettre en évidence le fait que le modèle est capable de reproduire les gradients de V_F au sein de ces éprouvettes entaillées NT045 déformées en traction monotone et en fluage. Plus précisément, le modèle permet de rendre compte du fait que les états de cavitation dépendent de la géométrie de l'entaille et de sa sévérité, la valeur maximale de V_F n'étant plus localisée au centre comme pour les éprouvettes entaillées NT4.

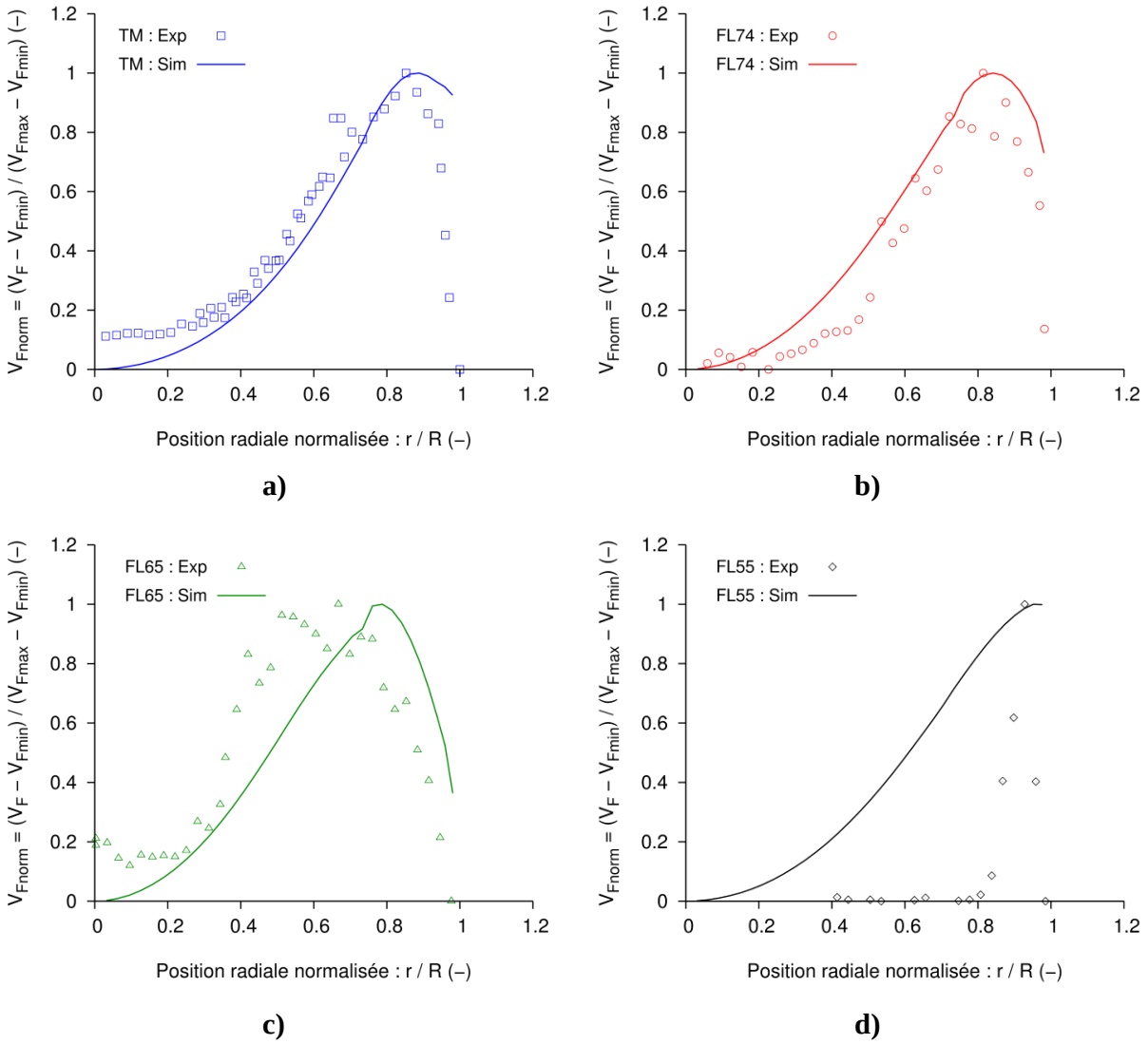


Figure 4. 26 *Evolution radiale du taux de porosité volumique normalisé V_{Fnorm} dans la section nette (z = 0) des éprouvettes NT045 déformées en traction monotone (a), en fluage à 74 MPa (b), en fluage à 65 MPa (c) et en fluage à 55 MPa (d).*

Les résultats concernant les éprouvettes TM et FL74 (Figures 4.26.a et 4.26.b respectivement) sont très satisfaisants et mènent à une discussion, entamée dans la section précédente, à propos de l'état de

cavitation en fond d'entaille. Numériquement, V_F est minimal en $r / R = 0$ et la bande de matière sans cavités visibles, désignée comme zone I sur la Figure 3.41 n'existe pas. Les gradients extrêmement forts obtenus expérimentalement à proximité de la surface d'entaille sont donc à étudier avec précaution en gardant à l'esprit le fait que la résolution des images de tomographie est limitée et ne permet pas d'observer l'ensemble des cavités existantes (plus précisément les plus petites).

Dans le cas de l'éprouvette FL65 (Figure 4.26.c), la valeur maximale de V_F obtenue numériquement est légèrement décalée en direction du centre de l'éprouvette ($r / R = 0{,}78$) par rapport aux résultats concernant les éprouvettes FL74 et TM. Cependant, ce décalage est moins important que celui observé expérimentalement (V_{Fmax} localisé en $r / R = 0{,}66$ sur le volume de tomographie), mais les profils numériques et expérimentaux présentent bien des tendances très similaires.

Enfin, le profil radial de taux de porosité volumique déterminé numériquement pour l'éprouvette FL55 ne présente pas les variations abruptes qui caractérisent les résultats expérimentaux. En effet, ce profil très marqué et présentant des gradients importants peut être relié au fait que ce sont les premiers stades de la cavitation qui sont étudiés au sein de cette éprouvette et donc des cavités très petites. La simulation numérique rend donc bien compte du fait que la valeur maximale de V_F est localisée en fond d'entaille (en $r / R = 0{,}93$ expérimentalement et en $r / R = 0{,}95$ numériquement). Cependant, elle prévoit des gradients de taux de porosité moins importants et une évolution radiale plus progressive.

Des résultats complémentaires sont proposés dans l'Annexe A1.3. Des calculs en traction monotone et en fluage ont été mené sur éprouvettes NT045 en utilisant les jeux de coefficients identifiés à partir des résultats sur éprouvettes NT4 et vice-versa. Et les simulations numériques prévoient bien une localisation de la valeur maximale de V_F au centre pour les éprouvettes NT4 et entre le centre et le fond d'entaille pour les éprouvettes NT045. Et ces résultats permettent de mettre en évidence que le modèle peut, à partir d'un unique jeu de coefficient, rendre compte des différentes distributions spatiales de V_F qui sont fonction de la géométrie de l'éprouvette et donc de l'état de contrainte.

3.3.4. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique

Les cartographies d'iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes τ et de pression hydrostatique σ_m sont représentées pour l'essai de traction monotone (éprouvette TM) sur la Figure 4.27 pour trois états de déformation caractérisés par la valeur du déplacement : $U_L = 0{,}1$ mm (à gauche), $U_L = 0{,}3$ mm (au centre) et $U_L = 0{,}6$ mm qui correspond au pic de contrainte (à droite). La même représentation est adoptée sur la Figure 4.28 pour l'éprouvette soumise à un essai de fluage à 74 MPa (FL74) pour trois états de déformation caractérisés par la valeur du temps de fluage : $t_F = 0$ s soit la fin de la mise en charge (à gauche), $t_F = 200$ s soit la fin du stade de fluage primaire (au centre) et $t_F = 1250$ s qui correspond à la fin du stade fluage secondaire (à droite). Les évolutions temporelles (soit au cours de la déformation) des distributions spatiales de ces grandeurs caractéristiques du champ de contrainte sont similaires en traction monotone et en fluage.

Il est très intéressant d'observer que, pour les deux types de chargement, la valeur maximale du taux de triaxialité des contraintes est systématiquement localisée au centre de l'éprouvette, du début à la fin des essais, quel que soit l'état de déformation. Ces distributions radiales de τ dans la section nette des éprouvettes ne semblent donc pas être à l'origine des profils radiaux du taux de porosité volumique présentant une valeur maximale localisée entre l'axe de révolution et le fond d'entaille et qui se déplace

au cours de la déformation de la surface d'entaille vers le centre de l'éprouvette (Figure 4.26). En revanche, les distributions spatiales de pression hydrostatique σ_m présentent d'importantes similitudes avec celles du taux de porosité volumique. En début d'essai (U_L = 0,1 mm et t_F = 0 s), lorsque le rayon de fond d'entaille est toujours suffisamment petit, la valeur maximale de σ_m dans la section nette est localisée à peu près en r / R = 0,8. Ensuite, lorsque les essais se poursuivent, le déplacement d'ouverture d'entaille augmente, le rayon en fond d'entaille aussi et la valeur maximale de σ_m se décale en direction du centre de l'éprouvette. Au pic de contrainte en traction monotone et à la fin du stade secondaire en fluage, la valeur maximale de σ_m est localisée au centre des éprouvettes.

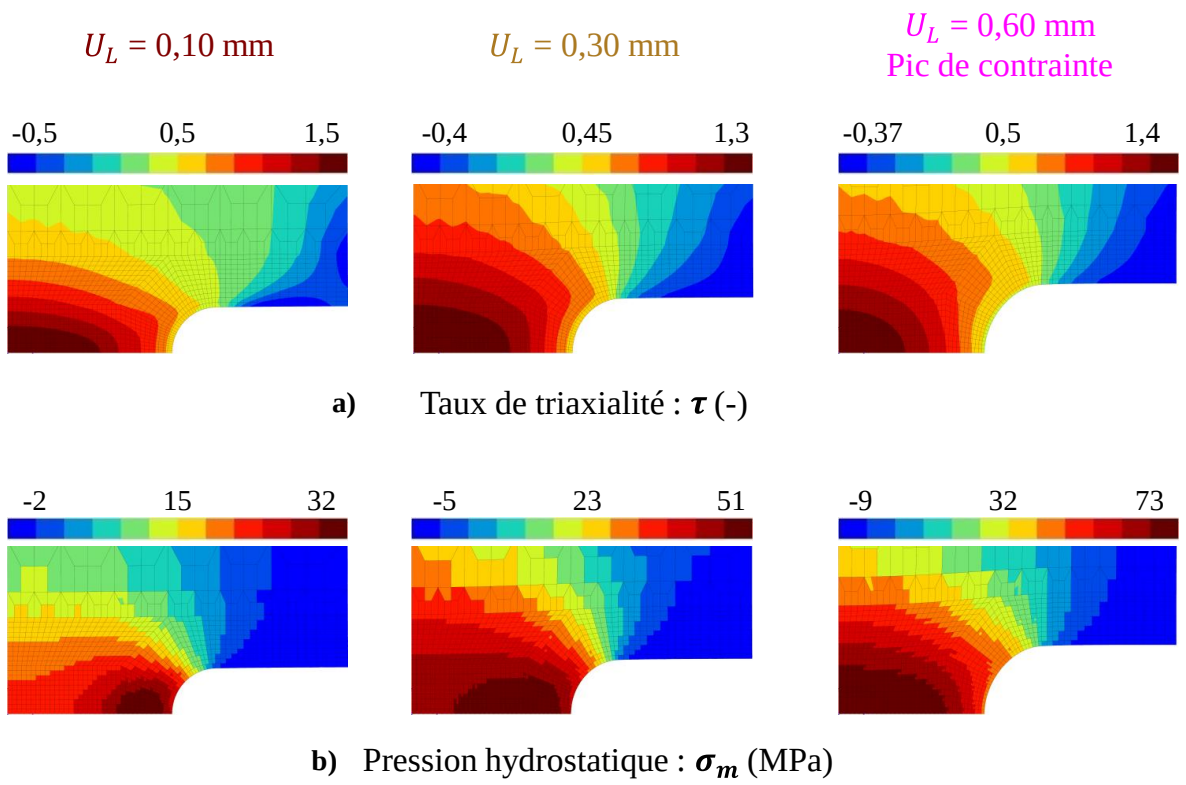


Figure 4. 27 *Cartographie des iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes τ (a) et de pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b). Eprouvette déformée en traction monotone :* U_L *= 0,10 mm (gauche),* U_L *= 0,30 mm (centre) et* U_L *= 0,60 mm soit au pic de contrainte (droite).*

Finalement, la pression hydrostatique plutôt que la triaxialité des contraintes semble bien être la force motrice responsable du développement de la cavitation et de l'augmentation du taux de porosité volumique au sein d'une structure soumise à des sollicitations en traction monotone ou en fluage. De plus, il est important de prendre en compte l'historique de chargement, et donc l'évolution de l'état de contrainte au cours du temps et de la déformation. Cet aspect n'a pas pu être mis en évidence dans la section précédente traitant des éprouvettes NT4 puisque dans la section nette les distributions radiales de τ, σ_{RR}, $\sigma_{\theta\theta}$ ou σ_m présentaient des profils paraboliques avec une valeur maximale localisée au centre des éprouvettes tout au long des essais. Un changement de localisation des valeurs maximales est observé lors de la déformation des éprouvettes entaillées NT045 du fait de l'augmentation du rayon en fond d'entaille : l'entaille peut être initialement considérée comme une singularité émoussée puis réellement comme une entaille (de comportement similaire à l'entaille des éprouvettes NT4) lorsque le rayon augmente.

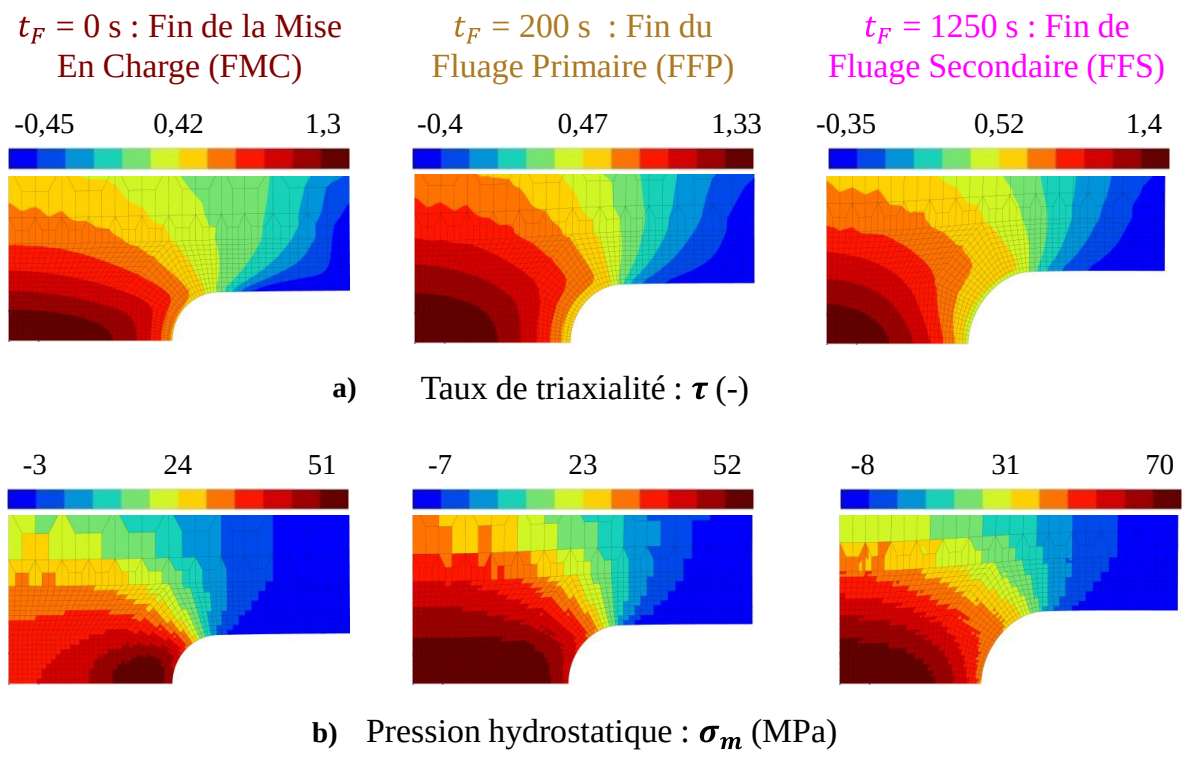
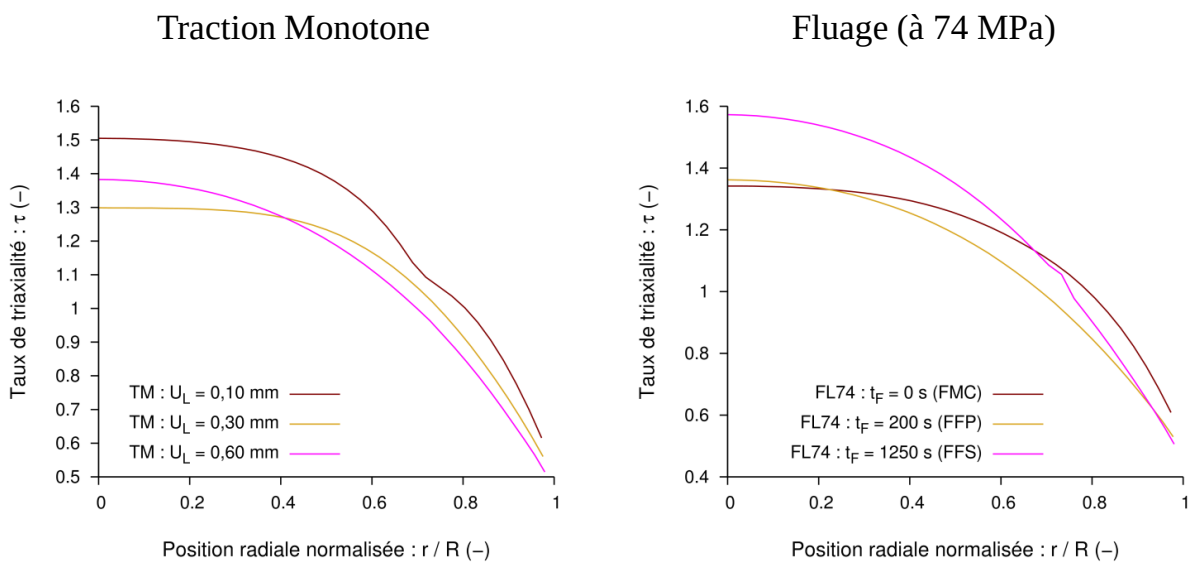
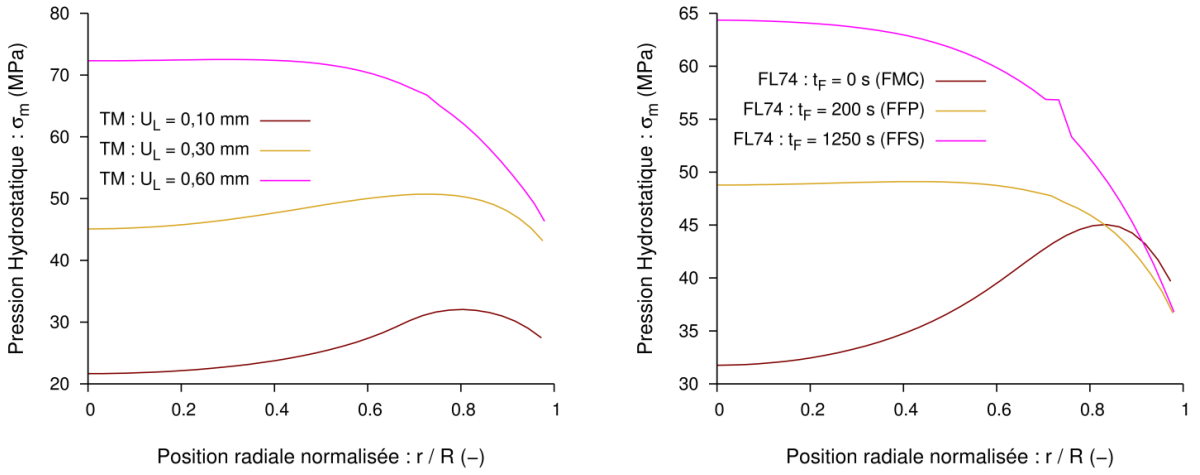


Figure 4. 28 *Cartographie des iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes τ (a) et de pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b). Eprouvette déformée en fluage à 74 MPa :* t_F *= 0 s (à gauche),* t_F *= 200 s (au centre) et* t_F *= 1250 s (à droite).*

Ces résultats sont présentés sous une forme différente sur la Figure 4.29.a (respectivement sur la Figure 4.29.b) : il s'agit de l'évolution temporelle (en des états de déformation différents) de la distribution radiale (dans la section nette) du taux de triaxialité des contraintes (respectivement de la pression hydrostatique). Les profils radiaux de σ_m au pic de contrainte en traction monotone (U_L = 0,6 mm) ou en fin de stade secondaire en fluage (t_F = 1250 s) ne permettent donc pas d'expliquer la localisation de la valeur maximale de V_F entre le centre et la surface d'entaille en ces points caractéristiques des courbes de chargement. Les stades de déformation précédents le peuvent. Avant le pic de contrainte et la fin du stade de fluage secondaire, la croissance des cavités est importante à proximité du fond d'entaille du fait de la distribution radiale de σ_m dans la section nette. La valeur maximale de σ_m se décale en direction de l'axe de révolution des éprouvettes au fur et à mesure que le déplacement d'ouverture d'entaille augmente. Cependant, l'état de cavitation n'est pas instantanément dicté par la distribution spatiale de pression hydrostatique qui renseigne plutôt sur la cinétique de croissance des cavités. L'état de pression hydrostatique au pic de contrainte et en fin de fluage secondaire permet seulement de conclure qu'en ces instants, les cavités grossissent plus vite au centre qu'en fond d'entaille. Finalement, le décalage de la valeur maximale de V_F du fond d'entaille (éprouvette FL55) en direction de l'axe de révolution (éprouvette FL74 puis éprouvette FL65) au cours de la déformation macroscopique est en très bon accord avec celui de la pression hydrostatique σ_m. Et la pression hydrostatique semble être la grandeur mécanique locale et scalaire issue du champ de contrainte pouvant être considérée comme la force motrice de la croissance des cavités, plutôt que la triaxialité des contraintes.



a) Taux de triaxialité : $\boldsymbol{\tau}$ (-)



b) Pression hydrostatique : $\boldsymbol{\sigma_m}$ (MPa)

Figure 4. 29 *Evolution radiale du taux de triaxialité des contraintes τ (a) et de la pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b) en différents instants. Eprouvette entaillée NT045 déformée en traction monotone (gauche) et en fluage à 74 MPa (droite).*

3.4. Morphologie des cavités et état de contrainte

Un des objectifs de cette étude est d'établir le lien entre différents états de contraintes multiaxiaux et les états correspondants de cavitation et d'en caractériser l'anisotropie. Le modèle GTN étant un modèle d'endommagement isotrope et la variable scalaire V_F ne pouvant pas rendre compte de cette anisotropie, les dimensions caractéristiques des cavités sont comparées aux évolutions temporelles et spatiales des composantes correspondantes du tenseur des contraintes de Cauchy. En effet, la section précédente a permis de mettre en évidence le lien entre état de cavitation (au travers du taux de

porosité volumique) et pression hydrostatique, grandeur mécanique faisant intervenir ces composantes du tenseur des contraintes de Cauchy. La contrainte radiale σ_{RR} est donc comparée au diamètre d_R, la contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ est comparée au diamètre d_θ et la contrainte axiale σ_{ZZ} est comparée à la hauteur h_Z.

3.4.1. Etat de contrainte : Iso-valeurs

Sur la Figure 4.30, les cartographies d'iso-valeurs de contrainte radiale σ_{RR}, contrainte tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ et contrainte axiale σ_{ZZ} sont représentées pour les trois états de déformation en traction monotone présentés précédemment (Figure 4.26). Les évolutions temporelles des distributions spatiales de ces trois composantes du tenseur des contraintes au cours de la déformation sont similaires en traction monotone et en fluage et les cartographies équivalentes en fluage sont présentées dans l'Annexe A2 (Figure A2.2).

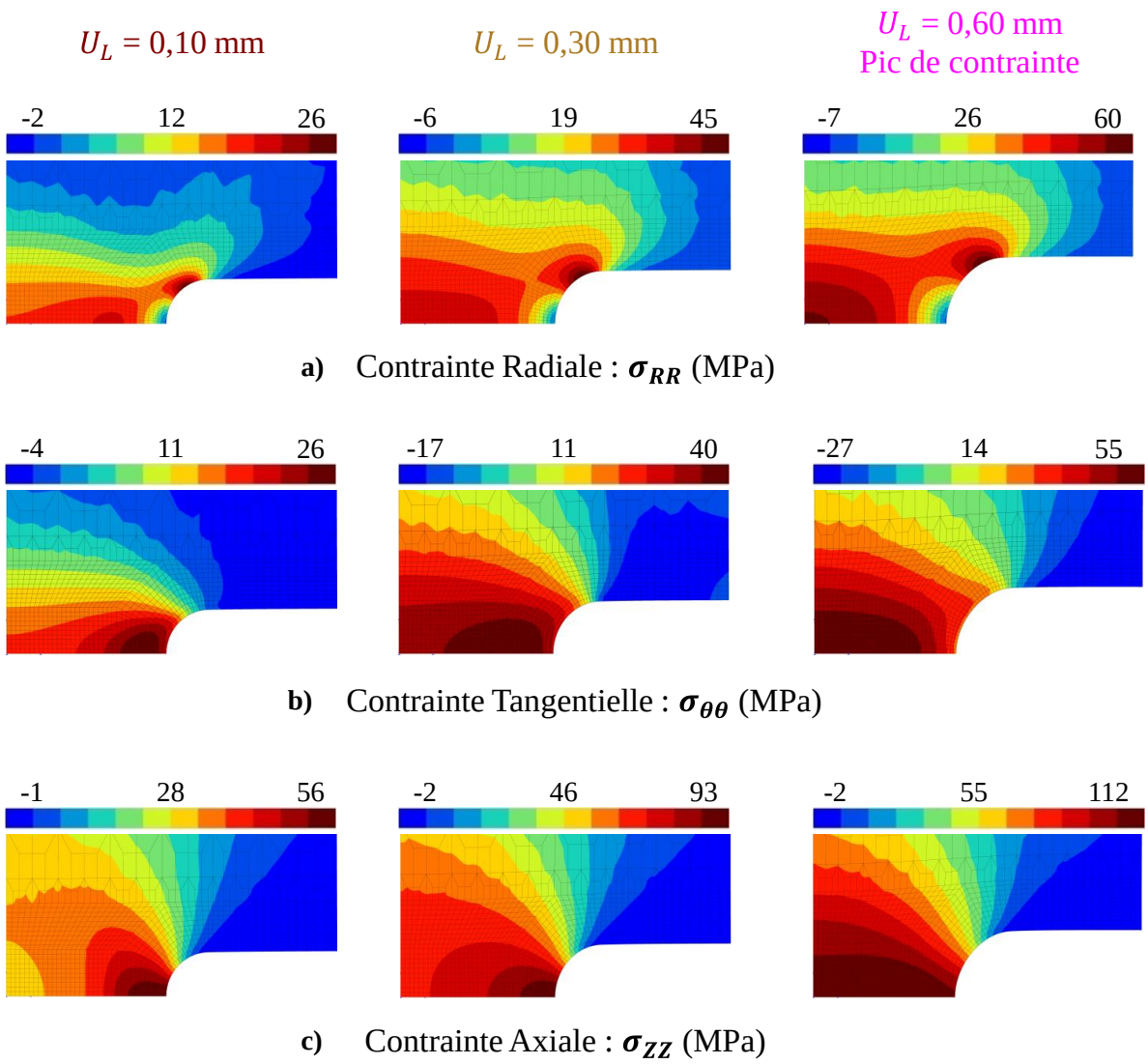


Figure 4. 30 *Cartographie des iso-valeurs de contraintes radiale σ_{RR} (a) tangentielle $\sigma_{\theta\theta}$ (b) et axiale σ_{ZZ} (c). Eprouvette déformée en traction monotone : U_L = 0,10 mm (gauche), U_L = 0,30 mm (centre) et U_L = 0,60 mm soit au pic de contrainte (droite).*

En début d'essai, lorsque le déplacement d'ouverture d'entaille est encore faible, et donc lorsque le rayon de fond d'entaille n'a que très peu augmenté (U_L = 0,1 mm et t_F = 0 s), les valeurs maximales des contraintes radiale et tangentielle dans la section nette sont localisées entre le centre des éprouvettes et la surface d'entaille et celle de la contrainte axiale à proximité immédiate du fond d'entaille. Lorsque la déformation augmente (U_L = 0,3 mm et t_F = 200 s), les valeurs maximales des contraintes radiale et tangentielle dans la section nette se décalent en direction de l'axe de révolution des éprouvettes. Néanmoins, la valeur maximale de $\sigma_{\theta\theta}$ se décale moins rapidement que celle de σ_{RR} et ces cartographies montrent bien le fait que ces deux composantes du tenseur des contraintes présentent des gradients différents dans la section nette d'éprouvettes entaillées. La valeur maximale de σ_{ZZ} reste localisée en fond d'entaille. Enfin, au pic de contrainte (U_L = 0,6 mm) et en fin de fluage secondaire (t_F = 1250 s) et donc aux états de déformation atteints par les entailles non rompues observées en tomographie, les composantes radiale et tangentielle du tenseur des contraintes présentent des valeurs maximales localisées au centre de l'éprouvette, le long de l'axe de révolution (r / R = 0) et la contrainte axiale est presque uniforme dans la section nette. En début d'essai, l'entaille de rayon 0,45 mm doit donc plutôt être considérée comme une singularité émoussée. Ensuite, le rayon de fond d'entaille augmente avec le déplacement d'ouverture d'entaille et la distribution des contraintes devient similaire à celle observée au sein des éprouvettes entaillées NT4 avant le phénomène de ré-entaillage.

3.4.2. Evolution radiale des dimensions caractéristiques des cavités

Il s'agit maintenant d'étudier plus en détails la relation entre contrainte radiale et diamètre d_R des cavités dans la section nette des éprouvettes TM, FL74 et FL65. Ainsi, sur la Figure 4.31 (à gauche), l'évolution radiale de d_R est représentée sur l'axe des ordonnées de gauche et l'évolution radiale de σ_{RR} sur l'axe des ordonnées de droite pour les trois éprouvettes. Rappelons que l'état de cavitation et la morphologie des porosités ont été étudiés au sein des entailles non rompues et déformées jusqu'au pic de contrainte en traction monotone et à la fin du stade secondaire en fluage. Cependant, l'influence des états de contraintes antérieurs sur l'état de cavitation en un instant donné étant établie, le profil radial de σ_{RR} est tracé pour les temps caractéristiques correspondant à U_L = 0,1 mm, 0,3 mm et 0,6 mm (pic de contrainte) pour la traction monotone et à la fin de la mise en charge (FMC), à la fin du fluage primaire (FFP) et à la fin du fluage secondaire (FFS) en fluage. Expérimentalement, la valeur maximale du diamètre d_R des cavités au pic de contrainte en traction monotone et en fin de stade secondaire en fluage est localisée entre le fond d'entaille et le centre des éprouvettes (à la coordonnée radiale normalisée correspondant à la localisation de la valeur maximale de V_F). Il est alors clair que la distribution radiale de σ_{RR} dans la section nette en ces points des courbes de chargement ne permet pas de rendre compte de la distribution radiale de d_R. Et il est donc primordial d'étudier l'historique de l'état de contrainte. En effet, la distribution radiale de σ_{RR} en U_L = 0,1 mm ou en t_F = 0 s (Fin MEC) permet d'expliquer cette localisation de la valeur maximale de d_R mais aussi de rendre compte de manière continue de l'évolution radiale de d_R.

De la même manière, la distribution radiale de la hauteur h_Z des cavités est comparée à la distribution radiale de la contrainte axiale σ_{ZZ} en différents instants pour les trois éprouvettes sur la Figure 4.31 (à droite). Au sein de ces éprouvettes entaillées NT045, h_Z varie très peu dans la section nette. Cette absence de gradient peut être expliquée par le fait que les distributions radiales de σ_{ZZ} dans la section nette ne présente pas non plus de fortes variations. En effet, lors des premiers stades de la déformation (en U_L = 0,1 mm ou à la fin de la mise en charge en fluage en t_F = 0 s), la différence entre la valeur minimale de la contrainte axiale localisée au centre et la valeur maximale localisée en fond d'entaille

ne dépasse pas les 25 MPa. Ensuite, le profil radial de σ_{ZZ} s'aplati rapidement et les variations dans la section nette deviennent très faibles. Rappelons par ailleurs que quantitativement, les cavités observées en tomographie avaient des hauteurs h_Z plus importantes en fond d'entaille que vers le centre. Cela n'est pas retranscrit par les données quantitatives issues du traitement des images de tomographie mais cette différence entre le centre et le fond d'entaille est prévue numériquement par le profil de la contrainte axiale σ_{ZZ}.

Finalement, le cas de ces éprouvettes entaillées NT045 est différent de celui des éprouvettes entaillées NT4 puisque l'état de contrainte et les distributions spatiales de σ_{RR}, $\sigma_{\theta\theta}$ et σ_{ZZ} varient fortement au cours des essais et de l'augmentation du rayon en fond d'entaille. Les différentes composantes du tenseur des contraintes obtenues numériquement en un point de la courbe de chargement ne permettent pas de représenter de manière continue les distributions spatiales des dimensions caractéristiques des cavités. En effet, de la même manière que pour le taux de porosité volumique, relié à l'évolution de la pression hydrostatique, les gradients de morphologie de cavités sont le résultat de l'ensemble de l'historique de chargement et donc de l'historique des distributions de la composante du tenseur des contraintes correspondante.

3.4.3. Evolution radiale des facteurs de forme des cavités

L'anisotropie des cavités a été étudiée expérimentalement à partir des facteurs de forme A_D (Equation 3.4) et A_H (Equation 3.5). Pour les éprouvettes TM, FL74 et FL65, les évolutions radiales de ces facteurs de forme sont comparées sur la Figure 4.32 à celles des facteurs de forme numériques A_{DEF} (Equation 4.23), à gauche, et A_{HEF} (Equation 4.24), à droite. De la même manière que pour les dimensions caractéristiques des cavités précédemment, l'évolution temporelle du champ de contrainte est prise en compte. Les distributions radiales des facteurs de forme obtenues expérimentalement sont comparées à celles des facteurs de forme obtenus par simulation numériquement en différents instants (définis précédemment). Notons néanmoins tout de suite que A_{DEF} et A_{HEF} présentent les mêmes évolutions radiales tout au long des essais de traction monotone et de fluage, quel que soit l'état de déformation atteint.

L'état de contrainte obtenu numériquement au pic de contrainte en traction monotone et en fin de stade secondaire en fluage permet de rendre compte de l'anisotropie des cavités dans le plan circonférentiel ($r\theta$). A proximité du fond d'entaille, les cavités sont ovalisées et allongées préférentiellement selon la direction tangentielle et la composante tangentielle du tenseur des contraintes est plus grande que la composante radiale. L'utilisation du facteur numérique A_{DEF} afin de rendre compte de manière continue de l'évolution radiale du facteur de forme A_D des cavités obtenu à partir du traitement des images de tomographie en intensité réelle est satisfaisante. L'aspect temporel n'est pas visible ici, de la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT4 car le facteur de forme A_{DEF} obtenu numériquement présente le même profil radial tout au long des essais de traction monotone et de fluage.

En revanche, le facteur de forme numérique A_{HEF}, obtenu à partir du champ de contrainte, ne permet pas de rendre compte de l'évolution radiale de l'anisotropie des cavités dans le plan (rz), quel que soit l'état de déformation considéré. Cela peut s'expliquer notamment par le fait que les variations radiales de σ_{RR} deviennent négligeable face à celles de σ_{ZZ} étant donnée la différence d'ordre de grandeur de ces deux composantes.

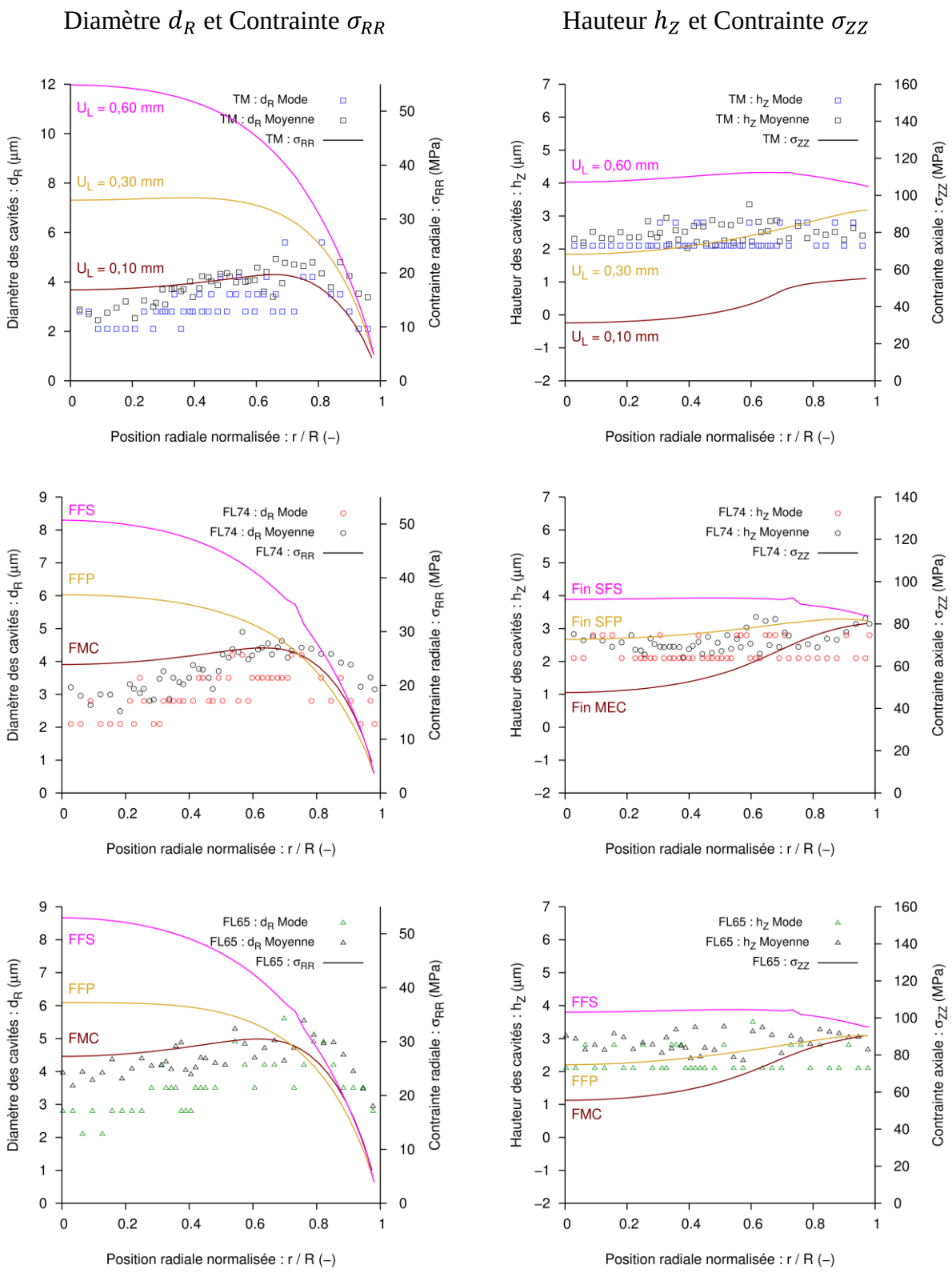


Figure 4. 31 *Evolutions radiales du diamètre d_R (gauche) et de la hauteur h_Z (droite) des cavités comparées respectivement à celles de la contrainte radiale $\boldsymbol{\sigma_{RR}}$ et de la contrainte axiale $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$. Eprouvettes entaillées NT045 déformées en traction monotone et en fluage.*

Facteurs de forme A_D et A_{DEF} Facteurs de forme A_H et A_{HEF}

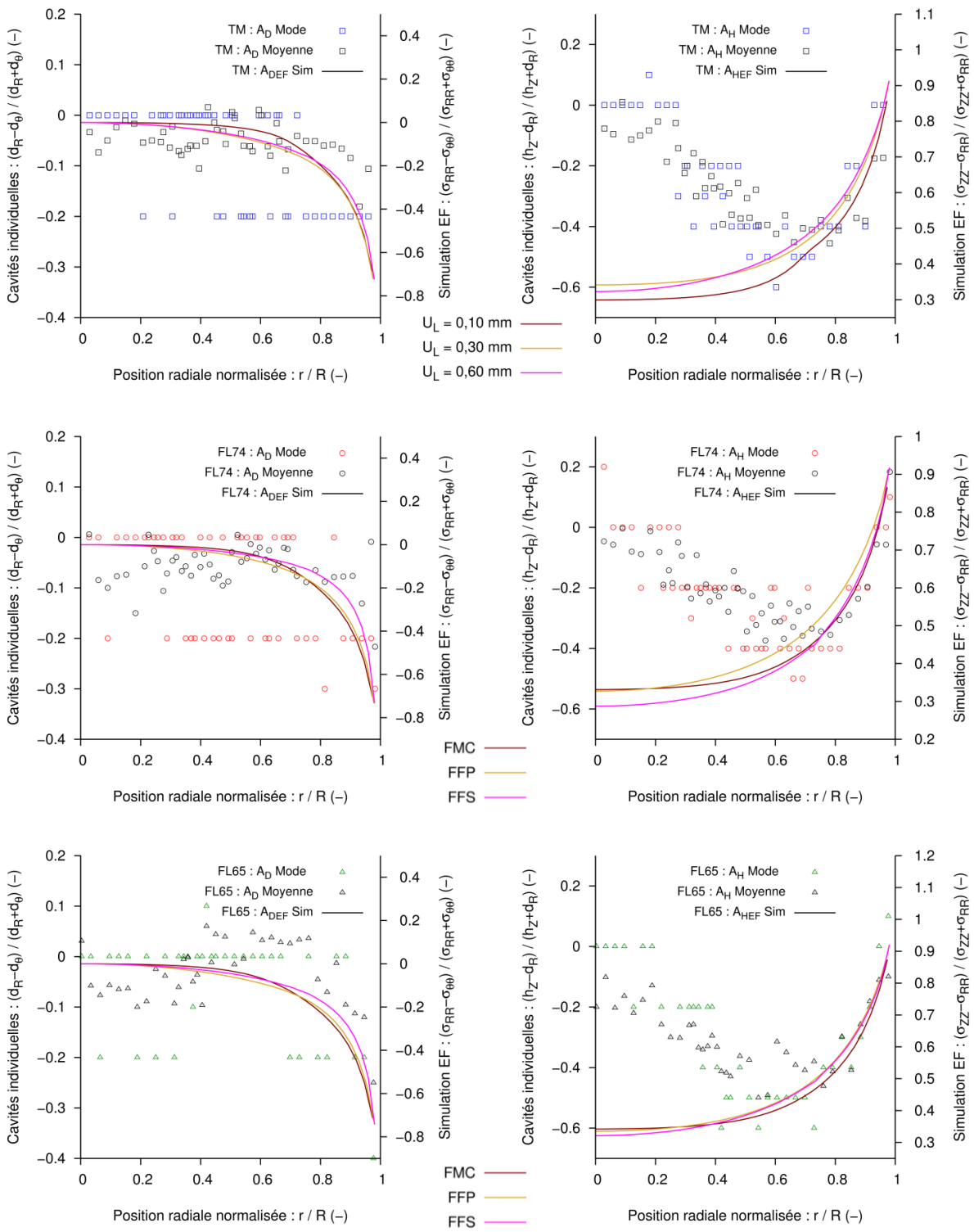


Figure 4. 32 *Evolutions radiales des facteurs de forme des cavités A_D (gauche) et A_H (droite) comparées respectivement à celles des facteurs obtenus numériquement A_{DEF} et A_{HEF}. Eprouvettes entaillées NT045 déformées en traction monotone et en fluage.*

3.5. Rupture

3.5.1. Traction monotone

Le critère de rupture dans le cas de l'essai de traction monotone sur éprouvettes entaillées NT045 est défini par un taux de porosité critique de 10 %. Lorsque le taux de porosité global est égal ou supérieur à 10 % sur l'ensemble des points de Gauss d'un élément alors cet élément est considéré comme cassé. La Figure 4.33 représente la courbe de chargement de traction monotone obtenue par simulation numérique jusqu'à la rupture ainsi que les cartographies d'iso-valeurs de V_F correspondant à l'éprouvette déformée en différents points du calcul définis sur cette courbe de chargement. Les éléments rompus ne sont pas représentés sur ces cartographies.

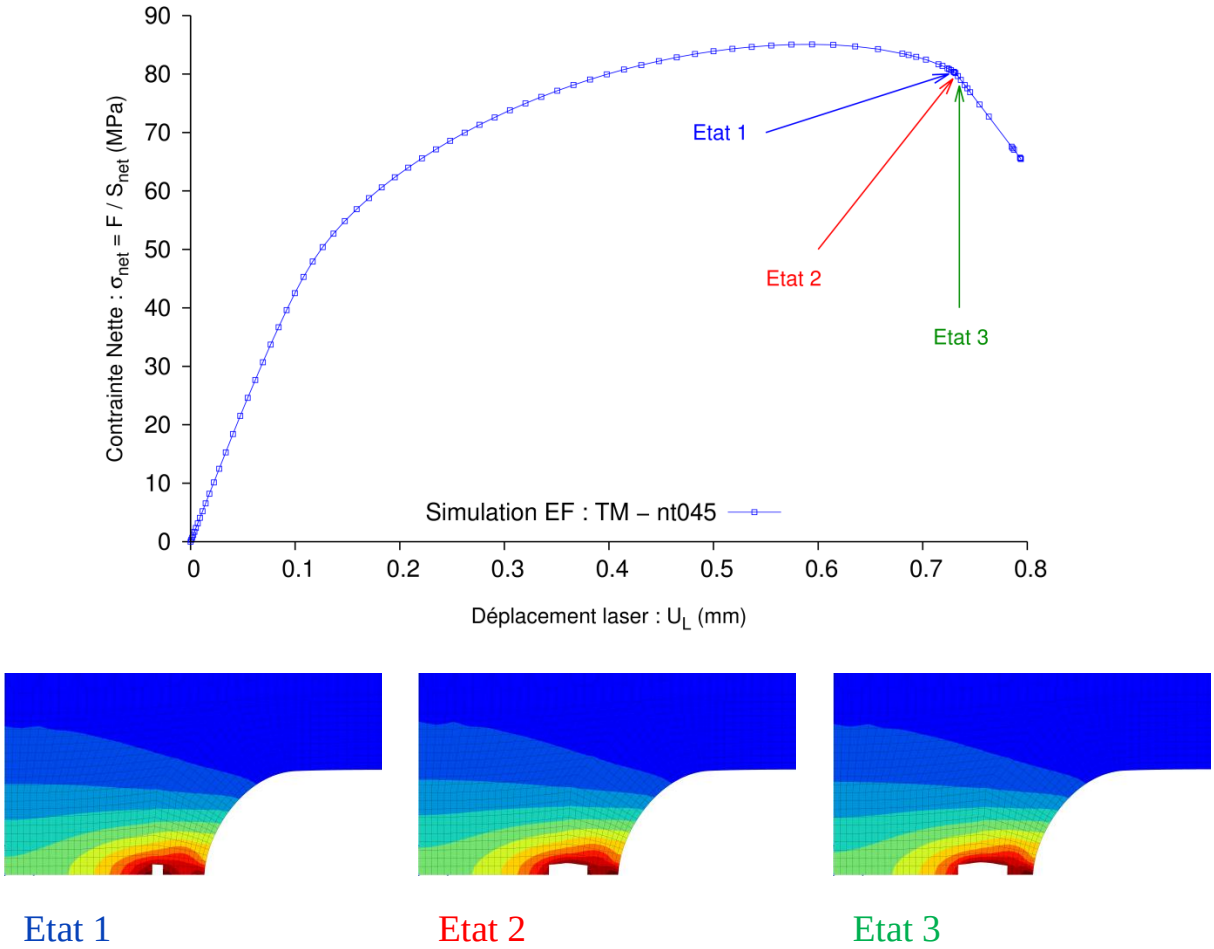


Figure 4. 33 *Simulation numérique de la rupture en traction monotone d'une éprouvette entaillée NT045.*

La rupture ductile s'amorce numériquement dans la section nette, entre l'axe de révolution de l'éprouvette et la surface d'entaille du fait que le taux de porosité volumique a atteint sa valeur critique (Etat 1). Expérimentalement, les zones ductiles d'amorçage de la rupture en traction monotone sont

aussi localisées dans la section nette, entre le centre de l'éprouvette et le fond d'entaille (Figure 3.48). Ensuite, numériquement, des éléments de part et d'autre de ce site d'amorçage rompent (Etats 2 et 3), et la résistance mécanique de l'éprouvette diminue. Néanmoins, la contrainte nette ne chute pas de manière quasi-instantanée comme pour les éprouvettes entaillées NT4 (Figure 4.19). Le fait que les éléments cassés ne soient pas localisés au centre de l'éprouvette assure le maintien d'une certaine résistance mécanique à la « structure ». Dans l'Etat 3, la phase de rupture de type ductile est terminée et laisse place à des mécanismes de rupture fragile menant à la ruine finale de l'éprouvette. Il est intéressant de noter que la simulation numérique prévoit donc une zone de rupture fragile de type « annulaire », aucun site d'amorçage ne pouvant être privilégié dans la circonférence de l'éprouvette du fait de l'axisymétrie alors qu'expérimentalement des sites d'amorçages multiples circulaires sont observés entre la surface d'entaille et l'axe de révolution. Le caractère circulaire de ces zones ductiles est bien reproduit par la simulation numérique puisque la propagation ductile se fait de part et d'autre du site d'amorçage et donc de manière radiale.

3.5.2. Fluage

Le critère de rupture dans le cas de l'essai de fluage à 65 MPa sur éprouvettes entaillées NT045 (éprouvette FL65) est défini par un taux de porosité critique de 8 %. La Figure 4.34 représente la courbe de chargement de fluage obtenue par simulation numérique jusqu'à la rupture ainsi que les cartographies d'iso-valeurs de V_F correspondant à l'éprouvette déformée en différents points du calcul définis sur cette courbe de chargement. Les éléments rompus sont retirés du maillage sur ces cartographies afin de mettre en évidence la propagation de la fissure ductile.

De la même manière que pour la traction monotone, la rupture en fluage au sein de ces éprouvettes entaillées NT045 s'amorce entre le centre de l'éprouvette et la surface d'entaille, dans la section nette (Etat 1). Ensuite, la fissure se propage dans la section nette de l'éprouvette selon la direction radiale, de part et d'autre du site d'amorçage et le déplacement de fluage augmente extrêmement rapidement (Etat 2). Ce mécanisme est donc semblable à celui observé expérimentalement lors de l'étude des faciès de rupture en fluage d'éprouvettes entaillées NT045 (Figure 3.48). Ensuite, le reste de l'éprouvette est rompu de manière fragile, cette phase ne pouvant être simulée par la formulation de type GTN utilisée ici.

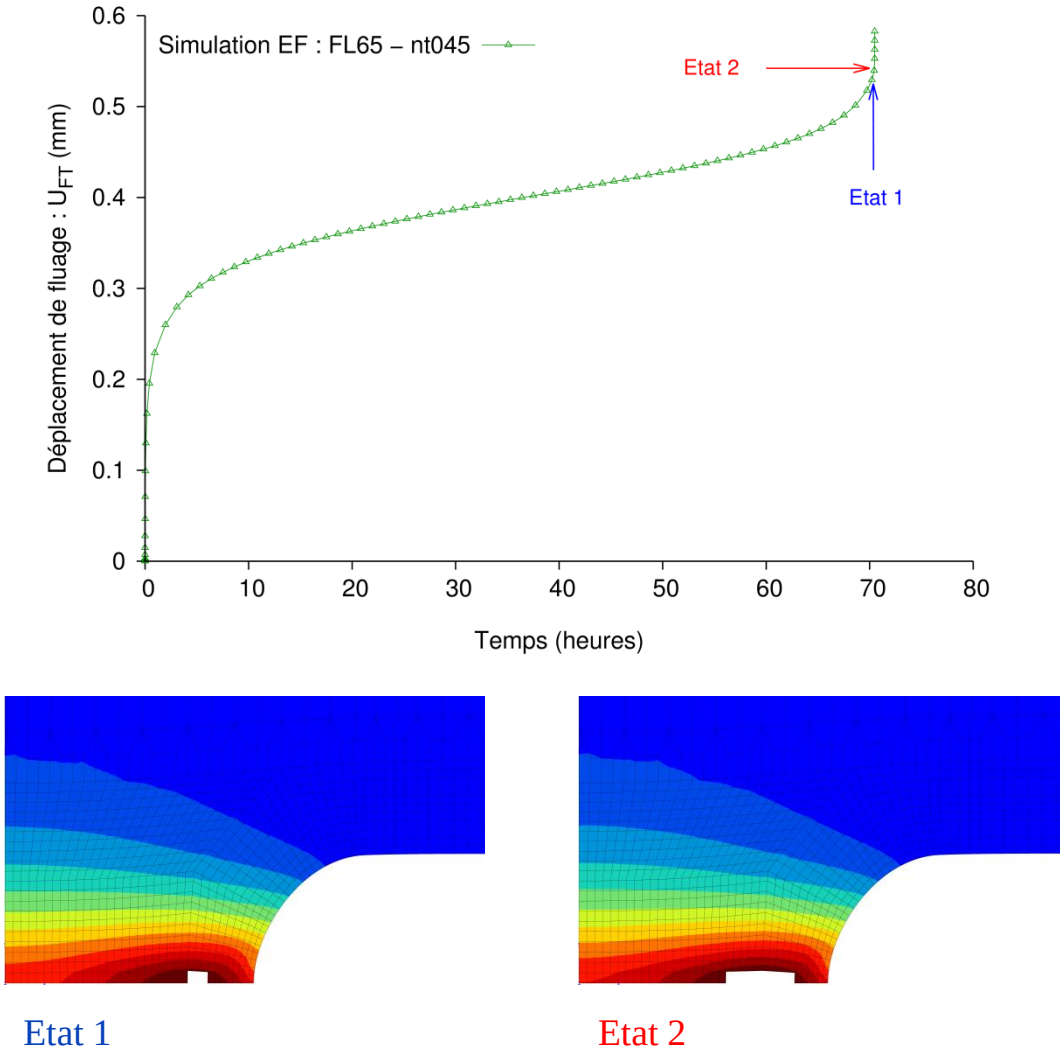


Figure 4. 34 *Simulation numérique de la rupture en traction monotone d'une éprouvette entaillée NT045.*

4. Eprouvettes « Compact Tensile » (CT)

Le phénomène de rupture ductile et de propagation de fissures ont été traités dans les deux sections précédentes à partir des résultats sur éprouvettes entaillées NT4 et NT045. Afin d'étudier plus en détails ces phénomènes et d'aborder les problématiques de la Mécanique de la Rupture, des éprouvettes de type « Compact Tension » (éprouvettes CT) ont été utilisées. En effet, ces éprouvettes plates présentent un rayon de fond d'entaille très petit (de 0,25 mm) pouvant être considérée comme une singularité géométrique. Rappelons que le cas des fissures et donc de la Mécanique de la Rupture correspond à l'étude d'une singularité caractérisée par un rayon en fond d'entaille tendant vers 0.

La caractérisation en laminographie à rayonnement synchrotron des phénomènes de cavitation en traction monotone et en fluage au sein de ces éprouvettes CT a permis de mettre en évidence d'importants effets de gradients. De plus, des phénomènes 3D de striction et de courbure du front d'entaille ont été observés. Le traitement classique en simulation numérique par calcul aux éléments finis de ce type d'éprouvette plate à partir de formulations en contraintes planes ou en déformations planes ne semble donc pas approprié pour rendre compte de manière fidèle de ces différents mécanismes de déformation macroscopiques et microscopiques. La stratégie de simulation ainsi que les résultats obtenus en traction monotone et en fluage concernant les courbes de chargement, l'état de cavitation et la propagation de fissures au sein de ces éprouvettes CT sont présentés dans la suite.

4.1. Maillage et conditions aux limites

Le maillage des éprouvettes CT est représenté sur la Figure 4.35. Du fait des résultats obtenus à partir des observations en laminographie à rayonnement synchrotron présentés au chapitre précédent (Section III.4), toute l'épaisseur de l'éprouvette (soit 2 mm) a été représentée. En effet, les formulations en contraintes planes et déformations planes, permettant notamment de travailler à partir de maillages 2D et donc de réduire de manière importante les temps de calculs ne peuvent pas rendre compte des gradients de porosité observés et des phénomènes de striction ou de courbure du front d'entaille. Le maillage utilisé est donc un maillage 3D, composés d'éléments linéaires de type *C3D8,* qui respectent les dimensions des éprouvettes testées expérimentalement en *ex-situ* (Figure 3.49.b) et dont le comportement mécanique est connu (Figure 3.50 en traction monotone et Figure 3.51 en fluage). Néanmoins, pour des raisons de symétrie, seulement la moitié de l'éprouvette a été modélisée et un déplacement vertical nul (selon l'axe z et donc dans la direction du chargement) a été imposé à la section nette de l'éprouvette. Les résultats présentés dans la suite proviennent de calculs sur le maillage 3D de la demi-éprouvette, dont la face extérieure est présentée à la Figure 4.35.a. Par ailleurs, les Figures 4.35.b et 4.35.c mettent en évidence le raffinement du maillage dans la zone de l'entaille.

Le chargement (en déplacement pour la traction monotone et en force pour le fluage) est imposé à la rangée de nœuds renseignée par le point rouge sur la Figure 4.35.a. Ces nœuds sont positionnés exactement au niveau du centre des trous de goupille usinés sur les véritables éprouvettes et permettant la mise en charge expérimentale. Par ailleurs, lors des essais, ces trous de goupilles restent alignés dans la direction verticale. Afin de rendre compte de cela, le déplacement des nœuds de chargement dans la direction de propagation p ou direction longitudinale est maintenu à 0 tout au long des essais. Enfin, rappelons qu'un système anti-flambement a été utilisé expérimentalement afin d'éviter les mouvements hors-plan indésirables. Cette condition est mise en œuvre numériquement en imposant aux nœuds à mi-épaisseur un déplacement nul dans la direction de l'épaisseur.

Par ailleurs, les jeux de coefficients utilisés pour représenter numériquement les comportements de ces éprouvettes CT en traction monotone et en fluage sont présentés dans l'Annexe A1, dans les Tableaux A1.5 et A1.6 respectivement.

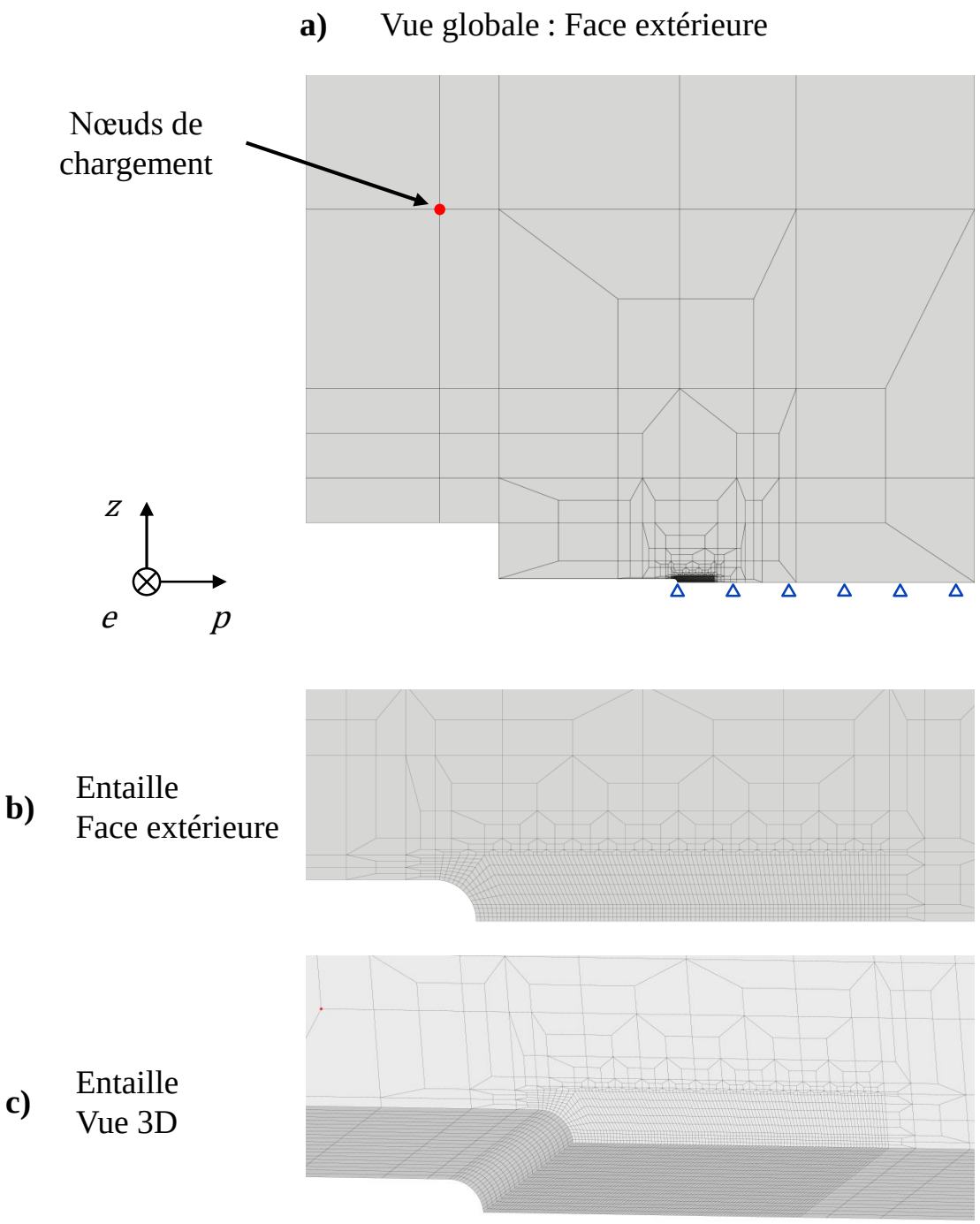


Figure 4. 35 *Maillage en 3D et conditions aux limites pour une éprouvette CT. Vue globale d'une face latérale (a), vue de la face latérale au niveau de l'entaille (b) et vue 3D de l'entaille et de la section nette (c).*

4.2. Comportement mécanique macroscopique

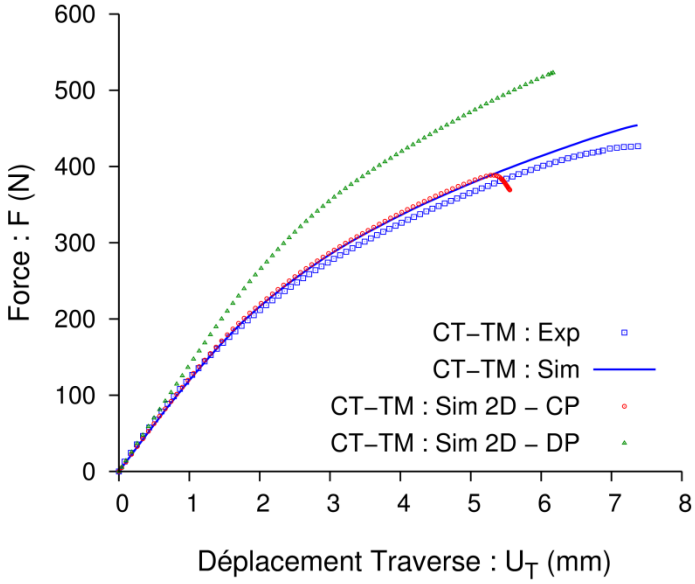
4.2.1. Traction monotone

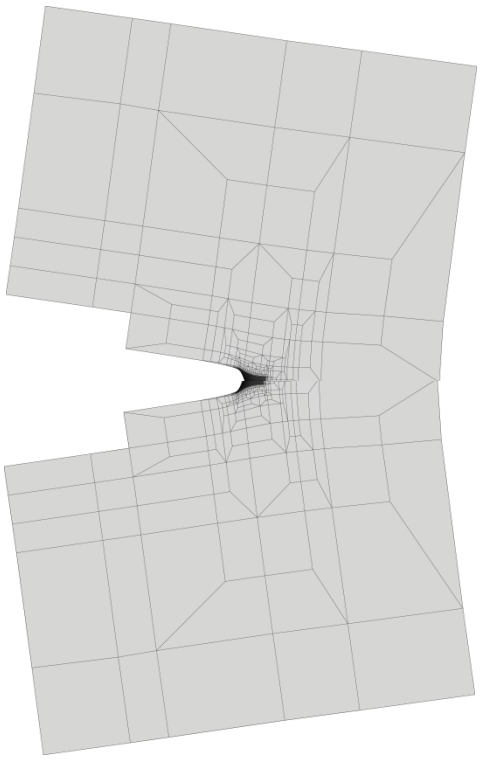
Dans un premier temps, le comportement mécanique des éprouvettes CT en traction monotone est étudié jusqu'à l'amorçage de la fissure, soit avant l'établissement du plateau de force. Sur la Figure 4.36.a, l'évolution de la force F est représentée en fonction du déplacement appliqué entre les trous de goupilles, soit le déplacement traverse U_T : les symboles bleus représentent la courbe expérimentale, obtenue à partir d'un essai de traction *ex-situ* et la ligne continue bleue correspond à la courbe obtenue par simulation numérique sur le maillage 3D de la demi-éprouvette présenté à la Figure 4.35. Et les résultats expérimentaux et numériques sont en très bon accord. Des calculs ont été menés sur des maillages 2D avec des formulations en contraintes planes (CP - symboles rouges) et en déformations planes (DP – symboles verts) et les courbes de chargement obtenues sont aussi représentées sur la Figure 4.36.a. Les résultats en contraintes planes sont identiques à ceux provenant du calcul sur le maillage 3D lorsque le déplacement imposé est faible. En effet, lorsque U_T dépasse 5 mm, une fissure se propage numériquement et la valeur de la force chute. Dans le cas de la formulation en déformations planes, la force est surestimée tout au long du calcul aux éléments finis. Enfin, les géométries des éprouvettes déformées à la fin de la simulation numérique sur le maillage 3D (à gauche) et à la fin de l'essai *ex-situ* en laboratoire (à droite) sont représentées sur la Figure 4.36.b et sont similaires.

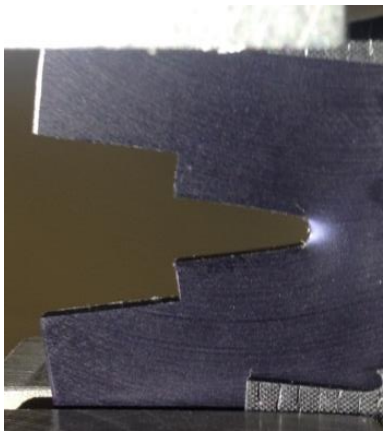
Les phénomènes de striction et de courbure du front de fissure ont été observés et quantifiés à partir des images de laminographie. Rappelons néanmoins que ces résultats en traction monotone ont été obtenus à partir d'un essai *in-situ* sur matériau sec et que la courbe de chargement n'était pas connue (voir Section III.4). Les coefficients du modèle pour la traction monotone sur éprouvette CT ont été déterminés à partir de la courbe de chargement de l'essai *ex-situ* sur matériau conditionné à HR50. Ainsi, les comparaisons des résultats de laminographie et des résultats numériques concernant les phénomènes de striction mais aussi ceux de cavitation dans la suite sont effectuées en se concentrant sur leurs natures et sur les tendances observées.

Sur la Figure 4.37.a, une vue dans le plan (*pe*) de la section nette de l'éprouvette déformée en traction monotone en fin de simulation numérique est représentée. Comme ce qui a été observé expérimentalement, le front de fissure est courbe et non pas droit comme ce qui est prévu lors de l'utilisation de formulation 2D en contraintes ou déformations planes. Le phénomène de striction peut aussi être identifié. En effet, à proximité du front de fissure, la réduction de l'épaisseur de l'éprouvette est très importante. Ces deux phénomènes ont été quantifiés et comparés aux données expérimentales issues des observations de laminographie en traction monotone *in-situ* pour le déplacement imposé le plus important (CMOD = 6 mm). Sur la Figure 4.37.b, le profil du front de fissure dans le plan (*pe*) est représenté en fonction de la position dans l'épaisseur (caractérisée par la coordonnée normalisée $2e / E$ variant de -1 à 1 entre chaque bord de l'éprouvette et valant 0 à mi-épaisseur). Et le calcul par éléments finis est bien capable de rendre compte de ce phénomène de courbure du front de fissure en traction monotone. C'est ensuite le phénomène de striction dans la direction de propagation qui est étudié : l'évolution de l'épaisseur E de l'éprouvette selon la direction de propagation est représentée sur la Figure 4.37.c. Rappelons que la surface d'entaille est caractérisée par la coordonnée $p = 0$ mm et que cette coordonnée diminue lorsque l'on s'éloigne de la surface de l'entaille. Et les résultats numériques donnent une réduction d'épaisseur plus importante que celle observée expérimentalement, mais la tendance des évolutions longitudinales est la même.

a)







b) Eprouvette déformée jusqu'à l'initiation de la déchirure ductile

Figure 4. 36 *Courbes de chargement de traction monotone sur éprouvette CT : résultats expérimentaux et numériques (a).Géométrie de l'éprouvette CT-TM déformée en traction monotone jusqu'à l'initiation de la déchirure ductile (b). Matériau conditionné à HR50.*

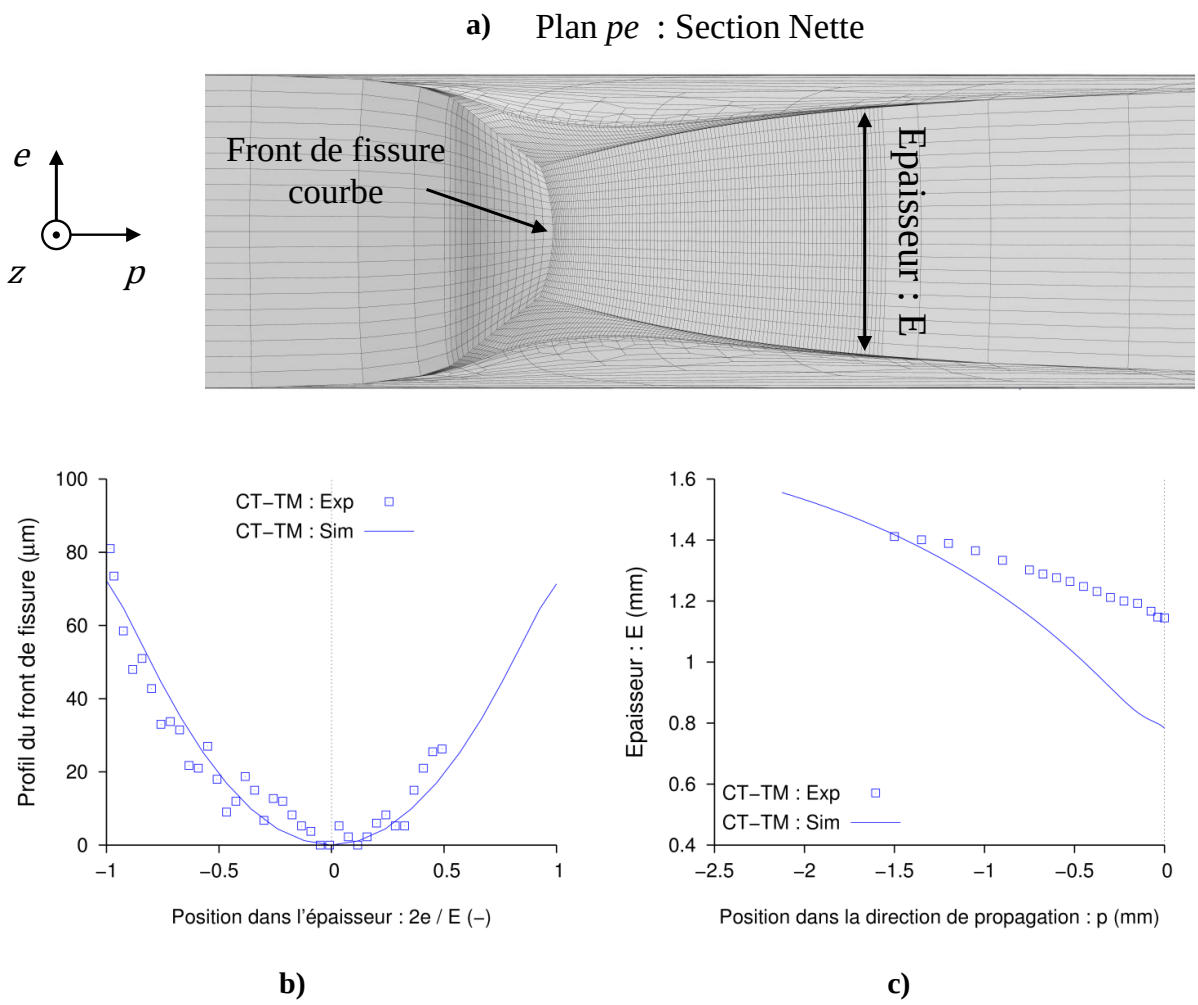


Figure 4. 37 *Section nette de l'éprouvette CT-TM dans le plan (pe) à la fin de la simulation numérique (a). Quantification des phénomènes de courbure du front de fissure (b) et de striction le long de la direction de propagation (c).*

Enfin, un phénomène de striction a aussi été observé dans le plan (*ez*), le long de la direction de sollicitation. La Figure 4.38.a correspond à une coupe dans le plan (*ez*) effectuée dans le maillage de l'éprouvette déformée en traction monotone, à 50 µm de la surface d'entaille, en fin d'essai. Et le profil de l'éprouvette présente bien une réduction importante de l'épaisseur localisée à proximité de la section nette (caractérisée par la coordonnée axiale $h = 0$ mm). Sur la Figure 4.38.b, l'évolution de l'épaisseur E est représentée en fonction de la position h dans la hauteur de l'éprouvette. Le profil expérimental et le profil numérique présentent bien les mêmes tendances caractéristiques du phénomène de striction. Par ailleurs, les couleurs sur la Figure 4.38.a seront discutées plus tard (Section IV.4.4). Elles correspondent à des iso-valeurs de taux de porosité volumique.

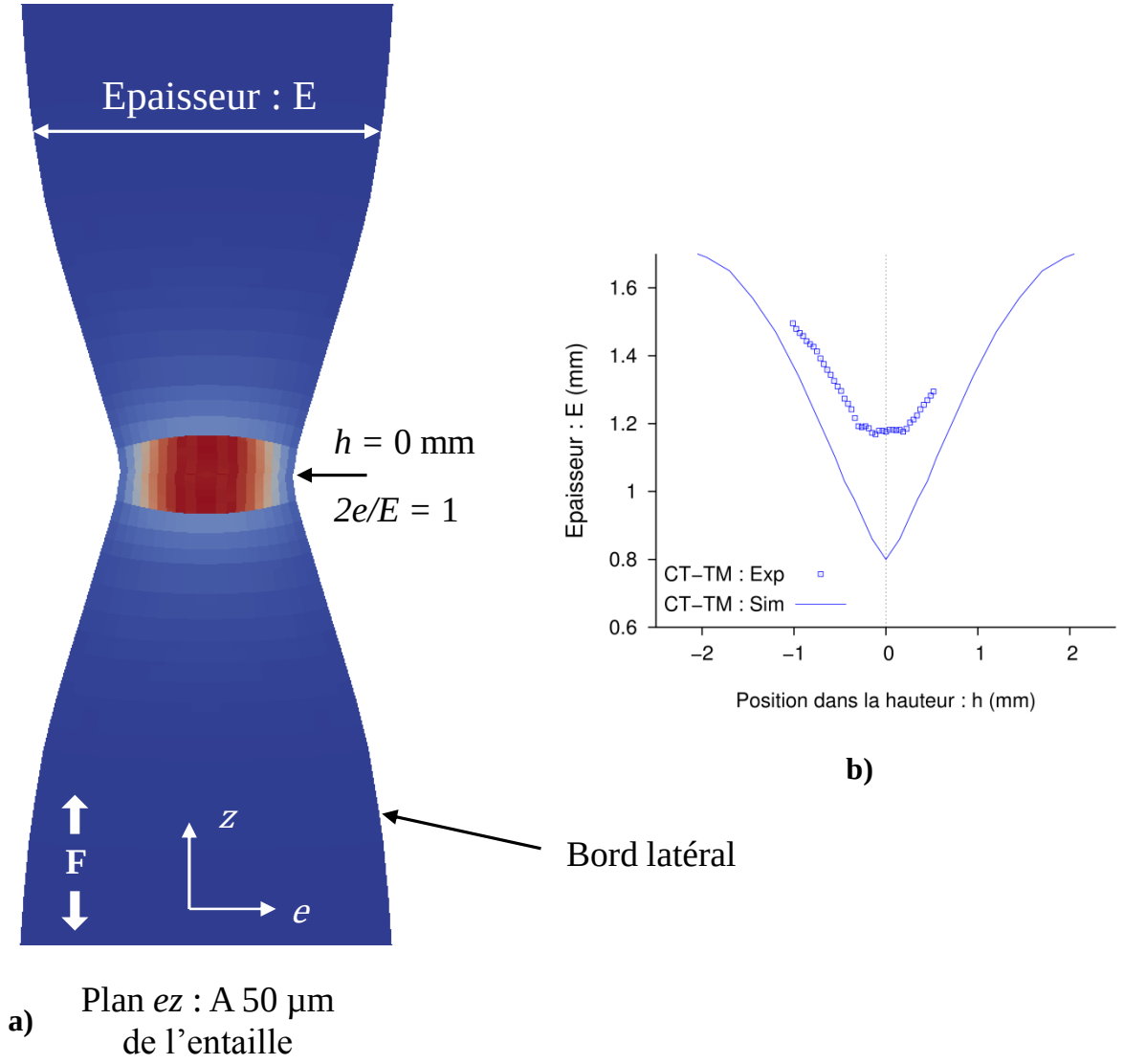


Figure 4. 38 *Géométrie de l'éprouvette CT-TM dans le plan (ez) à 50 µm de la surface d'entaille à la fin de la simulation numérique (a). Quantification du phénomène de striction dans la hauteur de l'éprouvette (b).*

4.2.2. Fluage

Un essai de fluage *ex-situ* sur une éprouvette CT (dénommée éprouvette CT-FL235) a été mené en laboratoire à une force imposée de 235 N. Cet essai a été interrompu au début du stade de fluage tertiaire. Les courbes de chargement de fluage obtenues expérimentalement (symboles) et numériquement par calculs aux éléments finis (ligne continue) ainsi que la géométrie des éprouvettes déformées en fin d'essai sont comparées sur la Figure 4.39. L'évolution du déplacement de fluage entre les goupilles U_{FT} (respectivement de la vitesse de déplacement de fluage V_{FT}) est représentée en fonction du temps sur la Figure 4.39.a (respectivement sur la Figure 4.39.b). Et les résultats expérimentaux et numériques sont encore une fois en très bon accord, que ce soit en termes de déplacement ou de vitesse de déplacement : la valeur de la vitesse minimale de déplacement de fluage

est très bien reproduite par la simulation, tout comme le temps de fin de fluage secondaire. L'aspect des éprouvettes au début du stade de fluage tertiaire à la fin de la simulation numérique (à gauche) et de l'essai *ex-situ* en laboratoire (à droite) sont représentés sur la Figure 4.39.c.

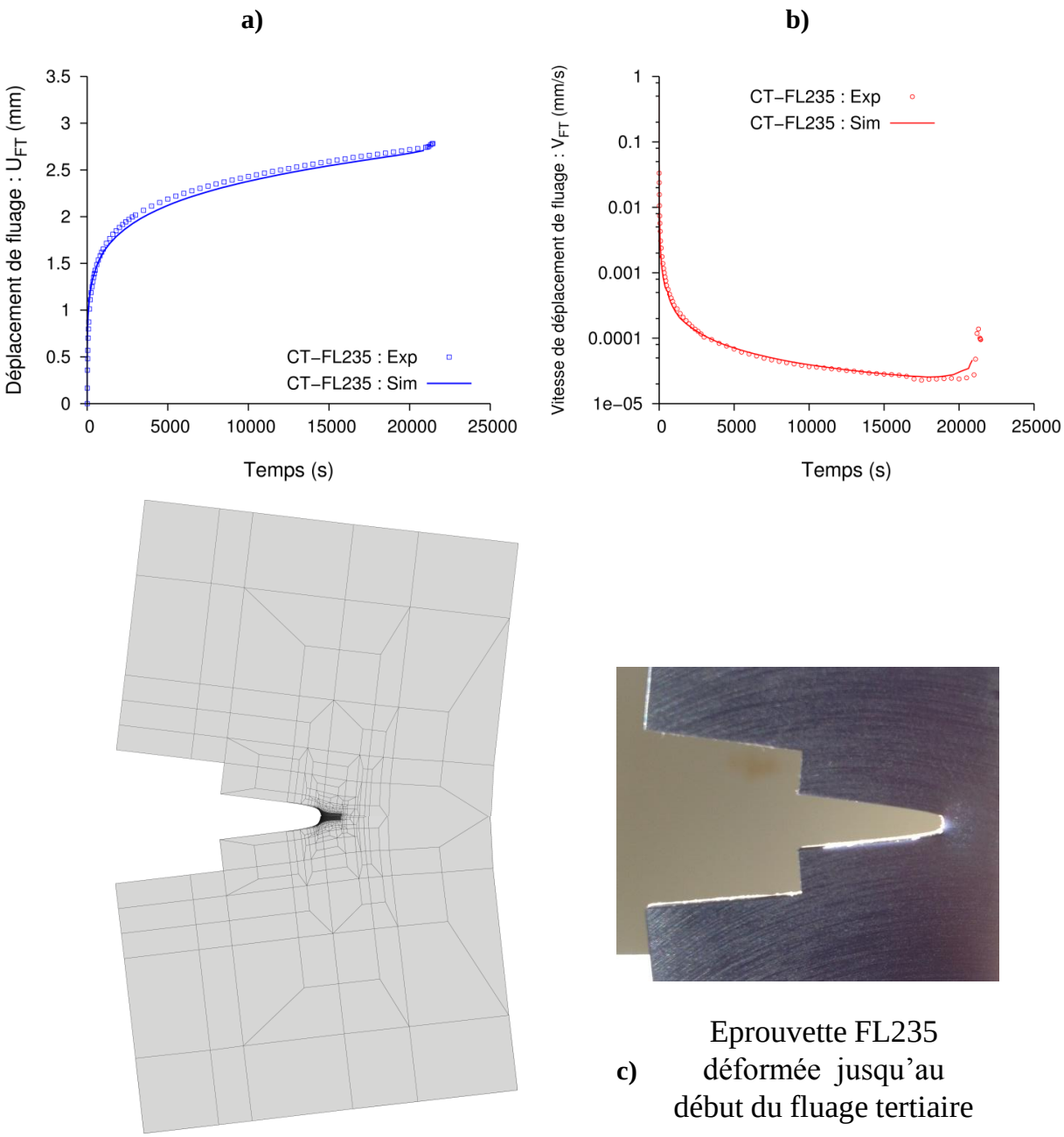
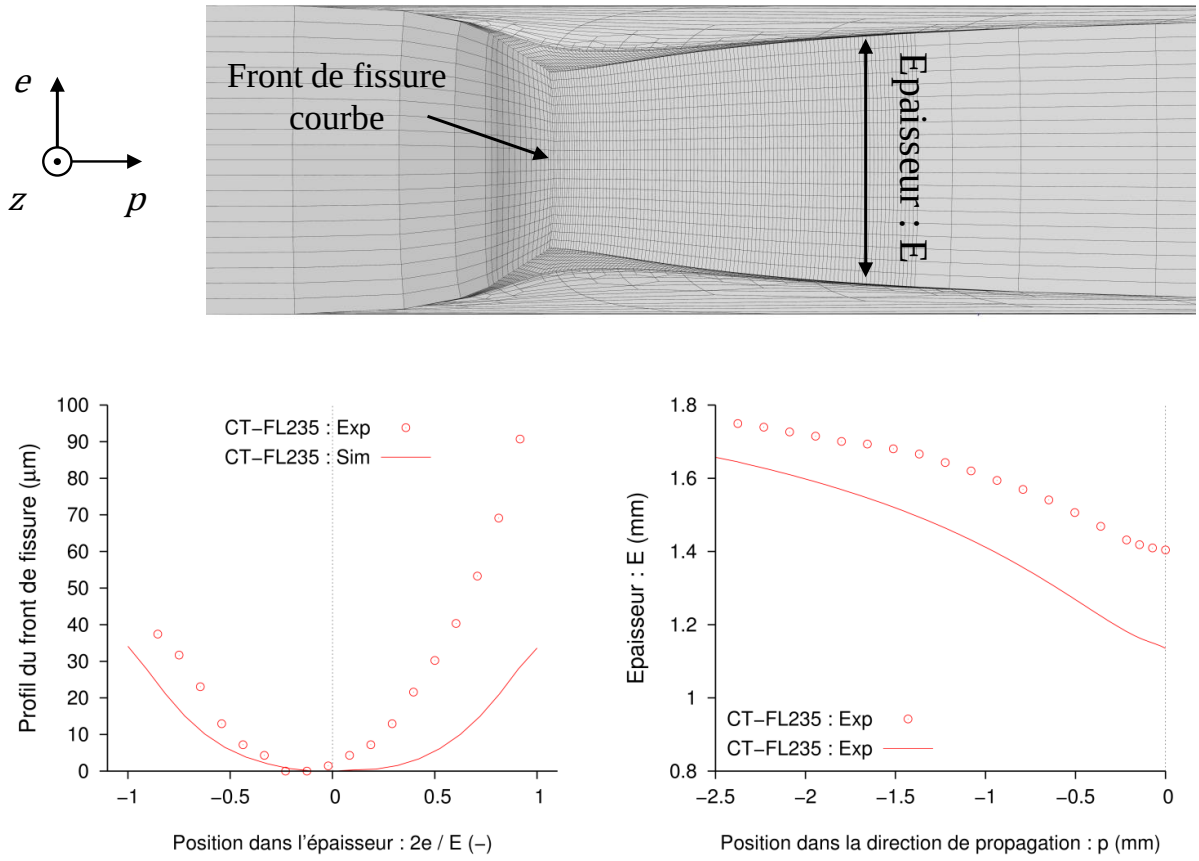


Figure 4. 39 *Courbes de chargement de fluage en déplacement (a) et en vitesse de déplacement (b) sur éprouvette CT : résultats expérimentaux (symboles) et numériques (ligne continue).Géométrie de l'éprouvette CT-FL235 déformée en fluage jusqu'au début du fluage tertiaire (c).*

De la même manière que pour l'essai de traction monotone, des phénomènes de striction et de courbure du front de fissure ont été mis en évidence expérimentalement sur cette éprouvette déformée en fluage et étudiés à la Section III.4. La Figure 4.40.a permet d'observer de manière qualitative qu'à la fin de la simulation numérique, soit au début du stade tertiaire de fluage, le maillage de l'éprouvette déformée présente un front de fissure courbe dans la section nette et un phénomène de striction dans la direction longitudinale. Sur la Figure 4.40.b, cette courbure de front de fissure est quantifiée et les résultats expérimentaux sont comparés aux résultats obtenus par le calcul aux éléments finis. Le profil de front de fissure numérique est bien courbe, mais cette courbure est légèrement sous-estimée par rapport aux résultats issus des données de laminographie. Sur la Figure 4.40.b, l'évolution de l'épaisseur de l'éprouvette est tracée en fonction de la position dans la direction de propagation. Les courbes expérimentales et numériques présentent les mêmes tendances caractéristiques du phénomène de striction : la réduction d'épaisseur est très importante à proximité du fond d'entaille et devient presque linéaire lorsque l'on s'en éloigne. Par ailleurs, l'épaisseur de l'éprouvette déterminée numériquement est inférieure à l'épaisseur déterminée à partir des images de laminographie. Cela peut être expliqué par le fait que ces observations de laminographie ont été effectuées sur une éprouvette déchargée puis uniquement rechargé à 10 % de la charge de fluage (soit à 25 N) au moment des observations.

a) Plan *pe* : Section Nette



b) **c)**

Figure 4. 40 *Section nette de l'éprouvette CT-FL235 dans le plan (pe) à la fin de la simulation numérique (a). Quantification des phénomènes de courbure du front de fissure (b) et de striction le long de la direction de propagation (c).*

Enfin, le phénomène de striction dans la hauteur de l'éprouvette est simulé de manière satisfaisante en fluage par le modèle utilisé. La Figure 4.41.a représente une coupe dans le maillage de l'éprouvette déformée jusqu'au début du stade tertiaire de fluage, dans le plan (*ez*) et à 50 µm de la surface d'entaille. La réduction d'épaisseur est bien maximale dans la section nette de l'éprouvette (caractérisée par la coordonnée $h = 0$ mm). Sur la Figure 4.41.b, les évolutions de l'épaisseur de l'éprouvette en fonction de la position dans la hauteur de l'éprouvette, obtenues expérimentalement et numériquement sont superposées. Et la réduction d'épaisseur prévue numériquement est surestimée. Néanmoins, les courbes présentent les mêmes tendances et le modèle est capable de simuler le phénomène de striction au sein d'éprouvettes plates de type CT déformées aussi bien en traction monotone qu'en fluage.

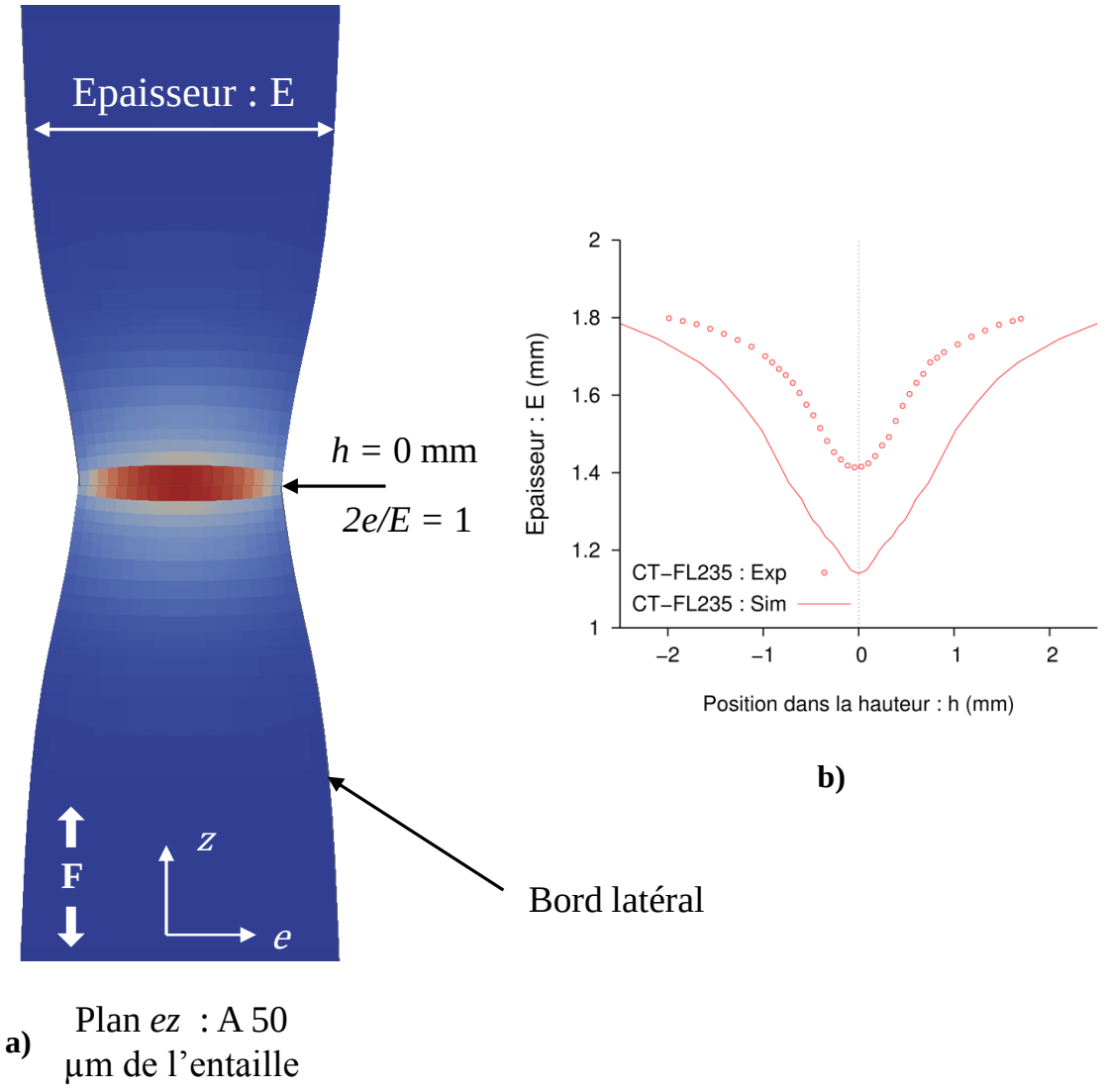


Figure 4. 41 *Géométrie de l'éprouvette CT-FL235 dans le plan (ez) à 50 µm de la surface d'entaille à la fin de la simulation numérique (a). Quantification du phénomène de striction dans la hauteur de l'éprouvette (b).*

4.3. Taux de porosité volumique

4.3.1. Traction monotone

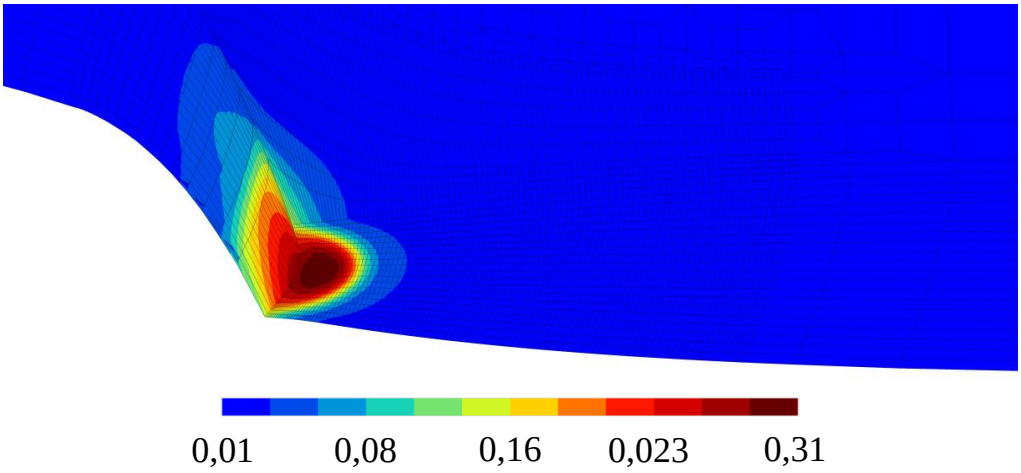
Les résultats numériques présentés dans la suite correspondent à l'état de déformation atteint en traction monotone juste avant le plateau de force caractéristique de la propagation de fissures. Sur la Figure 4.42.a, une représentation des iso-valeurs de V_F est proposée, sur le maillage en 3D, dans la zone de l'entaille. Plus particulièrement, nous nous intéressons à l'état de cavitation au sein de la section nette de l'éprouvette. La valeur maximale de V_F est bien localisée dans la section nette, à une petite distance de la surface d'entaille et à mi-épaisseur, comme ce qui a été observé expérimentalement. Les valeurs maximales de V_F ainsi que leurs localisations le long de la direction de propagation, obtenues expérimentalement et numériquement et utilisées lors de la normalisation des résultats sont données dans le Tableau 4.3. Rappelons que les résultats concernant la cavitation et le phénomène de striction obtenus en traction monotone par calculs aux éléments finis sont comparés aux résultats obtenus lors de l'essai de traction monotone *in-situ* en laminographie, au pas de chargement caractérisé par un CMOD de 6 mm.

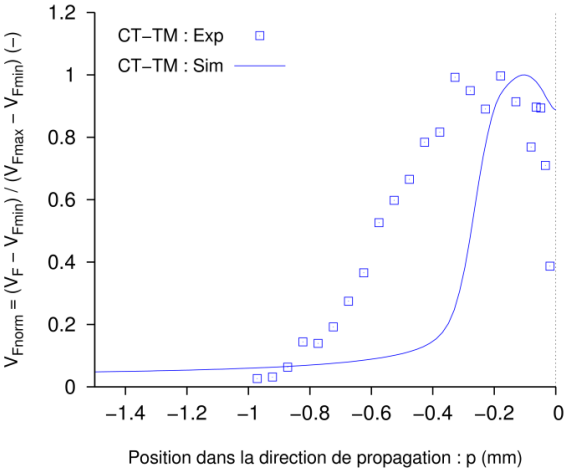
Sur la Figure 4.42.b (respectivement sur la Figure 4.42.c), les évolutions longitudinales (respectivement transversales à 200 µm de la surface d'entaille) du taux de porosité volumique normalisé calculé numériquement et déterminé par traitement des données de laminographie sont comparées. Et ces résultats sont en très bon accord. Comme évoqué précédemment, le modèle est capable de reproduire le fait que la valeur maximale de V_F soit localisée à une petite distance de la surface d'entaille (110 µm numériquement et 170 µm expérimentalement) et dans le plan à mi-épaisseur ($2e / E = 0$). En effet, le modèle est aussi capable de rendre compte du gradient de taux de porosité dans l'épaisseur de l'éprouvette, avec une valeur minimale localisée au niveau des bords latéraux ($2e / E = 1$ ou -1).

4.3.2. Fluage

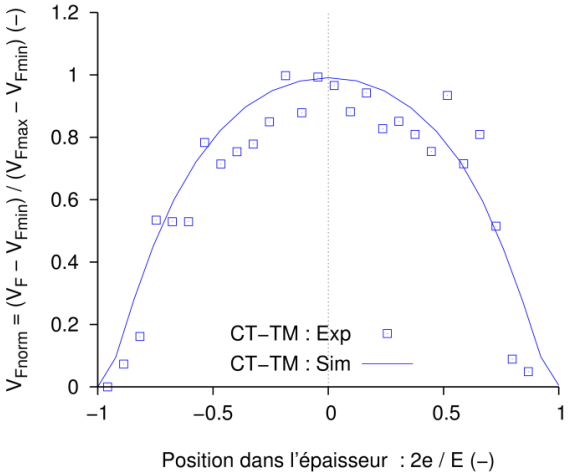
La comparaison des résultats concernant les gradients de taux de porosité volumique obtenus expérimentalement et numériquement est proposée sur la Figure 4.43. Les iso-valeurs de V_F sont représentées sur le maillage de l'éprouvette déformée jusqu'au début du stade de fluage tertiaire sur la Figure 4.43.a. Conformément aux résultats provenant des images de laminographie présentés sur les Figures 3.60 et 3.61, la valeur maximale de V_F est bien localisée numériquement à une petite distance de la surface d'entaille, dans la section nette et à mi-épaisseur. L'étude des gradients de taux de porosité volumique normalisé est proposée sur la Figure 4.43.b pour l'évolution longitudinale et sur la Figure 4.43.c pour l'évolution transversale. Et ces profils confirment les observations qualitatives faites à partir des gradients d'iso-valeurs de V_F. Les résultats numériques et expérimentaux sont en très bon accord : la valeur maximale de V_F est localisée respectivement à 170 et 190 µm de la surface d'entaille. Ensuite, lorsque l'on s'éloigne de la surface d'entaille, le taux de porosité diminue jusqu'à atteindre sa valeur initiale : cette zone de l'éprouvette n'a pas vue de croissance de cavités. Enfin, dans l'épaisseur de l'éprouvette, le profil du taux de porosité obtenu numériquement est bien parabolique avec la valeur maximale localisée à mi-épaisseur. En revanche, le phénomène de régularisation en fluage, responsable d'un profil transverse plutôt aplati au centre n'est pas mis en évidence par le calcul aux éléments finis.

a) Vue 3D – Section nette





b)



c)

Figure 4. 42 *Iso-valeurs de taux de porosité volumique V_F (a). Evolutions longitudinale (b) et transversale (c) du taux de porosité volumique normalisé V_{Fnorm} dans la section nette. Eprouvette CT déformée en traction monotone.*

	V_{Fmax}		p	
	Exp (%)	Num (%)	Exp (mm)	Num (mm)
TM	13,9	31	-0,18	-0,11
FL235	14,1	32	-0,19	-0,17

Tableau 4. 3 *Valeurs maximales du taux de porosité volumique V_F et localisations correspondantes dans la section nette le long de la direction de propagation. Eprouvettes CT.*

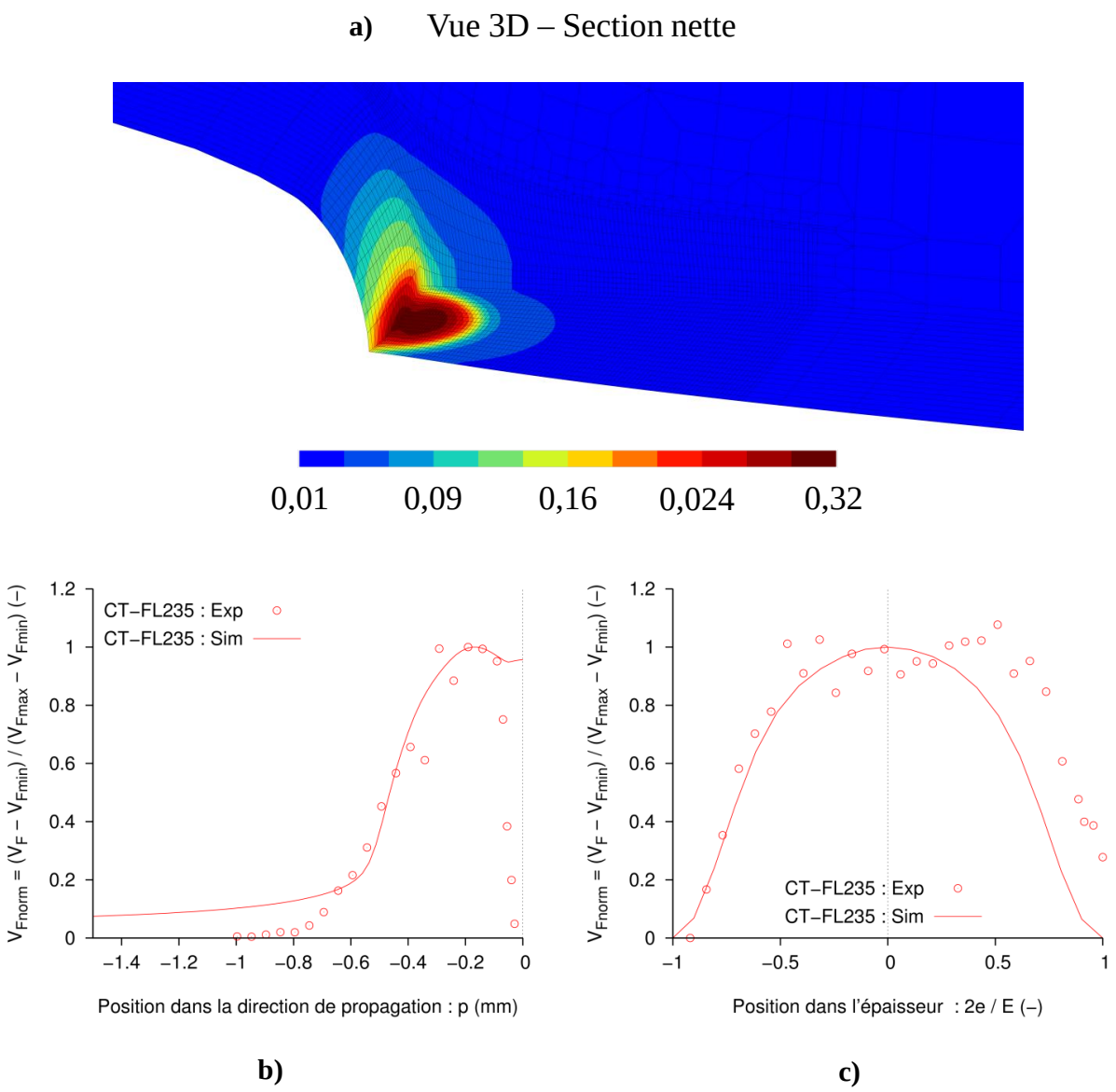


Figure 4. 43 *Iso-valeurs de taux de porosité volumique V_F (a). Evolutions longitudinale (b) et transversale (c) du taux de porosité volumique normalisé V_{Fnorm} dans la section nette. Eprouvette CT déformée en fluage à 235 N.*

4.3.3. Taux de triaxialité des contraintes et pression hydrostatique

Les cartographies d'iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes τ et de pression hydrostatique σ_m sont représentées pour l'essai de fluage (éprouvette FL235) sur la Figure 4.44 pour trois états de déformation caractérisés par la valeur du temps de fluage : $t_F = 0$ s soit la fin de la mise en charge (FMC à gauche), $t_F = 4500$ s soit la fin du fluage primaire (FFP au centre) et $t_F = 19000$ s qui correspond à la fin du fluage secondaire (FFS à droite). Les évolutions temporelles (soit au cours de la déformation) des distributions spatiales de ces grandeurs caractéristiques du champ de contrainte sont similaires en traction monotone et en fluage. Et les résultats concernant la cavitation au sein des éprouvettes CT ayant été principalement obtenus à partir de l'essai de fluage (Section III.4),

uniquement les résultats en fluage seront présentés et discutés dans la suite. Par ailleurs, ces résultats sont présentés sous une autre forme sur la Figure 4.45. Les évolutions longitudinales (à gauche) et transversales (à droite) dans la section nette du taux de triaxialité et de la pression hydrostatique sont tracés aux instants caractéristiques du fluage présentés précédemment : fin de la mise en charge (FMC), fin du fluage primaire (FFP) et fin du fluage secondaire (FFS).

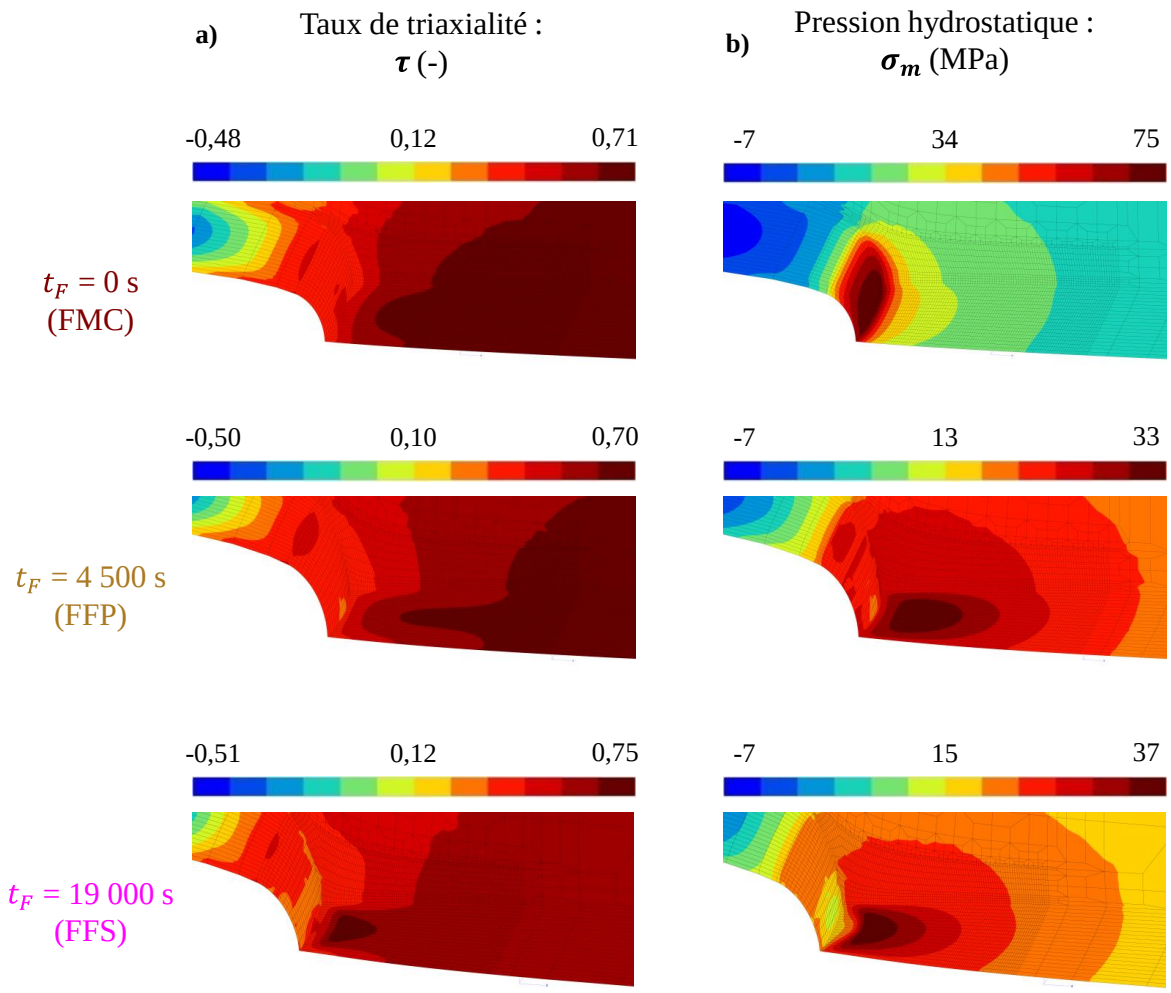
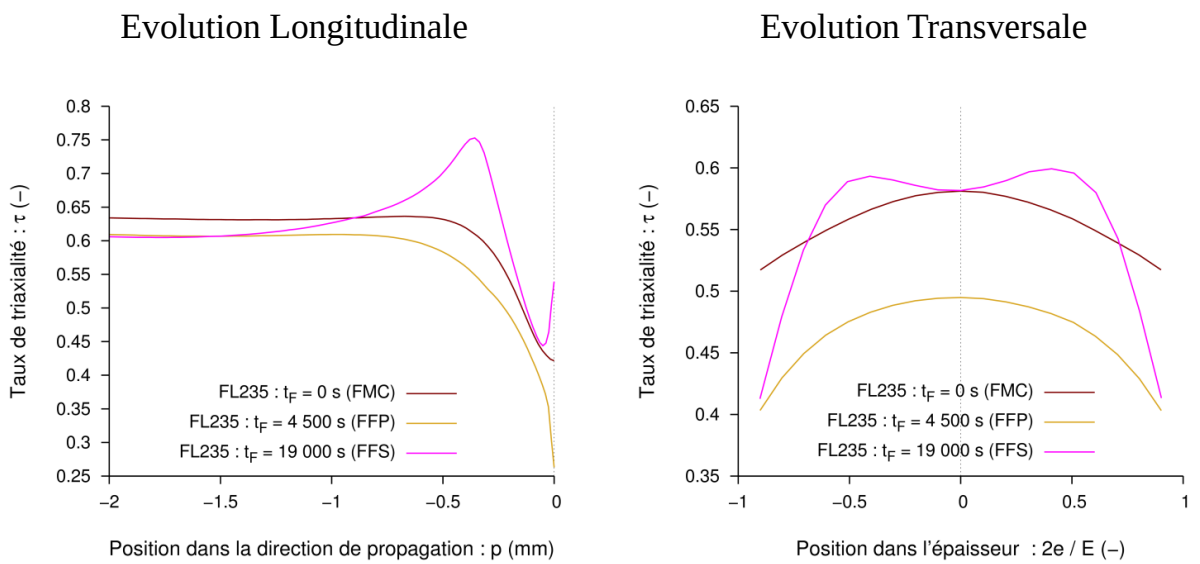


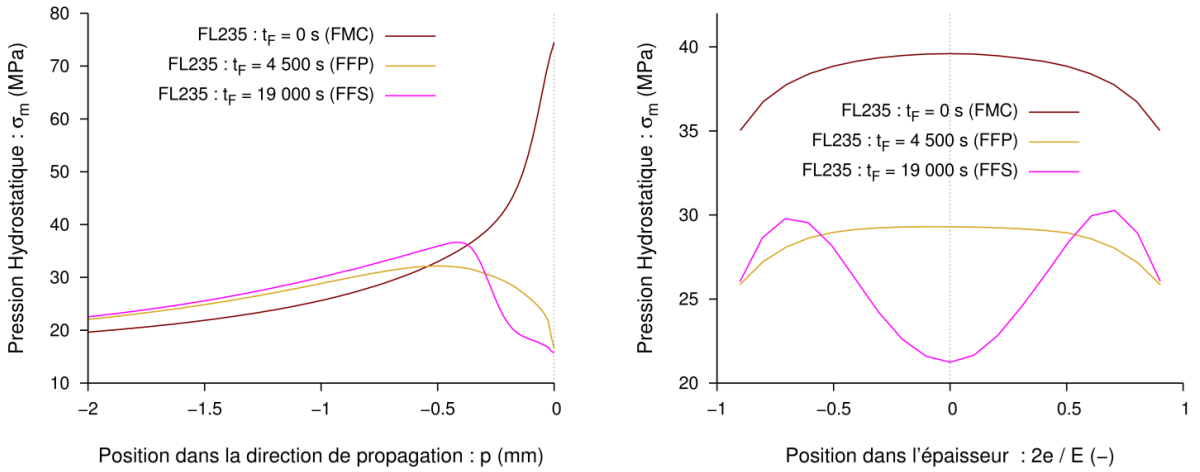
Figure 4. 44 *Cartographie des iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes τ (a) et de pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b). Eprouvette CT déformée en fluage à 235 N :* t_F *= 0 s (à gauche),* t_F *= 4500 s (au centre) et* t_F *= 21 000 s (à droite).*

A la fin de la mise en charge, le taux de triaxialité est minimal en fond d'entaille et augmente lorsque l'on s'éloigne de la surface d'entaille alors que la pression hydrostatique est maximale en fond d'entaille, dans la section nette. Ensuite, en cours d'essai, lorsque la déformation augmente, la valeur maximale de la pression hydrostatique reste localisée dans la section nette, à mi-épaisseur mais se décale progressivement depuis le fond d'entaille dans la direction longitudinale, de la même manière que la valeur maximale de V_F. En revanche, le taux de triaxialité ne suit pas la même évolution au cours du temps : en fin de fluage primaire (FFP), τ augmente lorsque l'on s'éloigne du fond d'entaille. Cependant, en fin de fluage secondaire (FFS), le taux de triaxialité présente bien une valeur maximale

dont la localisation est similaire à celle du taux de porosité volumique et qui se décale de plus en plus dans la direction de propagation.



a) Taux de triaxialité : $\boldsymbol{\tau}$ (-)



b) Pression hydrostatique : $\boldsymbol{\sigma_m}$ (MPa)

Figure 4. 45 *Evolutions longitudinale (gauche) et transversale (droite) du taux de triaxialité des contraintes τ (a) et de la pression hydrostatique* $\boldsymbol{\sigma_m}$ *(b) en différents instants. Eprouvette CT déformée en fluage à 235 N.*

De plus, l'étude des évolutions transversales du taux de triaxialité des contraintes et de pression hydrostatique permet de mettre en évidence l'influence des états de contraintes successifs que subit une structure sur l'état de cavitation en un instant. En effet, en fin de fluage secondaire l'évolution transversale du taux de porosité volumique (Figure 4.43.c) présente un profil parabolique avec une valeur maximale localisée à mi-épaisseur ($2e / E = 0$) et une valeur minimale au niveau des bords de

l'éprouvette ($2e$ / E = 1 ou -1). Les distributions transverses de taux de triaxialité et de pression hydrostatique en fin de fluage secondaire sont plutôt caractérisées par des profils « en M » avec une valeur maximale localisée entre le plan à mi-épaisseur et le bord. En revanche, les distributions transverses antérieures de τ et de σ_m, à la fin de la mise en charge et à la fin du fluage primaire de peuvent être reliées à ce profil de V_F.

Finalement, le décalage de la valeur maximale de V_F du fond d'entaille dans la direction de propagation au cours de la déformation macroscopique, aussi bien en traction monotone qu'en fluage est en très bon accord avec celui de la pression hydrostatique σ_m. Et ce résultat est similaire aux phénomènes observés sur éprouvettes NT045. Ainsi, plutôt que le taux de triaxialité, la pression hydrostatique semble être la grandeur mécanique locale et scalaire issue du champ de contrainte pouvant être considérée comme la force motrice des phénomènes de cavitation. Par ailleurs, le caractère « cumulatif » des micro-mécanismes d'endommagement fait qu'il n'est pas forcément pertinent de comparer un étant de contrainte en un instant donné à un état de cavitation : il est important de prendre en compte l'évolution temporelle, ou au cours de la déformation, du champ des contraintes. En revanche, l'état de contrainte en cet instant renseigne sur les cinétiques d'endommagement, de croissance et de changement de morphologie des cavités en cet instant.

Par ailleurs, il est intéressant de noter que le décalage de la valeur maximale de pression hydrostatique depuis le fond d'entaille dans la direction de propagation est certainement dû à l'augmentation du rayon en fond d'entaille au cours de la déformation et donc à l'émoussement de la singularité. En début d'essai, le rayon de fond d'entaille est suffisamment faible pour être considéré comme une singularité géométrique au sens de la mécanique de la rupture. Ensuite, le rayon en fond d'entaille augmente et la singularité peut être considérée comme une singularité émoussée au sens de Mc Meeking [Mc Meeking, 1977] et de Rice et Johnson [Rice et Johnson, 1970]. Par ailleurs, en fluage, il faut aussi garder à l'esprit le phénomène de singularité temporelle, notamment étudié par Riedel et Rice [Riedel et Rice, 1980] [Riedel, 1981]. Par analogie avec les équations caractérisant le champ de contrainte en pointe de fissure en élasticité non linéaire (champ HRR), ces auteurs ont proposé des expressions pour la viscoplasticité en fluage primaire et en fluage stationnaire, souvent regroupées sous le terme de champ RR en viscoplasticité. Et ces aspects sont discutés plus en détails dans la suite.

4.4. Morphologie des cavités et état de contrainte

Le lien entre distributions spatiales et évolutions temporelles du taux de porosité volumique et de la pression hydrostatique au sein des éprouvettes CT vient d'être mis en évidence. Néanmoins, ces grandeurs sont des scalaires et ne permettent pas de caractériser l'anisotropie des phénomènes de cavitation. Cette anisotropie a été étudiée expérimentalement grâce au traitement des données de laminographie et les distributions spatiales des dimensions caractéristiques des cavités sont connues. Et il est proposé de comparer la morphologie de ces cavités aux évolutions temporelles et spatiales des composantes correspondantes du tenseur des contraintes de Cauchy (la pression hydrostatique faisant intervenir ces composantes du tenseur des contraintes de Cauchy). La contrainte longitudinale σ_{PP} est donc comparée au diamètre d_P, la contrainte transervse σ_{EE} est comparée au diamètre d_E et la contrainte axiale σ_{ZZ} est comparée à la hauteur h_Z. Le cas des facteurs de forme n'est pas traité numériquement, car il n'apportait pas plus d'informations que les distributions de dimensions caractéristiques et de composantes du tenseur des contraintes.

4.4.1. Evolution longitudinale des dimensions caractéristiques des cavités

Il s'agit tout d'abord de comparer l'évolution longitudinale, soit l'évolution selon la direction de propagation dans la section nette et à mi-épaisseur, des dimensions caractéristiques des cavités aux composantes correspondantes du tenseur des contraintes. Ces comparaisons sont proposées sur la Figure 4.46 : les résultats expérimentaux sont représentés sur l'axe des ordonnées de gauche et les résultats numériques en différents instants de fluage caractéristiques sont représentés sur l'axe des ordonnées de droite.

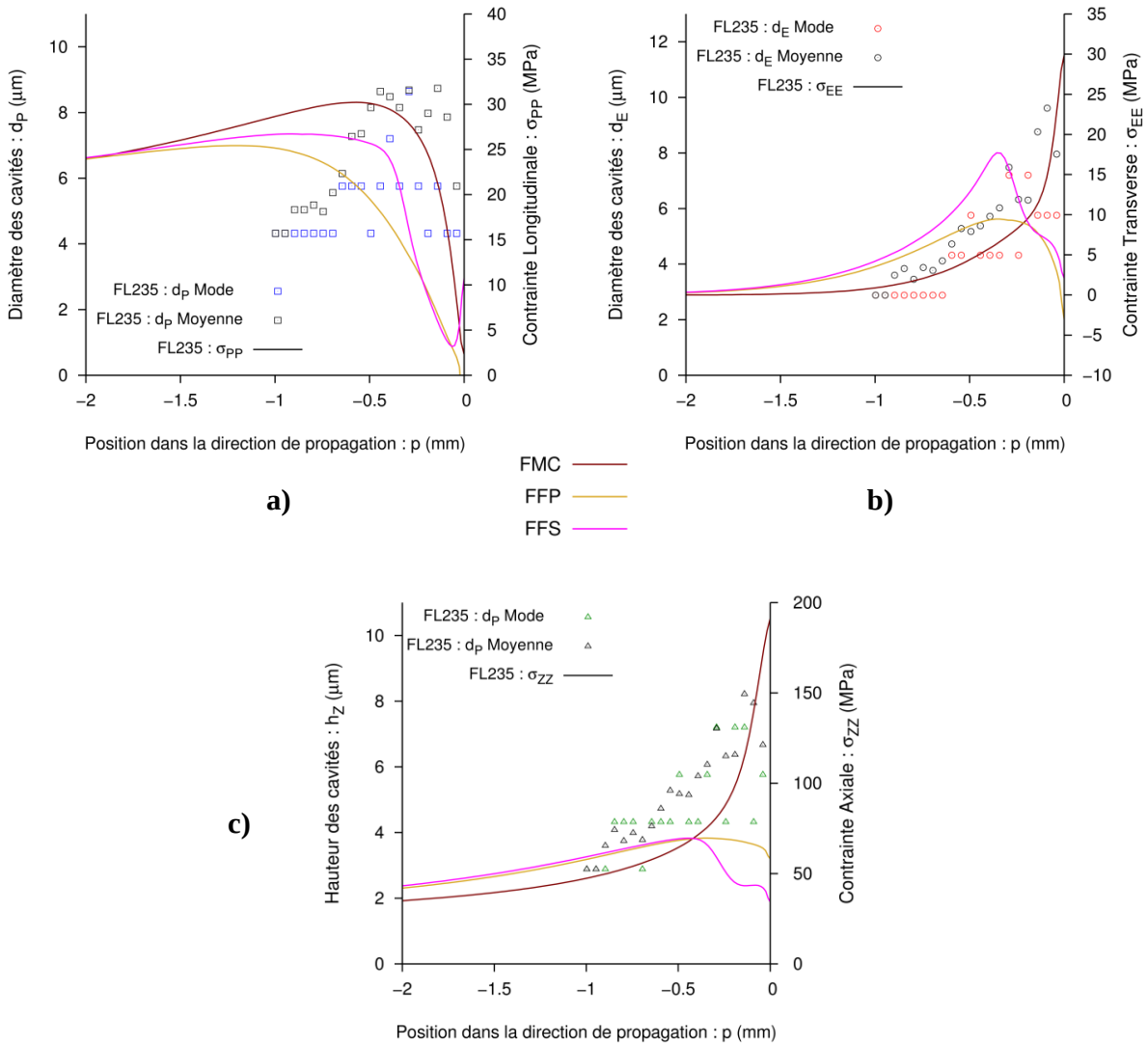


Figure 4. 46 *Evolutions longitudinales du diamètre d_P (a), du diamètre d_E (b) et de la hauteur h_Z (c) des cavités comparées respectivement à celles des contraintes $\boldsymbol{\sigma_{PP}}$, $\boldsymbol{\sigma_{EE}}$ et $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$. Eprouvette CT déformée en fluage à 235 N.*

Sur la Figure 4.46.a, le diamètre d_P est comparé à la contrainte σ_{PP} et la distribution longitudinale de σ_{PP} à la fin de la mise en charge permet de rendre compte du fait que la valeur maximale de d_P n'est pas localisée directement en fond d'entaille mais est légèrement décalée dans la direction de propagation. Les Figures 4.46.b et 4.46.c permettent d'observer que la valeur maximale du diamètre d_E et de la hauteur h_Z respectivement sont localisées en fond d'entaille au début du fluage tertiaire (lorsque l'essai a été interrompu). Et ces distributions sont en bon accord avec les distributions des contraintes σ_{EE} et σ_{ZZ} à la fin de la phase de mise en charge (FMC). A cet instant et donc en début d'essai, la valeur maximale de la plus grande contrainte principale est localisée directement en fond d'entaille et l'entaille peut être considéré comme une singularité géométrique. Ensuite, lorsque la déformation augmente, les valeurs maximales de σ_{EE} et σ_{ZZ} se décalent dans la direction de propagation et la cavitation se développe de plus en plus selon cette direction. L'entaille est alors du type « singularité émoussée ». Cette interprétation concorde avec les observations lors de l'essai de traction monotone *in-situ* (Figure 3.54) : lorsque le déplacement appliqué augmente, la taille de la zone endommagée dans la direction de propagation augmente.

4.4.2. Evolution transversale des dimensions caractéristiques des cavités

De la même manière, les évolutions transversales des dimensions d_P, d_E et h_Z sont comparées respectivement aux composantes σ_{PP}, σ_{EE} et σ_{ZZ} du tenseur des contraintes sur les Figures 4.47.a, 4.47.b et 4.47.c.

Les profils de ces dimensions caractéristiques sont très similaires et présentent des gradients très peu marqués : la valeur maximale est localisée dans le plan à mi-épaisseur ($2e / E = 0$) et la valeur minimale au niveau des bords de l'éprouvette ($2e / E = 1$ ou -1). Encore une fois, la prise en compte de l'évolution temporelle de l'état de contrainte est primordiale afin d'étudier les liens avec l'état de cavitation en un instant donné. En effet, pour les trois dimensions caractéristiques, la distribution transversale de la composante de contrainte correspondante présente un profil parabolique aplati avec une valeur maximale localisée à mi-épaisseur à la fin de la mise en charge (FMC) et à la fin du fluage primaire (FFP). En revanche, à la fin du fluage secondaire (FFS), les profils ont changé et les valeurs maximales sont localisées entre le plan à mi-épaisseur et les bords de l'éprouvette.

4.4.3. Considérations de Mécanique Non Linéaire de la Rupture en fluage

Une ouverture des discussions au cadre de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture en fluage peut être menée à partir des résultats en termes de distributions spatiale et temporelle des composantes du tenseur des contraintes présentés à la Figure 4.46.

Un essai de fluage est tout d'abord constitué par une phase de mise en charge, et donc par un essai de traction monotone à force imposée. Lors de cette phase, le champ de contrainte en pointe de fissure est indépendant du temps, et peut être déterminé à partir du champ HRR en élasticité non-linéaire (ou en plasticité) [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968]. La plus grande contrainte principale (ici σ_{ZZ}) est localisée en pointe de fissure. Sur la Figure 4.46.c, en fin de mise en charge, la valeur maximale de σ_{ZZ} déterminée numériquement est bien localisée en pointe de fissure.

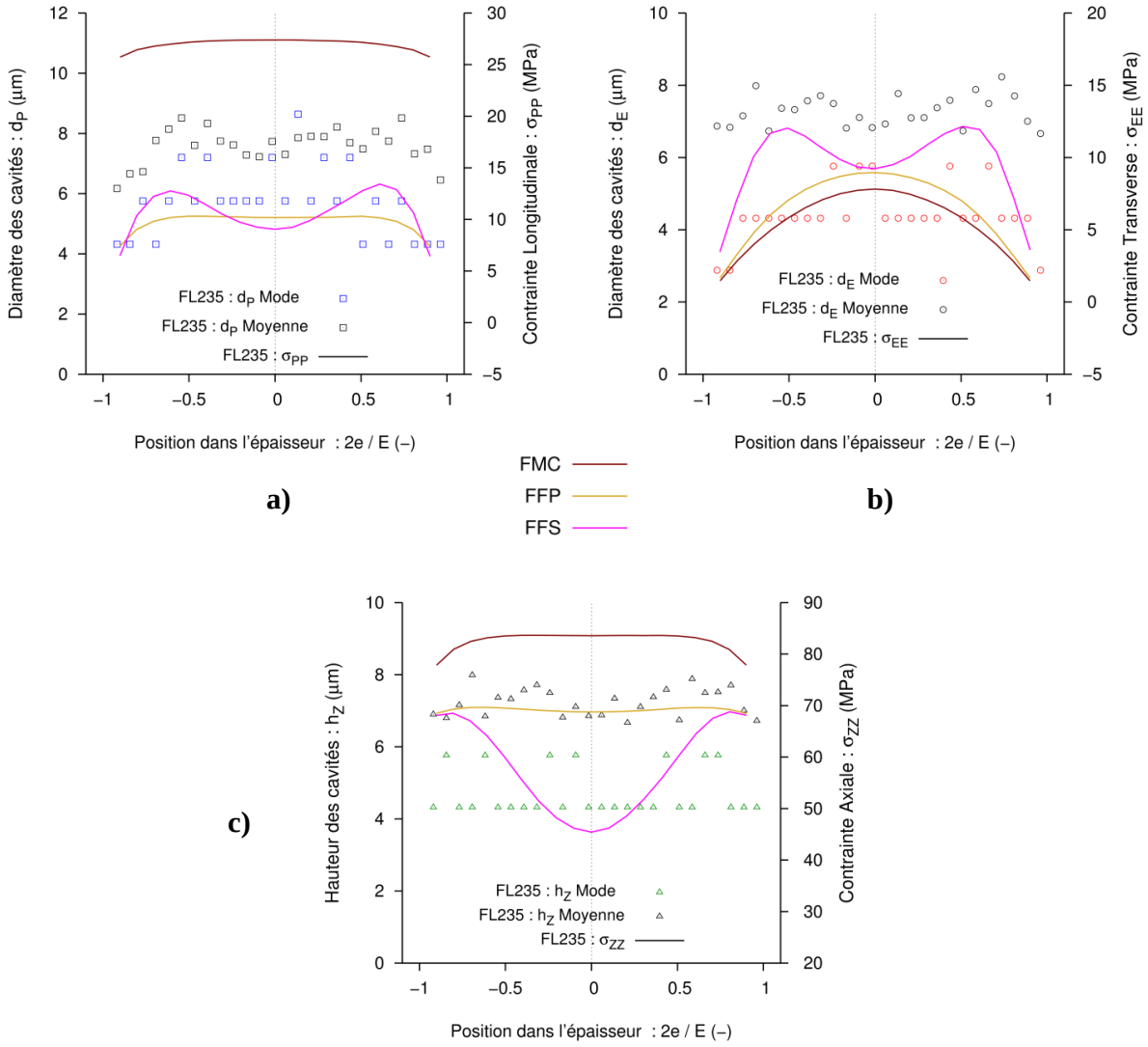


Figure 4. 47 *Evolutions transversales du diamètre d_P (a), du diamètre d_E (b) et de la hauteur h_Z (c) des cavités comparées respectivement à celles des contraintes $\boldsymbol{\sigma_{PP}}$, $\boldsymbol{\sigma_{EE}}$ et $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$. Eprouvette CT déformée en fluage à 235 N.*

Cependant, le champ de contrainte en pointe de fissure en fluage après la mise en charge ne peut plus être représenté par le champ HRR puisqu'une dépendance au temps est introduite. La singularité temporelle du champ de contrainte en fluage a été étudiée par Riedel et Rice [Riedel et Rice, 1980] [Riedel, 1981]. Les champs de contrainte RR ont été déterminés en viscoplasticité en fluage primaire et en fluage stationnaire par analogie avec la théorie en élasticité non linéaire. Ces approches permettent notamment de mettre en évidence le phénomène de relaxation de contrainte au cours des essais de fluage si l'on considère un point à une distance fixe de la pointe de fissure. En fin de mise en charge, au cours du fluage primaire, la valeur de la plus grande contrainte principale en pointe de fissure diminue jusqu'à atteindre une valeur stabilisée. Ensuite, lorsque le temps de fin de fluage primaire est atteint, le même phénomène de relaxation puis stabilisation de la plus grande contrainte principale est prévue par la théorie en viscoplasticité. Le calcul par éléments finis présenté précédemment permet de rendre compte de ce phénomène de relaxation à proximité de l'entaille. Sur

la Figure 4.46.c, on peut remarquer que la valeur de la contrainte axiale dans la zone à proximité de l'entaille (-0,45 < p < 0 mm) diminue au cours du temps. En p = -0,45 mm, il semblerait y avoir un point fixe pour lequel aucune relaxation des contraintes n'est observée au cours de l'essai de fluage. Et encore plus loin de la surface d'entaille (p < -0,45 mm), il y a au contrainte une augmentation de contrainte puis une stabilisation après la fin du fluage primaire et la théorie de Riedel et Rice n'est pas respectée.

Notons que ces théories ne permettent pas d'expliquer le décalage de la valeur maximale de la plus grande contrainte principale, de la pression hydrostatique et donc du taux de porosité volumique par rapport au fond d'entaille dans la direction de propagation. Mc Meeking [Mc Meeking, 1977] et Rice et Johnson [Rice et Johnson , 1970], ont travaillé sur le concept de « singularité émoussée » à partir de calculs aux éléments finis : ils ont mis en évidence le fait que l'émoussement d'une fissure et donc l'augmentation du rayon en fond d'entaille était à l'origine de ce décalage de la valeur maximale de la plus grande contrainte principale par rapport à la pointe de la fissure. Sur une courte distance, le champ de contrainte est différent de celui proposé par Hutchinson, Rice et Rosengren en élasticité non linéaire et par Riedel et Rice en viscoplasticité.

Enfin, il est important de noter que les valeurs maximales de σ_{PP} (Figure 4.46.a) et de σ_{EE} (Figure 4.46.b) en fin de fluage secondaire sont plus grandes que celles en fin de fluage primaire. La simulation aux éléments finis ne permet donc pas de rendre compte du phénomène de relaxation des composantes du champ de contrainte prévu par Riedel et Rice. Et cela peut s'expliquer par le fait que le modèle élasto-visco-plastique utilisé dans cette étude prend en compte la porosité. En fin de fluage secondaire, V_F est élevé et la porosité modifie le champ de contrainte à proximité du fond d'entaille.

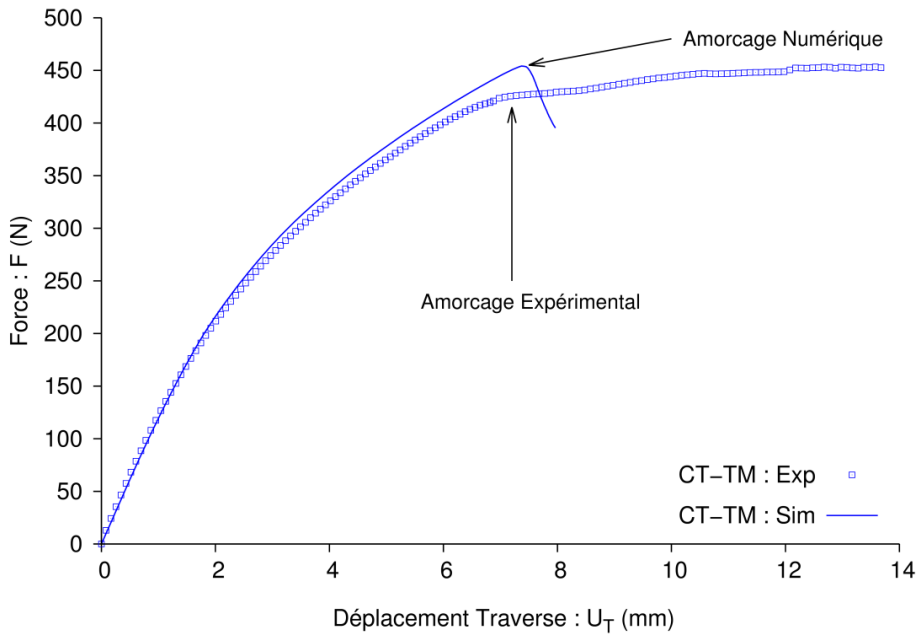
4.5. Rupture

4.5.1. Traction monotone

Le critère de rupture dans le cas de l'essai de traction monotone sur éprouvettes CT est défini par un taux de porosité critique de 33 %. Lorsque le taux de porosité global est égal ou supérieur à 34 % sur au moins 4 des points de Gauss d'un élément alors cet élément est considéré comme cassé. La Figure 4.48 représente tout d'abord la courbe de chargement de traction monotone obtenue par simulation numérique et la courbe expérimentale. Sur ces courbes sont indiqués les instants correspondant à l'amorçage numérique et expérimental de la fissure. Et ces courbes de chargement permettent de conclure que le modèle et la simulation de la rupture proposés ne permettent pas de reproduire le plateau de force observé expérimentalement après l'amorçage lors de la phase de déchirure ductile ou de propagation de fissure. En effet, numériquement, après l'amorçage et donc la rupture de plusieurs éléments, la force chute rapidement et le déplacement n'augmente que très légèrement. La raideur globale de l'éprouvette est donc fortement impactée par la rupture de ces éléments.

Par ailleurs, des cartographies d'iso-valeurs de V_F en différents instants au cours de la simulation numérique après l'amorçage permettent de visualiser l'avancée de fissure simulée par le calcul aux éléments finis. Sur ces cartographies, l'éprouvette est représentée dans son état non déformé pour une meilleure visualisation de l'amorçage et de la propagation de la fissure numérique et les éléments

rompus ne sont pas représentés. L'amorçage est donc localisé à l'endroit où le taux de porosité volumique est maximal, dans la section nette, dans le plan a mi-épaisseur et à une petite distance du fond d'entaille. Ensuite, la fissure atteint la surface de l'entaille, puis les bords de l'éprouvette et avance dans la direction de propagation.



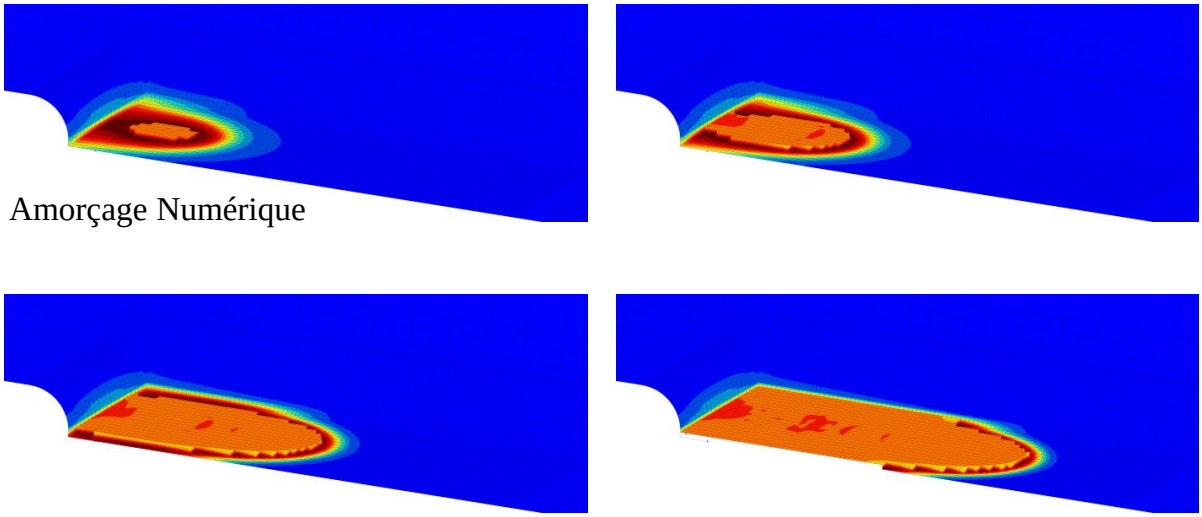


Figure 4. 48 *Simulation numérique de la rupture en traction monotone d'une éprouvette CT.*

4.5.2. Fluage

Le critère de rupture dans le cas de l'essai de fluage à 235 N sur une éprouvette CT (éprouvette FL235) est défini par le même taux de porosité critique de 33 % que celui de l'essai de traction monotone. La Figure 4.49 représente la courbe de chargement de fluage obtenue par simulation numérique ainsi que la courbe de fluage obtenue expérimentalement. Du point de vue mécanique et comportement

macroscopique, l'amorçage numérique apparait au début du fluage tertiaire et a pour conséquence d'accélérer fortement la vitesse de déplacement de fluage. Le stade tertiaire est alors très abrupt et le déplacement de fluage augmente très fortement du fait des éléments qui se rompent numériquement et auxquels un module d'élasticité très faible est attribué. Il aurait été alors intéressant de mener des essais de fluage sur éprouvettes CT jusqu'à ce que la phase de déchirure ductile soit bien avancée et que la fissure se soit propagée, de la même manière qu'en traction monotone. Il ne serait alors pas étonnant que le stade de fluage tertiaire observé ne soit pas aussi abrupt que celui simulé par calcul aux éléments finis. En effet, l'essai de traction monotone a mis en évidence le fait que l'éprouvette CT conservait une certaine résistance mécanique lors de la phase de déchirure ductile (caractérisée par le plateau de force lorsque le déplacement imposé augmente). Enfin, les cartographies d'iso-valeurs de V_F après l'amorçage numérique sont similaires à celles obtenues en traction monotone. L'amorçage se produit dans la section nette, à mi-épaisseur et à une petite distance du fond d'entaille puis la fissure se propage dans la direction longitudinale, toujours dans la section nette et parcourt le ligament.

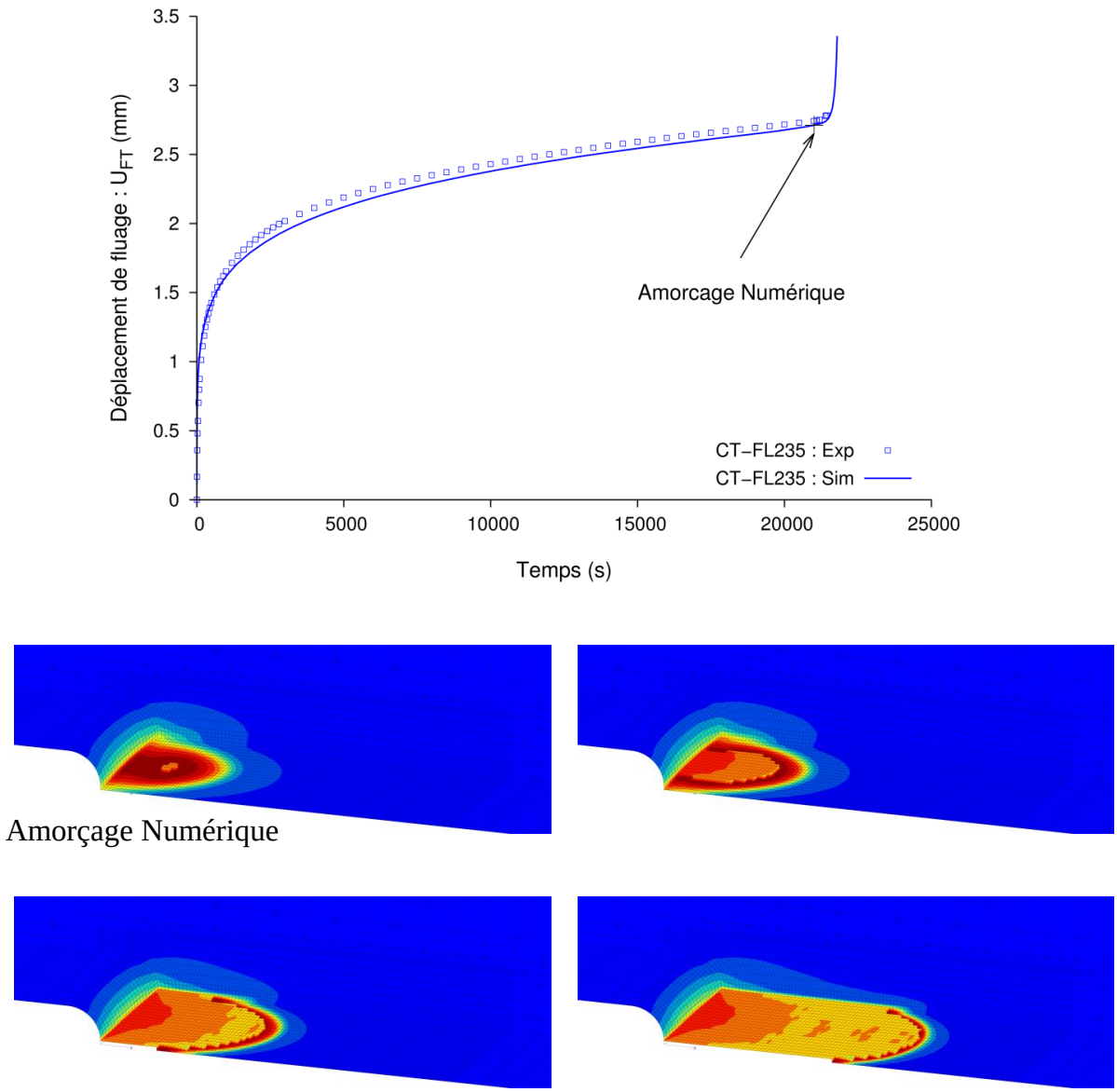


Figure 4. 49 *Simulation numérique de la rupture en fluage d'une éprouvette CT.*

5. Conclusion

Le modèle qui a été utilisé est donc un modèle d'endommagement ductile à plusieurs mécanismes permettant de dissocier les comportements des phases amorphe et cristalline du matériau Polyamide 6 de l'étude. Le comportement élasto-visco-plastique a été couplé au modèle micro-mécanique Gurson – Tvergaard – Needleman (GTN) [Gurson, 1977] [Tvergaard, 1982] [Tvergaard et Needleman, 1984] modifié par Besson et Guillemer-Neel [Besson et Guillemer-Neel, 2003]. Cette approche, basée sur les formulations de la Mécanique des Milieux Poreux a été privilégiée car elle permet de prendre en compte l'influence du taux de porosité volumique (V_F). Ainsi, il est possible de simuler numériquement la localisation de l'amorçage de la rupture en définissant des critères en taux de porosité critique.

Dans un premier temps, les sollicitations de traction monotone et de fluage sur éprouvettes entaillées NT4 (à taux de triaxialité « modéré ») ont été étudiées. Le modèle est capable de reproduire de manière fidèle le comportement macroscopique de ces éprouvettes, notamment l'adoucissement suivi d'un plateau de contrainte en traction monotone, le stade tertiaire étendu en fluage et le phénomène de ré-entaillage. Les résultats numériques concernant le comportement à l'échelle locale sont aussi en très bon accord avec les résultats expérimentaux. Les distributions radiales (dans la section nette) et axiales (selon l'axe de révolution) du taux de porosité volumique présentent bien des profils paraboliques inversés et la valeur maximale est toujours localisée au centre des éprouvettes. Cependant, les évolutions spatiales et temporelles du taux de triaxialité des contraintes et de la pression hydrostatique sont très similaires et ces résultats sur éprouvettes NT4 ne permettent pas d'établir quelle grandeur doit être considérée comme la force motrice de la cavitation. Par ailleurs, le modèle GTN étant muni d'une variable d'endommagement scalaire (et isotrope), l'anisotropie des mécanismes de cavitation n'est pas reflétée numériquement. Le lien entre état de contrainte et état de cavitation étant établi, les dimensions caractéristiques des cavités ont été comparées aux composantes correspondantes du tenseur des contraintes de Cauchy. Et les résultats de ces comparaisons sont satisfaisants : les distributions spatiales des contraintes donnent une représentation continue fidèle des distributions spatiales des dimensions définies selon le même direction du repère (radiale, tangentielle ou axiale), caractérisées par des dispersions expérimentales importantes. Enfin, la définition d'un critère de rupture en taux de porosité critique a permis de simuler numériquement la rupture en traction monotone et en fluage au sein de ces éprouvettes entaillées NT4 : l'amorçage numérique de la rupture a lieu au centre (la valeur maximale de V_F étant localisée au centre) et la fissure se propage en direction de la surface de l'éprouvette, dans la section nette.

Les éprouvettes entaillées NT045 permettent d'étudier le cas d'une entaille plus sévère, pouvant être assimilée à une singularité « émoussée ». Les courbes de chargement de traction monotone et de fluage aux hautes contraintes (74 et 65 MPa) obtenues numériquement sont en très bon accord avec les courbes expérimentales. Le caractère multi-mécanisme du modèle permet aussi de simuler la bilinéarité (en log-log) de la loi de Norton du fluage secondaire et le fait que le PA6 est caractérisé par des comportements en fluage différents aux hautes et aux basses contraintes. Cependant, avec le jeu de coefficients choisi, le comportement macroscopique de l'éprouvette déformée en fluage à 55 MPa n'est pas reproduit de manière satisfaisante par le modèle. Par ailleurs, le modèle est capable de simuler le fait que la valeur maximale de V_F est dans un premier temps (avant le pic de contrainte en traction monotone et pendant le stade secondaire en fluage) localisée à proximité de l'entaille, dans la section nette. Ensuite, elle se décale bien en direction du centre de l'éprouvette mais reste toujours localisée entre l'axe de révolution et le fond d'entaille. Et cette évolution temporelle de la distribution spatiale de V_F est similaire à celle de la pression hydrostatique alors que la valeur maximale du taux de triaxialité

des contraintes reste localisée au centre des éprouvettes tout au long de la déformation. Il semble donc naturel de considérer la pression hydrostatique comme étant la force motrice des phénomènes de croissance de cavités plutôt que le taux de triaxialité des contraintes. De plus, l'état de contrainte (pression hydrostatique et composantes du tenseur des contraintes) en un instant donné ne peut pas rendre compte seul de l'état de cavitation en cet instant. En effet, il est important de prendre en compte les états de contrainte antérieurs et l'historique de chargement pour comprendre les distributions spatiales de taux de porosité volumique et de morphologie des cavités. Finalement, le modèle est capable de reproduire l'évolution temporelle de la localisation de la valeur maximale de V_F, ce qui permet de simuler numériquement le fait que l'amorçage de la rupture en traction monotone et en fluage soit localisé entre le centre et la surface des éprouvettes, comme ce qui a été observé expérimentalement.

Cette étude numérique se termine par le cas des éprouvettes plates de type « Compact Tensile » caractérisées par un rayon de fond d'entaille très faible (0,25 mm) et souvent utilisées dans le cadre de la Mécanique de la Rupture. Les calculs aux éléments finis en traction monotone et en fluage ont été effectués sur un maillage 3D afin d'éviter les hypothèses 2D de contraintes et déformations planes. En effet, des gradients de taux de porosité volumique et de morphologie des cavités dans l'épaisseur des éprouvettes ainsi que des phénomènes 3D de striction et de courbure du front de fissure ont été mis en évidence expérimentalement. Et le modèle proposé, associé à ce maillage 3D, est capable de les simuler numériquement. De la même manière que pour les éprouvettes entaillées NT045, les évolutions temporelles des distributions spatiales de taux de porosité volumique et de pression hydrostatique sont similaires entre elles, contrairement à celles du taux de triaxialité des contraintes. Numériquement, la cavitation se développe dans un premier temps à proximité du fond d'entaille et, de la même manière que ce qui a été observé expérimentalement, la valeur maximale de V_F se décale selon la direction longitudinale et s'éloigne de l'entaille. Cette évolution est à rapprocher de l'évolution de la géométrie de l'entaille en cours de chargement. Au début des essais (de traction monotone ou de fluage), l'entaille peut être considérée comme une singularité, comme une fissure, son rayon de courbure étant assez petit. Alors le champ de contrainte en pointe de singularité peut être décrit par les formulations de Hutchinson, Rice et Rosengren (HRR) [Hutchinson, 1968] [Rice et Rosengren, 1968] en élasticité non-linéaire pour la traction monotone et celles de Riedel et Rice (RR) [Riedel et Rice, 1980] [Riedel, 1981] en viscoplasticité pour le fluage. Dans ces cas, la valeur maximale de la contrainte principale et de la pression hydrostatique sont localisées en pointe de fissure. Ensuite, le déplacement d'ouverture d'entaille augmente avec le rayon de courbure de l'entaille. Elle ne peut plus être considérée comme une fissure. On parle alors de singularité « émoussée » et la valeur maximale de la plus grande contrainte principale est décalée par rapport à la surface d'entaille d'une distance qui augmente lorsque le rayon de courbure augmente [Mc Meeking, 1977] [Rice et Johnson, 1970]. Et les résultats numériques obtenus sont en bon accord avec ces théories de la Mécanique Non Linéaire de la Rupture. Finalement, cette étude a abouti à la simulation 3D de la propagation d'une fissure en traction monotone et en fluage à partir d'un critère en taux de porosité critique. Le front de fissure n'est pas droit et les effets d'épaisseur ne sont pas du tout négligeables.

Le modèle proposé est donc capable de simuler numériquement, pour différents états de contraintes multiaxiaux, le comportement mécanique global en traction monotone et en fluage des matériaux semi-cristallins mais aussi les distributions spatiales du taux de porosité volumique et leurs évolutions temporelles. Transposer cette approche au calcul de structure peut ainsi permettre de prédire la localisation de l'amorçage de la rupture et les phénomènes de propagation de fissure et donc de dimensionner les pièces en conséquence.

CONCLUSION GENERALE

L'objet de cette étude était de caractériser le comportement mécanique global, les phénomènes locaux de cavitation et les mécanismes de rupture d'un polymère semi-cristallin : le Polyamide 6. Les travaux effectués ont notamment permis de faire le lien entre le comportement global et le comportement local pour différents types de sollicitations (traction monotone, fluage puis fatigue), d'établir des équivalences entre ces sollicitations et d'étudier l'influence de la multiaxialité de l'état de contrainte.

Des conclusions partielles ont été proposées à la fin de chaque Chapitre. Elles reprennent en détails les principaux résultats obtenus au cours de l'étude. Une conclusion plus générale est proposée ici, afin de mettre en relation ces différents résultats pour ensuite présenter les perspectives qui découlent de ce travail.

Des éprouvettes de géométries différentes ont été utilisées au cours de ce travail de thèse afin d'étudier l'influence de la multiaxialité de l'état de contrainte sur le comportement du Polyamide 6 en traction monotone, fluage et fatigue. Les éprouvettes axisymétriques lisses sous soumises à un état de contrainte uniaxial et homogène jusqu'au début du phénomène de striction. Les éprouvettes axisymétriques entaillées (dites NT4 et NT045 pour des rayons de fond d'entaille respectifs de 4 et 0,45 mm) et de type « Compact Tensile » (éprouvettes plates de Mécanique de la Rupture ayant un rayon de fond d'entaille de 0,25 mm dites éprouvettes CT) sont caractérisées par des états de contraintes multiaxiaux plus ou moins sévères qui ne sont pas homogènes et présentent des gradients. De plus, les distributions spatiales du champ de contrainte et leurs évolutions temporelles n'étant pas accessibles expérimentalement, elles ont été déterminées par calculs aux éléments finis à partir d'un modèle poro-visco-plastique à deux mécanismes (permettant de différencier le comportement des phases amorphe et cristalline). Ce type de modèle permet de reproduire à la fois le comportement mécanique global (courbes de chargement) en traction monotone et en fluage d'un polymère semi-cristallin mais aussi les mécanismes de cavitation puisque le taux de porosité volumique est considéré comme une variable interne. Ainsi, il a été possible d'étudier les liens entre état de cavitation, comportement mécanique et état de contrainte en traction monotone et en fluage.

Dans un premier temps, il a été mis en évidence sur les éprouvettes lisses, NT4 et NT045 que la forme particulière des courbes de chargement en traction monotone et en fluage pouvait être reliée à des changements de forme des éprouvettes observables à l'échelle globale. En effet, au pic de contrainte en traction monotone et à la fin du stade secondaire en fluage des phénomènes de localisation de la déformation ont été identifiés. Ces instants particuliers de chargement correspondent au début de la striction sur éprouvettes lisses et du ré-entaillage sur éprouvette entaillée et les états globaux de déformation au pic de contrainte et en fin de stade secondaire sont équivalents bien que les types de sollicitation soient différents. Ensuite, au

cours de l'adoucissement et du plateau de contrainte en traction monotone et du stade tertiaire en fluage, la striction ou le ré-entaillage se développe et se propage jusqu'à rupture de l'éprouvette. En revanche, lors des essais de fatigue sur éprouvettes lisses, le phénomène de striction n'a pas été observé. Cependant, il est important de noter que l'évolution temporelle de la déformation de fluage cyclique au cours de ces essais présente un stade tertiaire. Le phénomène de striction en fatigue existe alors certainement, mais à une échelle plus petite qu'en traction monotone et en fluage.

Ces phénomènes de striction et de ré-entaillage sont souvent accompagnés d'un blanchiment de l'éprouvette et sont considérés comme des signatures à l'échelle macroscopique des micro-mécanismes de déformations opérant à l'échelle locale. Les techniques de tomographie et de laminographie à rayonnement X synchrotron ont été mises en œuvre afin de caractériser les mécanismes de cavitation en 3D. Des observations à une résolution très élevée de 50 nm ont permis d'en étudier les premiers stades et d'établir que la porosité se développe préférentiellement au sein de la phase amorphe à l'équateur et aux pôles des sphérolites. Les zones diagonales de ces sphérolites, soumises à des chargements de cisaillement ne sont pas du tout cavitées. D'autres observations, à des résolutions moins importantes de l'ordre du micromètre ont permis d'étudier l'influence du champ de contrainte sur l'état de cavitation et de mettre en évidence les équivalences entre chargement en traction monotone et en fluage. Cet état de cavitation a été caractérisé dans un premier temps par le taux de porosité volumique V_F, défini par le rapport entre le volume de toutes les cavités d'un volume élémentaire représentatif (VER) et le volume total de ce VER. La valeur maximale de V_F augmente au cours de la déformation et l'étude de sa localisation au sein des éprouvettes est primordiale. En effet, au sein des polymères cristallins, la rupture ductile en traction monotone et fluage est intimement liée à l'état de cavitation puisqu'elle intervient par des phénomènes de croissance et coalescence de cavités. Caractériser l'évolution temporelle des distributions spatiales de taux de porosité volumique peut donc permettre de prédire la localisation de l'amorçage de la rupture. Dans les éprouvettes entaillées NT4, la valeur maximale de V_F est systématiquement localisée au centre (dans la section nette et le long de l'axe de révolution) et les faciès de rupture en traction monotone et en fluage sont caractérisés par une surface d'amorçage ductile bien localisée au centre. Dans les éprouvettes NT045 et CT, l'état de contrainte est différent et les distributions spatiales de cavités le sont également. La cavitation se développe dans un premier temps (avant le pic de contrainte en traction monotone et pendant le stade secondaire en fluage) à proximité du fond d'entaille puis la valeur maximale de V_F se décale et s'éloigne du fond d'entaille, tout en restant dans la section nette. Cette évolution a encore une fois être reliée aux mécanismes de rupture pour les éprouvettes NT045 puisque les zones d'amorçage ductile sont localisées entre la surface d'entaille et le centre de l'éprouvette. De plus, dans le cas des éprouvettes CT, il a été intéressant de mettre en évidence que l'état de cavitation présentait aussi des gradients dans l'épaisseur de l'éprouvette et qu'il pouvait être considéré comme étant lié au phénomène de striction. En effet, les limites des zones strictionnée et cavitée concordent. Ces résultats ont permis de conclure que les états de contraintes et de cavitation étaient bien liés. Plus précisément, la pression hydrostatique (ou contrainte moyenne), grandeur mécanique scalaire

issue du champ de contrainte, peut être considérée comme la force motrice des phénomènes de cavitation. En effet, les distributions spatiales de pression hydrostatique et leurs évolutions temporelles sont comparables à celles du taux de porosité volumique. Enfin, la prise en compte des évolutions de taux de porosité au cours des calculs par éléments finis a permis de simuler numériquement les mécanismes d'amorçage ductile et de propagation de fissures en définissant un critère de rupture en taux de porosité critique.

La caractérisation des phénomènes de cavitation n'a pas consisté uniquement en l'étude du taux de porosité volumique. En effet cette grandeur scalaire ne permet pas de rendre compte du caractère anisotrope des cavités se développant au sein du Polyamide 6 en cours de déformation. Elles ont étés considérées comme des cylindres dont la base est elliptique et perpendiculaire à la direction de chargement. Les techniques de tomographie et de laminographie donnent accès à des données 3D. Ainsi, les gradients des dimensions caractéristiques des cavités et de leurs facteurs de forme (permettant de quantifier l'anisotropie) ont pu être étudiés à partir de deux procédures différentes donnant des résultats similaires : la segmentation, l'identification puis le traitement individuel de chaque cavité et la technique FFT (pour « Fast Fourier Transformation » en anglais). Et les résultats de simulation numérique ont permis, pour les éprouvettes entaillées et CT, de mettre en évidence la relation entre composantes du tenseur des contraintes de Cauchy et cette anisotropie d'endommagement en traction monotone et en fluage.

L'équivalence établie à partir des résultats à l'échelle globale entre le pic de contrainte en traction monotone et la fin du stade secondaire en fluage est confirmée par les résultats à l'échelle locale. En effet, les états de cavitation en ces points particuliers des courbes de chargement sont similaires, pour tous les types d'éprouvettes étudiés, que ce soit en termes de distributions spatiales de taux de porosité volumique ou de morphologie des cavités. Et cette équivalence peut aussi être étendue aux états de déformation postérieurs et aux mécanismes de rupture. En revanche, les mécanismes de cavitation en fatigue sont beaucoup moins développés qu'en traction monotone et en fluage et les mécanismes de rupture et de propagation de fissures sont différents.

Ces résultats permettent de traiter la question de la durabilité sous un nouvel angle. En fluage et en fatigue, il est possible d'établir des courbes maitresses à partir des résultats à l'échelle globale de l'éprouvette provenant des courbes de chargement. Il s'agit classiquement des courbes « S-N » de Wöhler en fatigue et des courbes « S-R » reliant temps à rupture et contrainte imposée en fluage. Cette approche permet d'évaluer la durée de vie d'une éprouvette seulement sur la plage de contraintes étudiée en laboratoire et ces courbes maitresses doivent être extrapolées pour traiter le cas des structures industrielles, souvent soumises à des contraintes plus faibles (et donc sollicitées pendant des temps plus longs). De plus, cette approche ne tient pas compte des micro-mécanismes de cavitation pourtant fortement reliés au comportement mécanique et à la durabilité du matériau. Les résultats provenant de ce travail de thèse nous mènent finalement à proposer une nouvelle approche du traitement de la durabilité en fluage de structures en polymère semi-cristallin. Les

phénomènes de localisation de la déformation (striction ou ré-entaillage), de cavitation et les mécanismes de rupture peuvent être caractérisés à partir d'essais de traction monotone, beaucoup plus courts et faciles à mettre en œuvre que les essais de fluage. En effet, il a été mis en évidence que ces aspects du comportement mécanique étaient équivalents en traction monotone et en fluage. Par ailleurs, il faudrait caractériser les durées de vie et vitesses minimales de déformation en fluage aux temps les plus longs possibles puisque ces grandeurs caractéristiques du fluage ne peuvent pas être représentées par les mêmes relations aux hautes et aux basses contraintes. Ce sont les résultats de ces essais longs qui doivent alors constituer la base de données en fluage et permettre de caractériser et de prédire le comportement des structures industrielles soumises à des chargements statiques. Et ces prédictions peuvent être établies à partir de calculs aux éléments finis en utilisant un modèle poro-visco-plastique permettant de prendre en compte l'influence du taux de porosité volumique sur la durabilité et de simuler numériquement l'amorçage et la propagation de fissure.

PERSPECTIVES

Les perspectives se dégageant de ce travail de thèse peuvent être classées selon trois catégories : les perspectives concernant le matériau Polyamide 6, celles ayant rapport avec l'aspect expérimental de cette étude et celles ayant trait à la partie numérique.

Le Polyamide 6 et les matériaux polyamides en général sont des polymères semi-cristallins très hydrophiles. Les études concernant l'influence de la prise en eau sur le comportement mécanique de ces matériaux sont nombreuses. Ce sujet a été traité au Chapitre II, mais il serait intéressant de compléter ces résultats et d'étudier de manière systématique l'influence de la prise en eau du matériau sur les phénomènes de cavitation. Par ailleurs, il serait aussi intéressant d'étudier la validité du principe d'équivalence temps – température – prise en eau au sein des polymères semi-cristallins du point de vue des mécanismes de cavitation et de descripteurs à l'échelle globale comme le module d'Young ou la contrainte d'écoulement. Enfin, les phénomènes de vieillissement chimique interviennent aux temps longs au sein des polymères semi-cristallins, particulièrement dans le cas des canalisations ou réservoirs sous pression. L'extrapolation de courbes maitresses provenant uniquement d'une caractérisation mécanique à court terme ne prend pas en compte ces phénomènes. Les estimations de durée de vie à partir de ces courbes maitresses doivent donc être utilisées avec une grande prudence.

La perspective majeure de la partie expérimentale concerne la caractérisation du comportement mécanique, des phénomènes de cavitation et des mécanismes de rupture en fatigue pour des états de contraintes multiaxiaux et non-homogènes, à partir d'essais sur éprouvettes entaillées (de type NT4 et NT045 par exemple). Les observations en tomographie à rayonnement synchrotron pourrait dans ce cas s'effectuer lors d'essais *in-situ* (ce qui n'est pas possible en fluage) ou en travaillant avec des éprouvettes doublement entaillées. Il serait alors intéressant de privilégier des observations à très haute résolution. En effet, il semble que la cavitation en fatigue au sein du Polyamide 6 de l'étude soit très limitée et que la croissance de cavités soit faible du fait des faibles déformations imposées à l'échelle globale.

De la même manière que pour la partie expérimentale, une des perspectives concernant l'aspect numérique de ce travail consiste en la mise en place de calculs par éléments finis en fatigue. Il serait notamment intéressant d'établir s'il est pertinent de définir un critère de rupture numérique en fatigue à partir d'une valeur critique du taux de porosité volumique. Enfin, dans le modèle poro-visco-plastique utilisé tout au long de cette étude, le taux de porosité volumique est considéré comme la variable d'endommagement. Cette grandeur est un scalaire et les micro-mécanismes de cavitation à des mécanismes de croissance sphérique de cavités sont réduits lors des calculs par éléments finis. L'anisotropie de cavitation observée expérimentalement n'est donc pas prise en compte. Dans les futurs travaux numériques, il serait ainsi intéressant, de la même manière que certains auteurs [Gologanu et al., 1993] [Gologanu et al., 2001] [Cao et al., 2015], de travailler avec un modèle d'endommagement anisotrope. Les résultats provenant des volumes de tomographie tels que les distributions spatiales de facteurs de forme de cavités pourraient alors être utilisés comme données d'entrée lors des procédures d'identification des coefficients de la loi de comportement. Cette

démarche aboutirait alors à une simulation encore plus fidèle du comportement mécanique, des phénomènes de cavitation et des mécanismes de rupture au sein des polymères semi-cristallins.

ANNEXES

Annexe 1 : Coefficients du modèle

L'identification des coefficients du modèle, ses enjeux ainsi que les difficultés rencontrées ont été présentés dans la Section IV.1.3. Rappelons qu'il a été décidé de déterminer des jeux de coefficients différents pour représenter les comportements en traction monotone et en fluage. En effet, les plages très étendues de vitesses de déformations et de temps caractéristiques à considérer lorsque l'on veut représenter à la fois fluage et traction monotone rendent l'identification des paramètres du modèle très complexe. Néanmoins, cette tâche est ardue mais pas irréalisable. Il est possible de reproduire à la fois les comportements macroscopique (courbes de chargement) et microscopique (distributions spatiales de taux de porosité) en traction monotone et en fatigue avec le même jeu de coefficients en utilisant un modèle poro-visco-plastique multi-mécanismes du même type que celui présenté dans ce travail de thèse [Selles et al., 2017b].

Par ailleurs, le Polyamide 6 de l'étude ainsi que ses caractéristiques mécaniques sont très sensibles à la prise en eau et les campagnes d'essais sur les différentes géométries d'éprouvettes n'ont pas été menées sur des matériaux conditionnés de la même manière : matériau sec pour les éprouvettes NT4 et matériaux conditionnés à HR50 pour les éprouvettes NT045 et CT. Ainsi, des coefficients différents ont dû être identifiés pour chaque géométrie d'éprouvette.

A1.1 Eprouvettes entaillées NT4

Pour les éprouvettes entaillées NT4, les jeux de coefficients obtenus à la suite de la procédure d'optimisation par méthode inverse sont présentés respectivement pour la traction monotone et le fluage dans les Tableaux A1.1 et A1.2. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν ont été fixés aux valeurs déterminées par Cayzac et al. [Cayzac et al., 2013] : E = 2500 MPa et ν = 0,38.

Par ailleurs, il a été choisi de définir le paramètre q_2 comme une fonction de la plus grande déformation plastique principale p_1. Cette définition a été initialement proposée par Lafarge dans ses travaux de thèse [Lafarge, 2004]. Elle a été motivée par le fait qu'en traction monotone, V_F augmente rapidement lors des premiers stades de déformation puis que la croissance est de moins en moins importante, les cavités se déformant sans variation importante de volume. La fonction représentant l'évolution de q_2 doit donc être une fonction décroissante de la déformation plastique principale. Boisot [Boisot, 2009] et Poulet [Poulet, 2017] ont proposé l'utilisation d'une fonction en tangente hyperbolique de la forme suivante :

$$q_2 = (M - m)\frac{\tanh[\kappa(p_t - p_1)] + 1}{2} + \mathrm{m} \qquad \text{(A1.1)}$$

Avec M et m les valeurs initiales et finales respectivement de la fonction q_2 ;
κ la vitesse de transition entre ces valeurs initiales et finales ;
p_t la déformation plastique principale de transition.

C'est cette formulation qui a été adoptée ici. En effet, elle permet d'obtenir numériquement des plateaux de contraintes importants après la phase d'adoucissement en traction monotone mais aussi des phases de fluage tertiaire plus longues et donc de reproduire fidèlement le comportement mécanique de ces éprouvettes entaillées NT4.

Phase amorphe		**Phase cristalline**	
R_0^a	*40 MPa*	R_0^c	*40 MPa*
Q_a	*40 MPa*	Q_c	*220 MPa*
b_a	*8*	b_c	*1*
K_a	*43,5 MPa*	K_c	*80 MPa*
n_a	*4*	n_c	*5*
q_1^a	*1,4*	q_1^c	*1,4*
q_2^a	$(2-0{,}9)\dfrac{tanh[3(0{,}3-p_1)]+1}{2}+0{,}9$	q_2^c	$(2-0{,}9)\dfrac{tanh[3(0{,}3-p_1)]+1}{2}+0{,}9$
A_h	*0,7 MPa*		
B_h	*5*		

Tableau A1. 1 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées NT4 déformées en traction monotone.*

Phase amorphe		**Phase cristalline**	
R_0^a	*21 MPa*	R_0^c	*22 MPa*
Q_a	*60 MPa*	Q_c	*78 MPa*
b_a	*3,4*	b_c	*4*
K_a	*250 MPa*	K_c	*400 MPa*
n_a	*2,7*	n_c	*4,6*
q_1^a	*1,2*	q_1^c	*1,2*
q_2^a	$(1{,}6-0{,}6)\dfrac{tanh[6(0{,}6-p_1)]+1}{2}+0{,}6$	q_2^c	$(1{,}6-0{,}6)\dfrac{tanh[6(0{,}6-p_1)]+1}{2}+0{,}6$
A_h	*27 MPa*		
B_h	*1,8*		

Tableau A1. 2 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées NT4 déformées en fluage.*

A1.2 Eprouvettes entaillées NT045

Pour les éprouvettes entaillées NT045, les jeux de coefficients obtenus à la suite de la procédure d'optimisation par méthode inverse sont présentés respectivement pour la traction monotone et le fluage dans les Tableaux A1.3 et A1.4.

Phase amorphe		Phase cristalline	
R_0^a	*25 MPa*	R_0^c	*25 MPa*
Q_a	*55 MPa*	Q_c	*65 MPa*
b_a	*7*	b_c	*6*
K_a	*40 MPa*	K_c	*30 MPa*
n_a	*3*	n_c	*4,5*
q_1^a	*2*	q_1^c	*2*
q_2^a	*1*	q_2^c	*1*
A_h	*1 MPa*		
B_h	*5*		

Tableau A1. 3 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées NT045 déformées en traction monotone.*

Phase amorphe		Phase cristalline	
R_0^a	*20 MPa*	R_0^c	*20 MPa*
Q_a	*50 MPa*	Q_c	*60 MPa*
b_a	*6*	b_c	*4*
K_a	*150 MPa*	K_c	*100 MPa*
n_a	*3*	n_c	*5*
q_1^a	*1,2*	q_1^c	*1,2*
q_2^a	*1,2*	q_2^c	*1,2*
A_h	*3 MPa*		
B_h	*1*		

Tableau A1. 4 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées NT045 déformées en fluage.*

La prise en eau du matériau lors de la campagne d'essais et de tomographie sur les éprouvettes

entaillées NT045 n'était pas nulle puisque ces éprouvettes avaient été conditionnées à HR50. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν ont été fixés aux valeurs déterminées par Selles et al. [Selles et al., 2017b] : $E = 2000$ MPa et $\nu = 0{,}38$. Par ailleurs, les coefficients q_2^a et q_2^c ont été considérés comme constants tout au long des essais de traction monotone et de fluage. Il n'a pas été nécessaire d'introduire une fonction décroissante en tangente hyperbolique de la déformation plastique principale (Equation A1.1) car le ralentissement de la croissance des cavités lorsque la déformation devient importante n'a pas été observé. Cela a notamment pour conséquence que le plateau de contrainte en fin d'adoucissement en traction monotone est très peu étendu et que le stade tertiaire en fluage est très court.

A1.3 Validation des coefficients sur une autre géométrie

L'objectif de cette étude complémentaire est de mettre en évidence la capacité du modèle à reproduire numériquement de manière fidèle, avec un unique jeu de coefficient, les micro-mécanismes de cavitation observés sur différentes géométries d'éprouvettes et plus particulièrement la localisation de la valeur maximale de V_F. Pour cela, des calculs aux éléments finis ont été effectués sur le maillage d'une éprouvette entaillée NT4 en utilisant les coefficients identifiés à partir des résultats sur éprouvettes entaillées NT045 (coefficients donnés dans les Tableaux A1.3 et A1.4). Les résultats obtenus en traction monotone et en fluage sont présentés respectivement sur les Figures A1.1.a et A1.1.b. Et les cartographies d'iso-valeurs de taux de porosité volumique au pic de contrainte en traction monotone et en fin de stade secondaire en fluage présentent bien des valeurs maximales localisées au centre et des distributions spatiales conformes aux observations expérimentales.

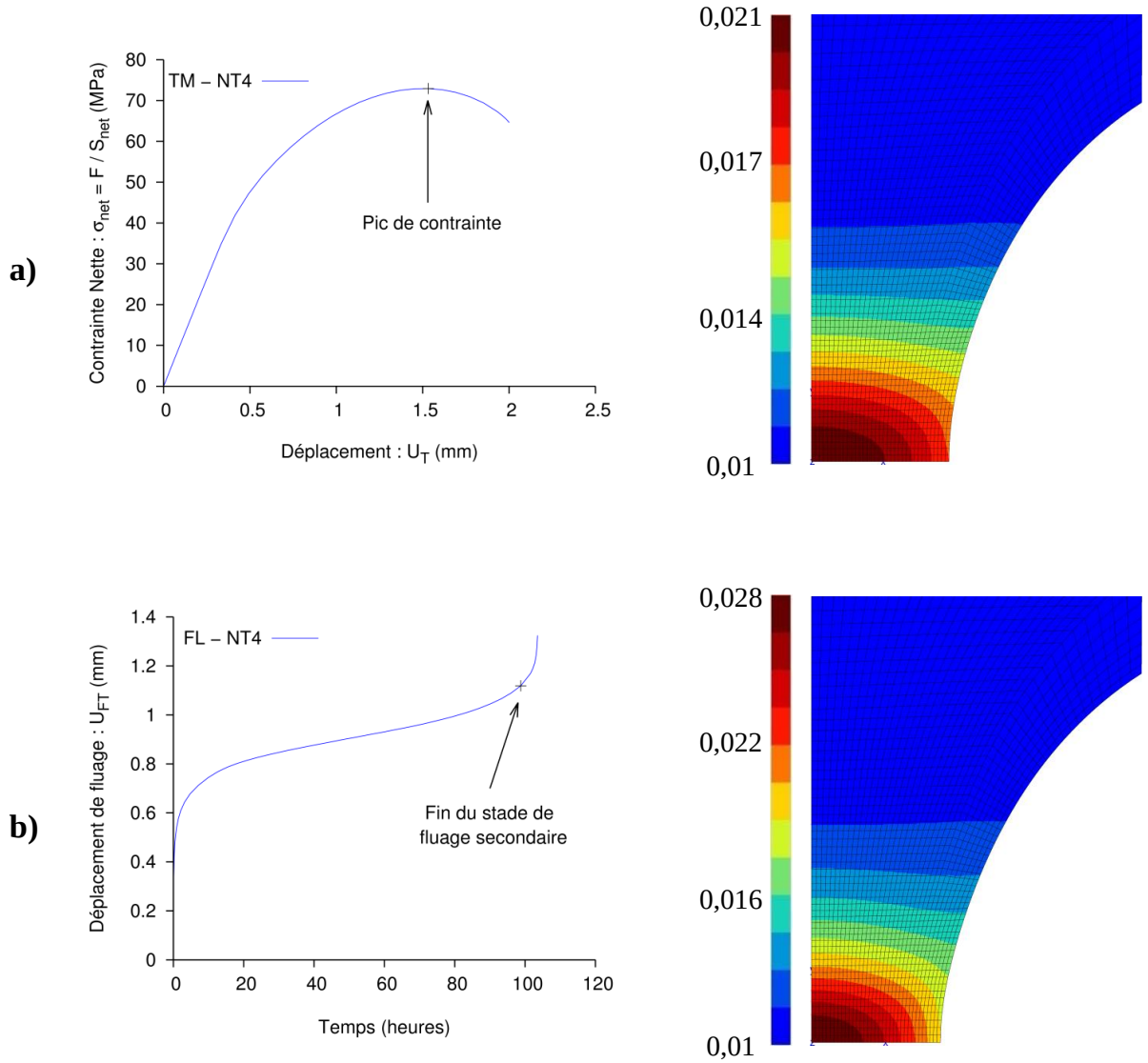


Figure A1. 1 *Courbe de chargement numérique et cartographie d'iso-valeurs de taux de porosité volumique à l'instant indiqué. Résultats sur éprouvettes NT4 en utilisant les coefficients du modèle identifiés pour les éprouvettes NT045. Traction monotone (a) et Fluage à 53 MPa.*

De la même manière, les coefficients identifiés lors de l'étude sur éprouvettes NT4 (donnés dans les Tableaux A1.1 et A1.2) ont été utilisés pour simuler le comportement en traction monotone et en fluage d'éprouvettes NT045. Les résultats, présentés sur la Figure A1.2 sont une fois encore très satisfaisant. En effet, au pic de contrainte en traction monotone (Figure A1.2.a) et en fin de stade secondaire en fluage (Figure A1.2.b), l'état de cavitation obtenu numériquement est comparable à celui observé expérimentalement en tomographie à rayonnement synchrotron. La valeur maximale de V_F est bien localisée entre le fond d'entaille et le centre des éprouvettes.

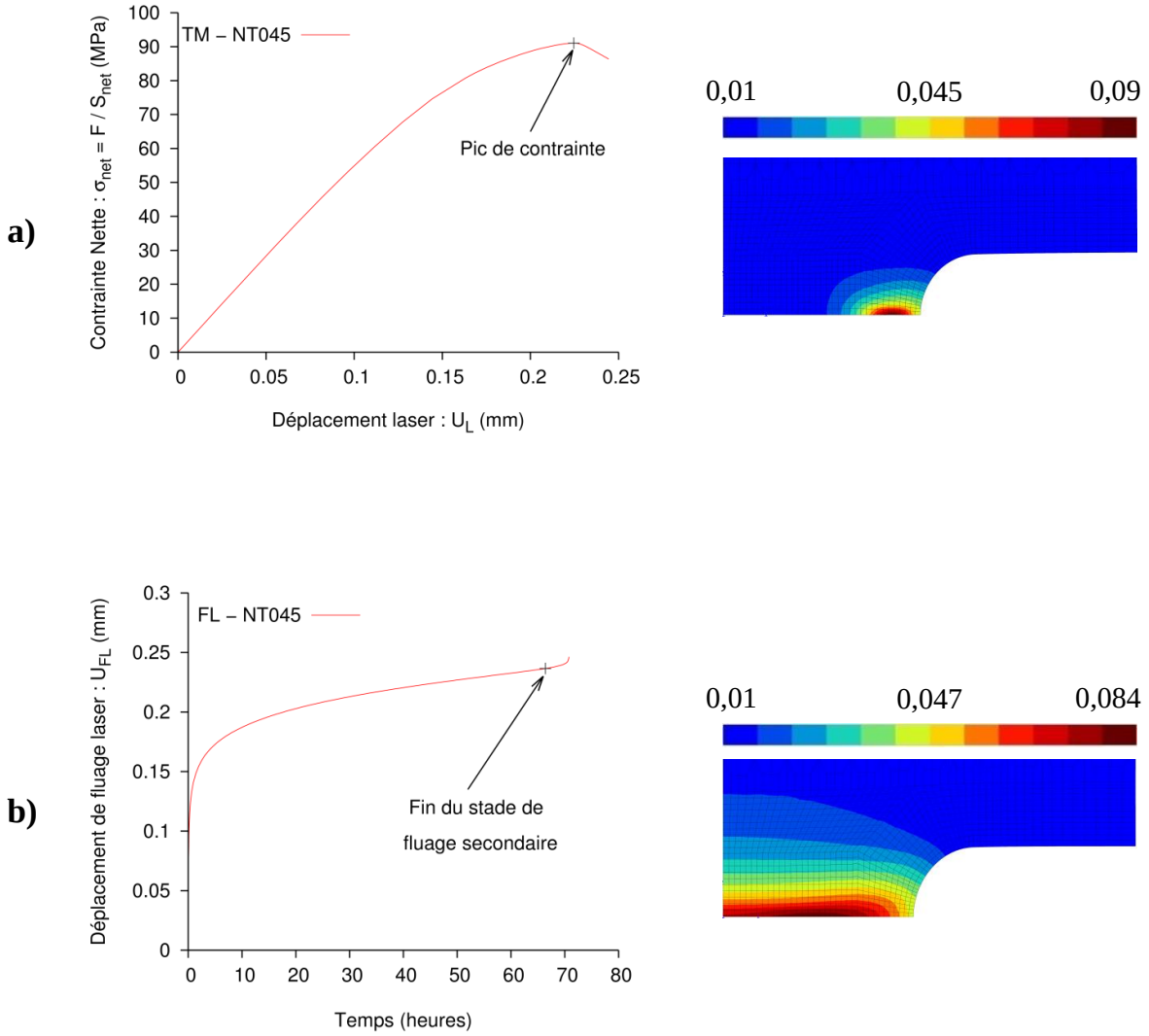


Figure A1. 2 *Courbe de chargement numérique et cartographie d'iso-valeurs de taux de porosité volumique à l'instant indiqué. Résultats sur éprouvettes NT045 en utilisant les coefficients du modèle identifiés pour les éprouvettes NT4. Traction monotone (a) et Fluage à 65 MPa.*

A1.4 Eprouvettes « Compact Tensile » CT

Pour les éprouvettes CT, les jeux de coefficients obtenus à la suite de la procédure d'optimisation par méthode inverse sont présentés respectivement pour la traction monotone et le fluage dans les Tableaux A1.5 et A1.6. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν ont été fixés par optimisation numérique : $E = 1400$ MPa et $\nu = 0{,}38$. Finalement, la prise en eau dans chacune de ces éprouvettes lors des différentes campagnes (éprouvettes lisses, entaillées NT4 et NT045 ou éprouvettes CT) était certainement légèrement différente et peut être à l'origine de ces écarts de module élastique. Néanmoins, il est important de garder à l'esprit que la détermination ainsi que la définition du module élastique et de la limite d'élasticité dans le cas des polymères a toujours été un sujet délicat.

Par ailleurs, l'ensemble des coefficients du modèle déterminés dans le cadre de l'étude des éprouvettes CT (coefficients CT dans la suite) sont différents de ceux utilisés pour représenter le comportement des éprouvettes entaillées NT045 (coefficients NT045 dans la suite), malgré leurs conditionnements similaires. Ce choix trouve sa justification dans le fait que les coefficients NT045 ne permettaient pas de reproduire de manière satisfaisante le comportement aux temps longs et aux faibles contraintes. Or les contraintes atteintes au sein des éprouvettes CT sont beaucoup plus faibles que celles atteintes lors des essais sur éprouvettes NT045. Les coefficients NT045 n'étaient pas du tout indiqué pour reproduire le comportement de ces éprouvettes CT et de nouveaux jeux de coefficients ont été identifiés.

Phase amorphe		**Phase cristalline**	
R_0^a	*20 MPa*	R_0^c	*20 MPa*
Q_a	*40 MPa*	Q_c	*40 MPa*
b_a	*5*	b_c	*12*
K_a	*10 MPa*	K_c	*48,5 MPa*
n_a	*4*	n_c	*5*
q_1^a	*1,2*	q_1^c	*1,2*
q_2^a	*0,8*	q_2^c	*0,8*
A_h	*10 MPa*		
B_h	*5*		

Tableau A1. 5 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées CT déformées en traction monotone.*

Phase amorphe		Phase cristalline	
R_0^a	*10 MPa*	R_0^c	*10 MPa*
Q_a	*20 MPa*	Q_c	*20 MPa*
b_a	*2*	b_c	*6*
K_a	*10 MPa*	K_c	*200 MPa*
n_a	*12*	n_c	*5*
q_1^a	*1*	q_1^c	*1*
q_2^a	*1,3*	q_2^c	*1,3*
A_h	*5 MPa*		
B_h	*5*		

Tableau A1. 6 *Coefficients du modèle pour les éprouvettes entaillées CT déformées en fluage.*

Annexe 2 : Iso-valeurs de contraintes

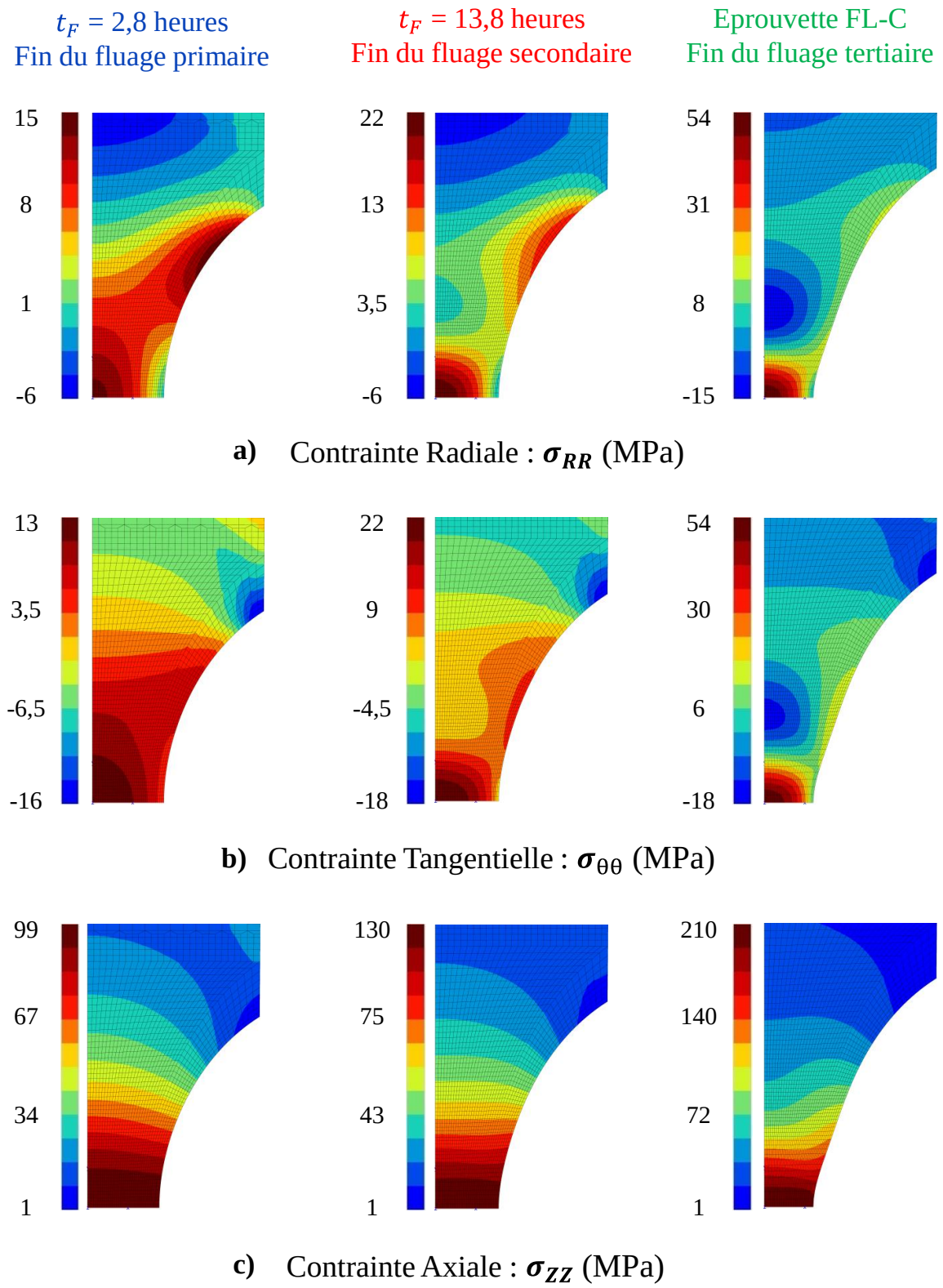


Figure A2. 1 *Cartographie des iso-valeurs de contraintes radiale σ_{RR} (a), axiale σ_{ZZ} (b) et de taux de triaxialité des contraintes τ (c). Eprouvettes entaillées NT4 déformées en fluage à 71,5 MPa.*

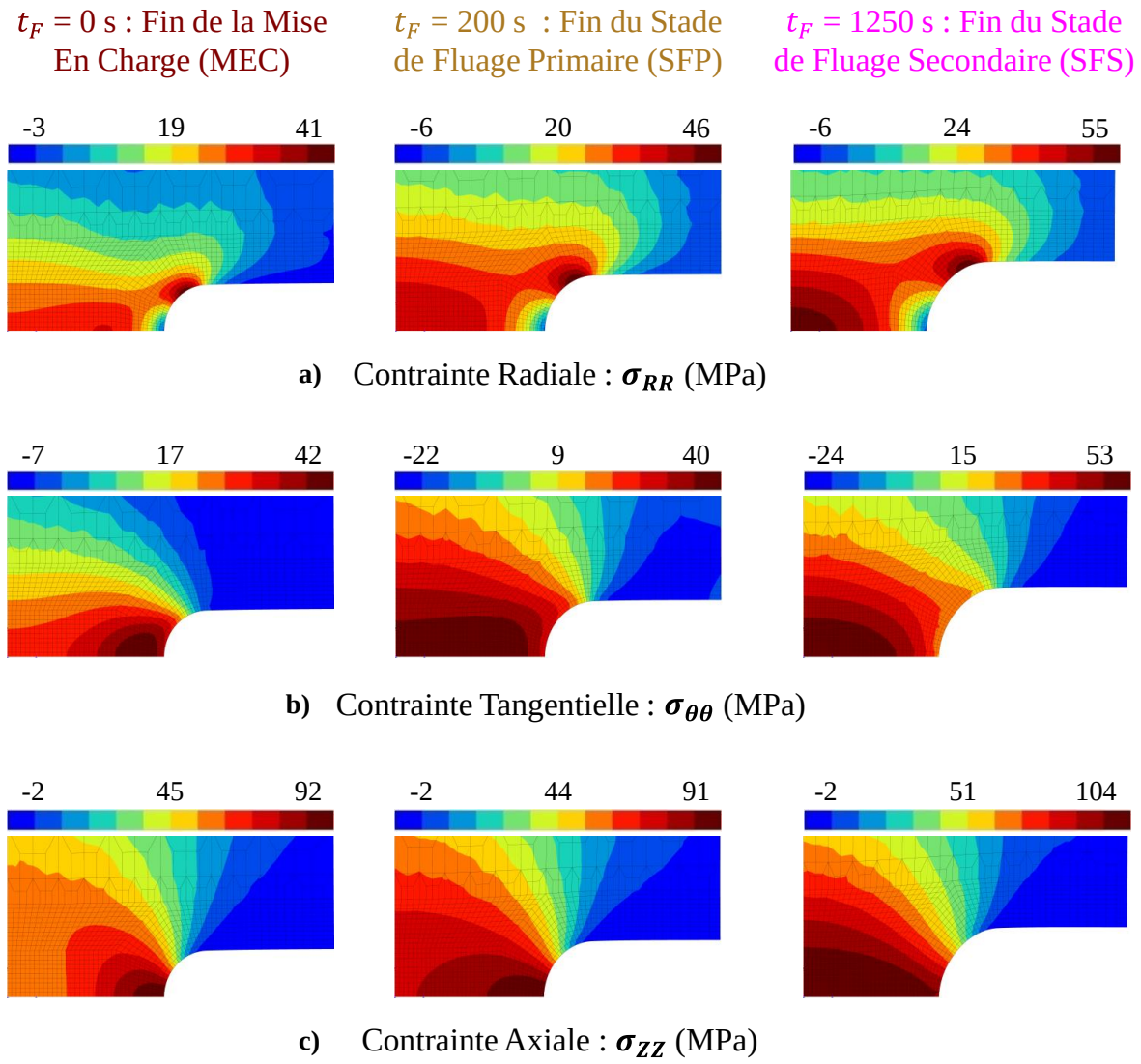


Figure A2. 2 *Cartographie des iso-valeurs de contraintes radiale* $\boldsymbol{\sigma_{RR}}$ *(a) tangentielle* $\boldsymbol{\sigma_{\theta\theta}}$ *(b) et axiale* $\boldsymbol{\sigma_{ZZ}}$ *(c). Eprouvette déformée en fluage à 74 MPa :* t_F *= 0 s (à gauche),* t_F *= 200 s (au centre) et* t_F *= 1250 s (à droite).*

Annexe 3 : Résultats complémentaires sur éprouvettes NT045 en traction monotone

Les courbes de chargement de traction monotone sur éprouvette entaillée NT045 présentées sur la Figure A3.1 permettent de mettre en évidence le fait qu'il est possible, en changeant de jeu de coefficients, d'obtenir numériquement une courbe de chargement plus fidèle aux résultats expérimentaux.

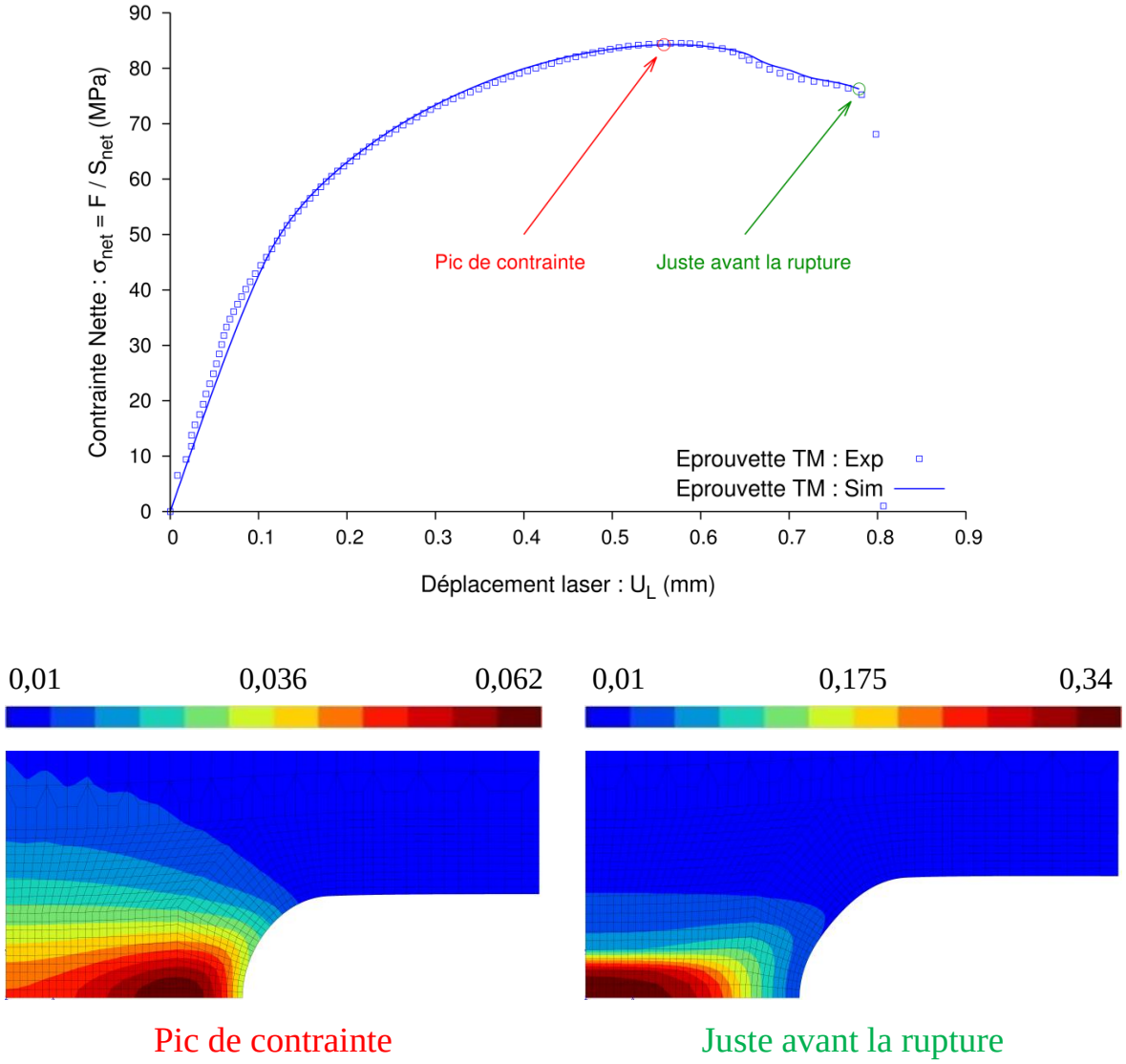


Figure A3. 1 *Courbes de chargement de traction monotone expérimentale (symboles) et numérique (ligne continue) sur éprouvette NT045 pour un autre jeu de coefficients et cartographies d'iso-valeurs de taux de porosité volumique correspondant au pic de contrainte et à l'instant juste avant la rupture.*

Sur cette Figure A3.1 sont aussi représentées les cartographies d'iso-valeurs de taux de porosité volumique, obtenues numériquement au pic de contrainte et juste avant la rupture avec ce jeu de coefficient. Les résultats au pic de contrainte sont satisfaisants : la valeur maximale de V_F est bien localisée entre le fond d'entaille et le centre de l'éprouvette. En revanche, les résultats provenant de l'état de déformation juste avant la rupture ne le sont pas du tout puisque la valeur maximale de V_F est localisée au centre de l'éprouvette. Dans ce cas la rupture finale va s'amorcer dans la section nette, le long de l'axe de révolution, alors qu'expérimentalement, les zones d'amorçage ductile sur les faciès de rupture sont localisées entre le fond d'entaille et l'axe de révolution.

L'identification puis le choix des coefficients du modèle consiste donc en un compromis entre comportement macroscopique (courbes de chargement), comportement local de cavitation (distributions spatiales de taux de porosité volumique) et comportement à rupture.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[Aboulfaraj et al., 1995]
Aboulfaraj, M., G'sell, C., Ulrich, B., & Dahoun, A. (1995). In situ observation of the plastic deformation of polypropylene spherulites under uniaxial tension and simple shear in the scanning electron microscope. *Polymer*, *36*(4), 731-742.

[Addiego et al. 2010]
Addiego, F., Di Martino, J., Ruch, D., Dahoun, A., Godard, O., Lipnik, P., & Biebuyck, J. J. (2010). Cavitation in unfilled and nano-CACO3 filled HDPE subjected to tensile test: Revelation, localization, and quantification. *Polymer Engineering & Science*, *50*(2), 278-289.

[Balta-Calleja et Peterlin, 1970]
Balta-Calleja, F. J., & Peterlin, A. (1970). Plastic deformation of polypropylene. VI. mechanism and properties. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, *4*(3), 519-540.

[Beremin, 1980]
Beremin, F. M. (1980). ELASTOPLASTIC CALCULATION OF CIRCUMFERENTIALLY NOTCHED SPECIMENS USING THE FINITE-ELEMENT METHOD. *Journal de Mécanique appliquée*, *4*(3), 307-325.

[Berrehili, 2010]
Berrehili, A. (2010). *Comportement cyclique et tenue en fatigue sous chargement multiaxial d'un polyéthylène: expériences et critère d'endurance* (Doctoral dissertation, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique-Poitiers).

[Berveiller et Zaoui, 1978]
Berveiller, M., & Zaoui, A. (1978). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *26*(5-6), 325-344.

[Besson et Foerch, 1997]
Besson, J., & Foerch, R. (1997). Large scale object-oriented finite element code design. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, *142*(1-2), 165-187.

[Besson et al., 2001]
Besson, J., Steglich, D., & Brocks, W. (2001). Modeling of crack growth in round bars and plane strain specimens. *International journal of solids and structures*, *38*(46), 8259-8284.

[Besson et Guillemer-Neel, 2003]
Besson, J., & Guillemer-Neel, C. (2003). An extension of the Green and Gurson models to kinematic hardening. *Mechanics of materials*, *35*(1), 1-18.

[Besson, 2009]
Besson, J. (2009). Damage of ductile materials deforming under multiple plastic or viscoplastic mechanisms. *International Journal of Plasticity*, *25*(11), 2204-2221.

[Besson, 2010]
Besson, J. (2010). Continuum models of ductile fracture: a review. *International Journal of Damage Mechanics*, *19*(1), 3-52.

[Bleuet et al., 2009]
Bleuet, P., Cloetens, P., Gergaud, P., Mariolle, D., Chevalier, N., Tucoulou, R., ... & Chabli, A. (2009). A hard x-ray nanoprobe for scanning and projection nanotomography. *Review of scientific instruments*, *80*(5), 056101.

[Blaise et al., 2010]
Blaise, A., Baravian, C., André, S., Dillet, J., Michot, L. J., & Mokso, R. (2010). Investigation of the mesostructure of a mechanically deformed HDPE by synchrotron microtomography. *Macromolecules*, *43*(19), 8143-8152.

[Blaise et al., 2012]
Blaise, A., Baravian, C., Dillet, J., Michot, L. J., & André, S. (2012). Characterization of the mesostructure of HDPE under "in situ" uniaxial tensile test by incoherent polarized steady-light transport. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *50*(5), 328-337.

[Blaise, 2011]
Blaise, A. (2011). Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée. *Doctorat, Université Henri Poincaré-Nancy I*.

[Boisot, 2009]
Boisot, G. (2009). *Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc* (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Boisot et al., 2011]
Boisot, G., Laiarinandrasana, L., Besson, J., Fond, C., & Hochstetter, G. (2011). Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11. *International Journal of Solids and Structures*, *48*(19), 2642-2654.

[Bridgman, 1944]
Bridgman, P. (1944). The stress distribution at the neck of a tension specimen. *Trans. ASM*, *32*, 553-574.

[Brusselle-Dupend et al., 2011]
Brusselle-Dupend, N., Rosenberg, E., & Adrien, J. (2011). Characterization of cavitation development while tensile testing PVF2 using 3D X-ray microtomography. *Materials Science and Engineering: A*, *530*, 36-50.

[Buffière et al., 1999]
Buffiere, J. Y., Maire, E., Cloetens, P., Lormand, G., & Fougeres, R. (1999). Characterization of internal damage in a MMC p using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta materialia*, *47*(5), 1613-1625.

[Butler et al., 1998]
Butler, M. F., & Donald, A. M. (1998). A real-time simultaneous small-and wide-angle X-ray scattering study of in situ polyethylene deformation at elevated temperatures. *Macromolecules*, *31*(18), 6234-6249.

[Cailletaud et Pilvin, 1994]
Cailletaud, G., & Pilvin, P. (1994). Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Revue européenne des éléments finis*, *3*(4), 515-541.

[Cailletaud et Saï, 1995]
Cailletaud, G., & Sai, K. (1995). Study of plastic/viscoplastic models with various inelastic mechanisms. *International Journal of Plasticity*, *11*(8), 991-1005.

[Cangemi et al., 2004]
Cangemi, L., Elkoun, S., G'Sell, C., & Meimon, Y. (2004). Volume strain changes of plasticized poly (vinylidene fluoride) during tensile and creep tests. *Journal of applied polymer science*, *91*(3), 1784-1791.

[Cao et al., 2015]
Cao, T. S., Mazière, M., Danas, K., & Besson, J. (2015). A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incorporating void shape change and void rotation. *International Journal of Solids and Structures*, *63*, 240-263.

[Carothers, 1929]
Carothers, W. H. (1929). Studies on polymerization and ring formation. I. An introduction to the general theory of condensation polymers. *Journal of the American Chemical Society*, *51*(8), 2548-2559.

[Castagnet, 1998]
Castagnet, S. (1998). *Comportement mécanique du PVDF: compétition entre cavitation et écoulement visqueux* (Doctoral dissertation, Université de Poitiers).

[Castagnet et al., 2000]
Castagnet, S., Girault, S., Gacougnolle, J. L., & Dang, P. (2000). Cavitation in strained polyvinylidene fluoride: mechanical and X-ray experimental studies. *Polymer*, *41*(20), 7523-7530.

[Castagnet et Deburck, 2007]
Castagnet, S., & Deburck, Y. (2007). Relative influence of microstructure and macroscopic triaxiality on cavitation damage in a semi-crystalline polymer. *Materials Science and Engineering: A*, *448*(1), 56-66.

[Cayzac et al., 2013]
Cayzac, H. A., Saï, K., & Laiarinandrasana, L. (2013). Damage based constitutive relationships in semi-crystalline polymer by using multi-mechanisms model. *International Journal of Plasticity*, *51*, 47-64.

[Challier et al., 2006]
Challier, M., Besson, J., Laiarinandrasana, L., & Piques, R. (2006). Damage and fracture of polyvinylidene fluoride (PVDF) at 20 C: experiments and modelling. *Engineering Fracture Mechanics*, *73*(1), 79-90.

[Cheng et al., 2016]
Cheng, Y., Laiarinandrasana, L., Helfen, L., Proudhon, H., Klinkova, O., Baumbach, T., & Morgeneyer, T. F. (2016). 3D damage micromechanisms in polyamide 6 ahead of a severe notch studied by in situ synchrotron laminography. *Macromolecular Chemistry and Physics*, *217*(5), 701-715.

[Chu et Needleman, 1980]
Chu, C. C., & Needleman, A. (1980). Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. *Journal of Engineering Materials and Technology(Transactions of the ASME)*, *102*(3), 249-256.

[Cloetens et al., 1997]
Cloetens, P., Pateyron-Salomé, M., Buffiere, J. Y., Peix, G., Baruchel, J., Peyrin, F., & Schlenker, M. (1997). Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, *81*(9), 5878-5886.

[Davies et al., 2004]
Davies, R. J., Zafeiropoulos, N. E., Schneider, K., Roth, S. V., Burghammer, M., Riekel, C., ... & Stamm, M. (2004). The use of synchrotron X-ray scattering coupled with in situ mechanical testing for studying deformation and structural change in isotactic polypropylene. *Colloid and Polymer Science*, *282*(8), 854-866.

[Devilliers, 2011]
Devilliers, C. (2011). *Dégradation chimique du PE et influence sur le comportement, l'endommagement et la rupture en fluage: application à la durabilité des canalisations sous pression* (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Dorlot et al., 1999]
Dorlot, J. M., Baïlon, J. P., & Masounave, J. (1999). *Des matériaux*. Éditions de l'École polytechnique de Montréal.

[Farge et al., 2013]
Farge, L., Andre, S., Pawlak, A., Baravian, C., Irvine, S. C., & Philippe, A. M. (2013). A study of the deformation-induced whitening phenomenon for cavitating and non-cavitating semicrystalline polymers. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *51*(10), 826-841.

[Feret, 1032]
Feret , L. R. (1932). *La grosseur des grains des matières pulvérulentes*. In Premières communications de la nouvelle Association Internationale Pour l'Essai Des Matériaux, Zurich, 6-12 septembre 1931, Groupe D, Editions A.I.E.M., pages 428–436.

[Ferreiro et al., 2000]
Ferreiro, V., Pennec, Y., Seguela, R., & Coulon, G. (2000). Shear banding in polyamide 6 films as revealed by atomic force microscopy. *Polymer*, *41*(4), 1561-1569.

[Flory, 1984]
Flory, P. J. (1984). Conformations of macromolecules in condensed phases. *Pure and applied chemistry*, *56*(3), 305-312.

[Friedrich, 1983]
Friedrich, K. (1983). Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics. *Crazing in Polymers*, 225-274.

[Galeski et al., 1988]
Galeski, A., Argon, A. S., & Cohen, R. E. (1988). Changes in the morphology of bulk spherulitic nylon 6 due to plastic deformation. *Macromolecules*, *21*(9), 2761-2770.

[Géhant et Schirrer, 1999]
Géhant, S., & Schirrer, R. (1999). Multiple light scattering and cavitation in two phase tough polymers. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *37*(2), 113-126.

[Gologanu et al., 1993]
Gologanu, M., Leblond, J. B., & Devaux, J. (1993). Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids—case of axisymmetric prolate ellipsoidal cavities. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *41*(11), 1723-1754.

[Gologanu et al., 2001]
Gologanu, M., Leblond, J. B., Perrin, G., & Devaux, J. (2001). Theoretical models for void coalescence in porous ductile solids. I. Coalescence "in layers". *International journal of solids and structures*, *38*(32), 5581-5594.

[Guérin, 1994]
Guérin, B. (1994). *Polyamides PA*. Ed. Techniques Ingénieur.

[Gurson, 1977]
Gurson, A. L. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I—Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of engineering materials and technology*, *99*(1), 2-15.

[G'sell et Dahoun, 1994]
G'sell, C., & Dahoun, A. (1994). Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, *175*(1-2), 183-199.

[Haudin et G'sell, 1995]
Haudin, J. M. (1995). Introduction à la mécanique des polymères, chapitres «structure et morphologies des polymères semi cristallins».

[Hénaff et Morel, 2005]
Henaff, G., & Morel, F. (2005). Fatigue des structures. *Collection TechnoSup, Ellipses*.

[Hill, 1965]
Hill, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *13*(2), 89-101.

[Hughes et al., 1997]
Hughes, D. J., Mahendrasingam, A., Oatway, W. B., Heeley, E. L., Martin, C., & Fuller, W. (1997). A simultaneous SAXS/WAXS and stress-strain study of polyethylene deformation at high strain rates. *Polymer*, *38*(26), 6427-6430.

[Humbert et al., 2010]
Humbert, S., Lame, O., Chenal, J. M., Rochas, C., & Vigier, G. (2010). New insight on initiation of cavitation in semicrystalline polymers: in-situ SAXS measurements. *Macromolecules*, *43*(17), 7212-7221.

[Hutchinson, 1968]
Hutchinson, J. W. (1968). Plastic stress and strain fields at a crack tip. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *16*(5), 337-342.

[Hutchinson et Montserrat, 1996]
Hutchinson, J. M., & Montserrat, S. (1996). The application of modulated differential scanning calorimetry to the glass transition of polymers. I. A single-parameter theoretical model and its predictions. *Thermochimica acta*, *286*(2), 263-296.

[Khanna et al., 1995]
Khanna, Y. P., Kuhn, W. P., & Sichina, W. J. (1995). Reliable Measurements of the Nylon-6 Glass-Transition Made Possible by the New Dynamic DSC. *Macromolecules*, *28*(8), 2644-2646.

[Khanna et Kuhn, 1997]
Khanna, Y. P., & Kuhn, W. P. (1997). Measurement of crystalline index in nylons by DSC: complexities and recommendations. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *35*(14), 2219-2231.

[Kohan, 1995]
Kohan, M. I. (Ed.). (1995). *Nylon plastics handbook* (Vol. 378). Munich: Hanser.

[Lafarge, 2004]
Lafarge, M. (2004). *Modélisation couplée comportement-endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF* (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Laiarinandrasana et al., 2010]
Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., & Regrain, C. (2010). Damage of semicrystalline polyamide 6 assessed by 3D X-ray tomography: From microstructural evolution to constitutive modeling. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *48*(13), 1516-1525.

[Laiarinandrasana et al., 2012]
Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., N'guyen, F., & Maire, E. (2012). Effect of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by X-ray tomography. *Macromolecules*, *45*(11), 4658-4668.

[Laiarinandrasana et al., 2016a]
Laiarinandrasana, L., Selles, N., Klinkova, O., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., & Helfen, L. (2016). Structural versus microstructural evolution of semi-crystalline polymers during necking under tension: Influence of the skin-core effects, the relative humidity and the strain rate. *Polymer Testing*, *55*, 297-309.

[Laiarinandrasana et al., 2016b]
Laiarinandrasana, L., Klinkova, O., Nguyen, F., Proudhon, H., Morgeneyer, T. F., & Ludwig, W. (2016). Three dimensional quantification of anisotropic void evolution in deformed semi-crystalline polyamide 6. *International Journal of Plasticity*, *83*, 19-36.

[Landis et Keane, 2010]
Landis, E. N., & Keane, D. T. (2010). X-ray microtomography. *Materials characterization*, *61*(12), 1305-1316.

[Lefebvre, 2002]
Lefebvre, X. (2002). *Fissuration fragile lente du polyamide 11: mécanismes et durées de vie en fluage* (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Lemaitre, 1985]
Lemaitre, J. (1985). A continuous damage mechanics model for ductile fracture. *Transactions of the ASME. Journal of Engineering Materials and Technology*, *107*(1), 83-89.

[Lesser, 1995]
Lesser, A. J. (1995). Changes in mechanical behavior during fatigue of semicrystalline thermoplastics. *Journal of applied polymer science*, *58*(5), 869-879.

[McMeeking, 1977]
McMeeking, R. M. (1977). Finite deformation analysis of crack-tip opening in elastic-plastic materials and implications for fracture. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *25*(5), 357-381.

[Magill, 2001]
Magill, J. H. (2001). Review Spherulites: A personal perspective. *Journal of Materials Science*, *36*(13), 3143-3164.

[Maire et al., 2012]
Maire, E., Morgeneyer, T., Landron, C., Adrien, J., & Helfen, L. (2012). Bulk evaluation of ductile damage development using high resolution tomography and laminography. *Comptes Rendus Physique*, *13*(3), 328-336.

[Maire et al., 2016]
Maire , E., L'Huissier , P. & Salvo , L. (2016). Tomographie aux rayons X synchrotron appliquée à la science des matériaux. Techniques de l'ingénieur, (M4398 V1):1–16.

[Men et al., 2004]
Men, Y., Rieger, J., & Homeyer, J. (2004). Synchrotron ultrasmall-angle X-ray scattering studies on tensile deformation of poly (1-butene). *Macromolecules*, *37*(25), 9481-9488.

[Morgeneyer et al., 2014]
Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., Cloetens, P., Ludwig, W., Roirand, Q., Laiarinandrasana, L., & Maire, E. (2014). Nanovoid morphology and distribution in deformed HDPE studied by magnified synchrotron radiation holotomography. *Polymer*, *55*(25), 6439-6443.

[Mourglia Seignobos, 2009]
Mourglia Seignobos, E. (2009). *Compréhension des mécanismes physiques de fatigue dans le polyamide vierge et renforcé de fibres de verre* (Institut National des Sciences Appliquées de Lyon).

[Needleman et Tvergaard, 1984]
Needleman, A., & Tvergaard, V. (1984). An analysis of ductile rupture in notched bars. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *32*(6), 461-490.

[Nikolov et Doghri, 2000]
Nikolov, S., & Doghri, I. (2000). A micro/macro constitutive model for the small-deformation behavior of polyethylene. *Polymer*, *41*(5), 1883-1891.

[Pawlak et Galeski, 2008]
Pawlak, A., & Galeski, A. (2008). Cavitation during tensile deformation of polypropylene. *Macromolecules*, *41*(8), 2839-2851.

[Pawlak et Galeski, 2010]
Pawlak, A., & Galeski, A. (2010). Cavitation and morphological changes in polypropylene deformed at elevated temperatures. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *48*(12), 1271-1280.

[Pawlak et al., 2014]
Pawlak, A., Galeski, A., & Rozanski, A. (2014). Cavitation during deformation of semicrystalline polymers. *Progress in polymer science*, *39*(5), 921-958.

[Plummer et al., 1994]
Plummer, C. J. G., Cudré-Mauroux, N., & Kausch, H. H. (1994). Deformation and entanglement in semicrystalline polymers. *Polymer Engineering & Science*, *34*(4), 318-329.

[Plummer, 2001]
Plummer, C. J. G. (2001). *Caractérisation des polymères par microscopie électronique*. Ed. Techniques Ingénieur.

[Poulet et al., 2016]
Poulet, P. A., Hochstetter, G., King, A., Proudhon, H., Joannès, S., & Laiarinandrasana, L. (2016). Observations by in-situ X-ray synchrotron computed tomography of the microstructural evolution of semi-crystalline Polyamide 11 during deformation. *Polymer Testing*, *56*, 245-260.

[Reading, 1993]
Reading, M. (1993). Modulated differential scanning calorimetry-a new way forward in materials characterization. *Trends Polym Sci*, *1*(8), 248-253.

[Regrain, 2009]
Regrain, C. (2009). *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du Polyamide 6: étude expérimentale et modélisation* (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Ricard, 2013]
Ricard, J. (2013). *Approche locale de la rupture dans un thermoplastique semi-cristallin: le PolyOxyMéthylène: Application: modélisation thermomécanique d'un procédé de vissage-taraudage* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[Rice et Rosengren, 1968]
Rice, J., & Rosengren, G. F. (1968). Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *16*(1), 1-12.

[Rice et Tracey, 1969]
Rice, J. R., & Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields∗. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, *17*(3), 201-217.

[Rice et Johnson, 1970]
Rice, J. R., & Johnson, M. A. Role of large crack tip geometry changes, *Inelastic Behavior of Solids* (McGraw-Hill, New York), 641-673.

[Riedel et Rice, 1980]
Riedel, H., & Rice, J. R. (1980). Tensile cracks in creeping solids. In *Fracture Mechanics*. ASTM International.

[Riedel, 1981]
Riedel, H., & Rice, J. R. (1980). Tensile cracks in creeping solids. In *Fracture Mechanics*. ASTM International.

[Rolland et al., 2017]
Rolland, H., Saintier, N., Wilson, P., Merzeau, J., & Robert, G. (2017). In situ X-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics: Effects of fibre orientation and relative humidity. *Composites Part B: Engineering*, *109*, 170-186.

[Rosenberg et al., 2011]
Rosenberg, E., Brusselle-Dupend, N., & Epsztein, T. (2011). A mesoscale quantification method of cavitation in semicrystalline polymers using X-ray microtomography. *Materials Science and Engineering: A*, *528*(21), 6535-6544.

[Saï et al., 2011]
Sai, K., Laiarinandrasana, L., Naceur, I. B., Besson, J., Jeridi, M., & Cailletaud, G. (2011). Multi-mechanism damage-plasticity model for semi-crystalline polymer: Creep damage of notched specimen of PA6. *Materials Science and Engineering: A*, *528*(3), 1087-1093.
[Saunders, 1973]
Saunders, K. J. Organic Polymer Chemistry, 1973.

[Schirrer, 1995]
Schirrer, R. (1995). Les craquelures dans les polymères. *Introduction à la mécanique des polymères, 1ère édition, G'Sell, C. et Haudin, JM, France*, 395-404.

[Schirrer et al., 1996]
Schirrer, R., Fond, C., & Lobbrecht, A. (1996). Volume change and light scattering during mechanical damage in polymethylmethacrylate toughened with core-shell rubber particles. *Journal of materials science*, *31*(24), 6409-6422.

[Schneider, 2010]
Schneider, K. (2010). Investigation of structural changes in semi-crystalline polymers during deformation by synchrotron X-ray scattering. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *48*(14), 1574-1586.

[Scodellaro, 2001]
Scodellaro, L. (2001). *Endommagement par cavitation du polypropylène renforcé au choc par des particules d'élastomère* (Doctoral dissertation, Université Louis Pasteur-Strasbourg I).

[Selles et al., 2016a]
Selles, N., Nguyen, F., Morgeneyer, T. F., Proudhon, H., Ludwig, W., & Laiarinandrasana, L. (2016). Comparison of voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during tensile and creep tests. *Polymer Testing*, *49*, 137-146.

[Selles et al., 2016b]
Selles, N., Saintier, N., & Laiarinandrasana, L. (2016). Voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during creep tests assessed by damage based constitutive relationships and finite elements calculations. *International Journal of Plasticity*, *86*, 112-127.

[Selles et al., 2017a]
Selles, N., Cloetens, P., Proudhon, H., Morgeneyer, T. F., Klinkova, O., Saintier, N., & Laiarinandrasana, L. (2017). Voiding Mechanisms in Deformed Polyamide 6 Observed at the Nanometric Scale. *Macromolecules*.

[Selles et al., 2017b]
Selles, N., King, A., Proudhon, H., Saintier, N., & Laiarinandrasana, L. (2017). Time dependent voiding mechanisms in polyamide 6 submitted to high stress triaxiality: experimental characterisation and finite element modelling. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 1-21.

[Shanahan et Auriac, 1998]
Shanahan, M. E. R., & Auriac, Y. (1998). Water absorption and leaching effects in cellulose diacetate. *Polymer*, *39*(5), 1155-1164.

[Teixeira-Pinto, 2012]
Teixeira-Pinto, J. (2012). *Analyse expérimentale et numérique multi-échelles des champs mécaniques dans un polymère semi-cristallin* (Doctoral dissertation, Ecole Nationale de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers).

[Thiery, 2013]
Thiery , C. (2013). *Tomographie à rayons X. Techniques de l'ingénieur*, (P950 V3):1–36.

[Thomas et al., 2007]
Thomas, C., Ferreiro, V., Coulon, G., & Seguela, R. (2007). In situ AFM investigation of crazing in polybutene spherulites under tensile drawing. *Polymer*, *48*(20), 6041-6048.

[Thomas et al., 2009]
Thomas, C., Seguela, R., Detrez, F., Miri, V., & Vanmansart, C. (2009). Plastic deformation of spherulitic semi-crystalline polymers: An in situ AFM study of polybutene under tensile drawing. *Polymer*, *50*(15), 3714-3723.

[Tvergaard, 1982]
Tvergaard, V. (1982). On localization in ductile materials containing spherical voids. *International Journal of Fracture*, *18*(4), 237-252.
[Tvergaard et Needleman, 1984]
Tvergaard, V., & Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta metallurgica*, *32*(1), 157-169.

[Verdu, 1985]
Verdu, J. (1985). *Traité des plastiques : Action de l'eau*. Ed. Techniques Ingénieur.

[Verdu, 1990]
Verdu, J. (1990). *Traité des plastiques : Vieillissement chimique*. Ed. Techniques Ingénieur.

[Wöhler, 1870]
Wöhler A. Zeitschrift Bauwesen, 1870, 20 (Spalten), p. 73-106

[Xiong et al., 2013]
Xiong, B., Lame, O., Chenal, J. M., Rochas, C., Seguela, R., & Vigier, G. (2013). In-situ SAXS study and modeling of the cavitation/crystal-shear competition in semi-crystalline polymers: Influence of temperature and microstructure in polyethylene. *Polymer*, *54*(20), 5408-5418.

Résumé

De nombreuses structures industrielles soumises à des chargements à long terme statique (fluage) ou cyclique (fatigue) sont constituées de matériaux polymères semi-cristallins. C'est le cas notamment des canalisations et réservoirs sous pression. Il est donc essentiel de traiter les problématiques de durabilité pour être capable d'anticiper et de contrôler leur fin de vie. Par ailleurs, elles présentent généralement des formes complexes et sont soumises à des états de contrainte multiaxiaux.

Le matériau de l'étude est un polymère semi-cristallin : le Polyamide 6. Il est caractérisé par la coexistence d'une phase cristalline et d'une phase amorphe qui s'arrangent selon une microstructure sphérolitique.

Dans un premier temps, les liens entre comportement mécanique à l'échelle globale de l'éprouvette et les micro-mécanismes de déformation sous-jacents conduisant à la rupture sont établis expérimentalement pour des sollicitations en traction monotone et en fluage qui présentent des résultats similaires puis en fatigue. L'influence de la multiaxialité de l'état de contrainte est étudiée à partir d'éprouvettes axisymétriques entaillées de différents rayons de fond d'entaille et d'éprouvettes « Compact Tensile ». Les phénomènes de cavitation sont caractérisés grâce aux techniques de tomographie et laminographie à rayonnement X synchrotron qui permettent d'observer et de quantifier les distributions spatiales de taux de porosité volumique et le caractère anisotrope des cavités. Et l'analyse des faciès de rupture a permis de mettre en évidence que les mécanismes de croissance et de coalescence de cavités étaient à l'origine de l'amorçage ductile de la rupture.

Ensuite, un modèle poro-visco-plastique à deux mécanismes (permettant de différencier le comportement des phases amorphe et cristalline) a été utilisé. Ce modèle permet de reproduire à la fois le comportement global (courbes de chargement) en traction monotone et en fluage mais aussi les distributions spatiales de taux de porosité obtenues expérimentalement. De plus, les calculs par éléments finis permettent d'étudier les distributions spatiales du champ de contrainte et d'établir l'influence de l'état de contrainte sur l'état de cavitation. Les évolutions temporelles en cours de déformation de la pression hydrostatique (ou contrainte moyenne) ont été reliées aux distributions spatiales de taux de porosité volumique. Et l'anisotropie de cavitation (et donc la morphologie et les facteurs de forme des cavités) a été reliée aux évolutions des composantes du tenseur des contraintes de Cauchy. Enfin, la définition d'un critère de rupture en taux de porosité critique a permis de simuler l'amorçage et la propagation de fissures en traction monotone et fluage.

Mots Clés

Polymère semi-cristallin, Fluage, Fatigue, Tomographie et Laminographie, Cavitation, Rupture, Eléments Finis.

Abstract

Many industrial structures subjected to quasi-static (creep) or cyclic (fatigue) long-term loadings are made of semi-crystalline polymers. Such is the case, for instance, of pressure vessels and pipes. It is therefore considered critical to study the issues related to their durability in order to be able to anticipate and control their end of life. Furthermore, they generally have complex designs and are subjected to multiaxial stress states.

The material which has been studied was a semi-crystalline Polyamide 6. Its structure consisted of amorphous and the crystalline phases and a spherolitic microstructure.

As a first step, the links between the mechanical behaviour at the global scale of the specimens and the underlying micro-mechanisms of deformation that lead to failure have been established experimentally for monotonic and creep loadings that show similar results and then for fatigue loadings. The influence of the multiaxiality of the stress state has been studied using circumferentially notched round bars with different notch root radii and Compact Tensile specimens. The cavitation phenomena were characterized using synchrotron radiation tomography and laminography techniques that enabled the observation and quantification of the spatial distributions of the voids and the anisotropy of the cavities. An analysis of the fracture surfaces has shown that the initiation of ductile failure resulted from void growth and coalescence mechanisms

A poro-visco-plastic model with two mechanisms (that allow the behaviours of the amorphous and crystalline phases to be distinguished) has been used. Thanks to this model, the global behaviour (loading curves) under steady strain rates and steady loads but also the spatial distributions of the void volume fraction could be reproduced numerically. In addition finite element calculations have permitted the spatial distributions of the stress field to be studied and the influence of the stress state on the cavitation state to be investigated. The temporal evolutions during the deformation of the hydrostatic pressure have been linked to the spatial distributions of void volume fraction. The void anisotropy (and thus the void morphology and shape factors) has been related to the evolutions of the components of the Cauchy stress tensor. Finally, the definition of a rupture criterion based on a critical value of the void volume fraction has enabled crack propagation under steady strain rate and steady load to be simulated.

Keywords

Semi-crystalline polymer, Creep, Fatigue, Tomography and Laminography, Cavitation, Rupture, Finite Element Analysis.