



**HAL**  
open science

# Modélisation couplée comportement-endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF

Mélanie Lafarge

► **To cite this version:**

Mélanie Lafarge. Modélisation couplée comportement-endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. Français. NNT : . tel-00162997

**HAL Id: tel-00162997**

**<https://pastel.hal.science/tel-00162997>**

Submitted on 16 Jul 2007

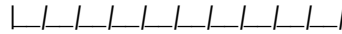
**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

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.



Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque



## **T H E S E**

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

*Présentée et soutenue par*

**Mélanie LAFARGE**

Le 14 décembre 2004

**MODELISATION COUPLEE COMPORTEMENT ENDOMMAGEMENT  
ET CRITERES DE RUPTURE  
DANS LE DOMAINE DE LA TRANSITION DU PVDF**

*Directeurs de thèse : J. BESSON, L. LAIARINANDRASANA, R. PIQUES*

M. Christophe FOND, CNRS	Rapporteur
M. Patrick LEEVERS, Imperial College	Rapporteur
M. Christian G'SELL, Ecole des Mines de Nancy	Examineur
M. Jacques BESSON, Ecole des Mines de Paris	Examineur
M. Lucien LAIARINANDRASANA, Ecole des Mines de Paris	Examineur
M. Roland PIQUES, Ecole des Mines de Paris	Examineur
M. Gilles HOCHSTETTER, ARKEMA	Invité
Mme Sylvie CASTAGNET, ENSMA	Invité

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

---

## *Remerciements*

---

Je tiens tout d'abord à remercier toutes les personnes du Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris pour leur gentillesse et leur aide tout au long de ces trois années de thèse. Je voudrais remercier en particulier Jean-Pierre TROTTIER pour m'avoir accueillie au Centre, d'abord pour un stage DEA et ensuite en Thèse.

Tout ce travail n'aurait jamais vu le jour sans la ténacité et le savoir-faire de Roland PIQUES qui a su dès le départ démontrer à nos partenaires industriels l'intérêt de réaliser cette thèse. Je le remercie pour m'avoir fait confiance dès le début, pour avoir su me donner tous les outils nécessaires à la réussite de ce travail. Je le remercie également pour sa gentillesse, son dévouement et sa compréhension qui ont fait de nos réunions des moments toujours riches et intéressants. Je remercie également Lucien LAIARINANDRASANA pour sa disponibilité et sa gentillesse.

Tout le travail effectué sur le modèle afin de l'adapter aux polymères aurait été hautement plus difficile sans la présence et l'aide de Jacques BESSON qui m'a accordé une partie de son temps précieux. Je le remercie pour s'être intéressé à mon sujet et avoir posé toujours de très bonnes questions permettant de faire avancer les choses. Il a été un élément essentiel dans la réussite de cette thèse.

Je voudrais aussi remercier Christian G'SELL pour avoir accepté de présider mon jury de thèse, ainsi que Christophe FOND et Patrick LEEVERS pour avoir rapporté avec minutie mon manuscrit. Merci également à Sylvie CASTAGNET pour avoir examiné mon travail, et dont la thèse sur le PVDF m'a apporté des renseignements utiles au début de mes travaux.

Je remercie également Gilles HOCHSTETTER, Frédéric DEMANZE et Stéphanie CHICHEPORTICHE en tant que correspondants industriels. A travers eux je remercie l'ensemble des personnels chez Arkéma et Flexi-France avec qui j'ai eu la chance de travailler.

Décider de réaliser un doctorat n'est pas toujours une décision facile à prendre alors je dois remercier Michael pour son soutien sans faille, sa confiance et sa patience. Je dois aussi remercier mes très chers parents qui m'ont toujours soutenue dans toutes mes études et pour toutes mes décisions. Leur joie de venir à ma soutenance et leur fierté furent pour moi le plus merveilleux des cadeaux.

Je veux remercier aussi mes deux collègues de bureau, Amine et Khaled, leur bonne humeur a toujours permis de rendre les journées plus faciles, les nombreux fous rires couplés aux discussions plus sérieuses ont été des éléments essentiels de ces trois années écoulées. Avec eux je remercie tous les autres thésards : Isabelle R, Alexandra A., Alexandra ML., Nader, Xavier, Vincent, Bénédicte, Alba, Sylvain, Franck A., Alexandre, Djillali, Laurent B., Laurent G., ...Merci à tous

Merci aussi à Jérôme, Anne et Michel pour leur aide au cours des essais, merci à Alain Naslot, Joseph Valy, Yves Favry, et tous les membres de l'atelier Christophe, Franck, Jojo, Jean-Pierre. Merci également à l'ensemble du personnel administratif, et tous les membres de l'équipe MM en général.

---

# *Table des matières*

---

<b><u>Introduction générale</u></b> .....	<b>7</b>
<b>A. Présentation de l'étude</b> .....	<b>9</b>
<b>B. Problématique</b> .....	<b>11</b>
<b>C. Choix du matériau</b> .....	<b>11</b>
<b>D. Déroulement de l'étude et Plan du mémoire</b> .....	<b>12</b>
<b><u>Chapitre I : Etude Bibliographique</u></b> .....	<b>13</b>
<b>A. Le Polyvinylidifluoré et ses modes de déformations</b> .....	<b>15</b>
A.I Applications industrielles du PVDF .....	15
A.II Structure du Polyvinylidifluoré .....	16
A.II.1 Différentes phases existentes .....	16
A.II.2 Différentes transitions .....	17
A.II.3 Différentes observations de la structure sphérolitique.....	17
A.II.4 Présence de défauts.....	18
A.III Micro-mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins .....	19
A.III.1 De la chaîne macromoléculaire au sphérolite.....	19
A.III.2 Déformation d'un polymère semi-cristallin .....	20
A.III.2.a Glissement cristallographique .....	21
A.III.2.b Le rôle de la phase amorphe .....	22
A.III.2.c L'anisotropie de déformation .....	23
A.III.3 Mécanisme d'endommagement par cavitation.....	24
A.III.4 Mécanisme de rupture.....	25
A.III.4.a Généralités.....	25
A.III.4.b Rupture par crazing .....	26
<b>B. Mécanique de la rupture : Approche Globale</b> .....	<b>28</b>
B.I Le facteur d'intensité des contraintes $K_I$ .....	28
B.I.1 Exemples d'utilisation de $K_I$ pour les polymères.....	29
B.I.2 Le taux de restitution d'énergie critique $G_{IC}$ .....	30
B.I.2.a Définition .....	30
B.I.2.b Utilisation de G et de K en fonction de la température.....	30
B.II L'intégrale de contour J.....	32
B.II.1 Rappels.....	32
B.II.2 Utilisation de J pour caractériser la résistance à la rupture des polymères .....	33
B.II.2.a Limitation de l'utilisation de $J_{IC}$ pour les polymères semi-cristallins .....	33
B.II.2.b Détermination de $J_{IC}$ à partir de la courbe R : Méthode et limitations .....	34
B.II.3 Une limitation principale : la viscosité .....	36
B.III Approches complémentaires à J .....	37
B.III.1 Approche J-Q.....	37
B.III.2 Approche EWF.....	37
B.IV Conclusion sur l'approche globale.....	38

<b>C. Modélisation thermodynamique de la déformation et de la rupture des polymères .....</b>	<b>39</b>
C.I Généralités .....	39
C.I.1 Modélisation du comportement uniaxial.....	40
C.I.2 Modélisation mutiaxiale du comportement.....	42
C.II Modélisation du crazing par le modèle de zone cohésive (Cohesive Zone Model) ...	43
C.II.1 Présentation du modèle .....	43
C.II.2 Méthode.....	45
C.II.3 Exemples : travaux de Van der Giessen et al.....	47
C.III Modèle avec prise en compte de la cavitation, et utilisation d'une forme modifiée du modèle de Gurson .....	48
C.III.1 Prise en compte de la cavitation dans les modèles micromécaniques.....	48
C.III.2 Exemple de modèles adaptés aux polymères vitreux .....	49
C.III.2.a Modèle de Boyce.....	49
C.III.2.b Adaptation du modèle de Gurson aux polymères vitreux : Modèle de Steenbrink.	51
<b>Conclusion .....</b>	<b>54</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>55</b>
<b><u>Chapitre II. Essais mécaniques sur éprouvettes lisses, entaillées et fissurées</u></b>	<b>61</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>63</b>
<b>A. Matériau .....</b>	<b>63</b>
A.I Conditions d'extrusion des plaques et des tubes .....	63
A.II Géométries des éprouvettes .....	63
A.III Indice de cristallinité pour les différents lots extrudés.....	64
A.IV Mesure du module d'Young vrai à hautes fréquences .....	66
<b>B. Essais de traction sur éprouvettes lisses .....</b>	<b>68</b>
B.I Résultats des essais sur éprouvettes lisses à 20°C.....	68
B.I.1 Détermination de la longueur de la zone utile .....	68
B.I.2 Comparaison entre les éprouvettes usinées, et les éprouvettes fabriquées par jet d'eau .....	68
B.I.3 Dispersion des résultats.....	69
B.I.4 Résultats à 20°C pour différentes vitesses de déformation.....	70
B.II Résultats des essais sur éprouvettes lisses entre -100°C et 20°C .....	71
B.III Analyses des résultats de comportement.....	74
B.III.1 Evolution du module d'Young apparent.....	74
B.III.2 Evolution de la contrainte maximale.....	75
B.IV Mesure de la déformation volumique .....	78
B.IV.1 Présentation des essais.....	78
B.IV.2 Résultats sur éprouvettes lisses .....	80
<b>C. Essais sur éprouvettes entaillées.....</b>	<b>83</b>
C.I Conditions expérimentales.....	83
C.I.1 Mécanique des éprouvettes entaillées [François et al, 1993].....	83
C.I.2 Choix des géométries.....	84
C.I.3 Choix des conditions d'essais.....	85
C.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes AE à 20°C.....	86
C.II.1 Résultats pour le pilotage en vitesse de réduction diamétrale .....	86
C.II.2 Résultats pour le pilotage en déplacement LVDT.....	88
C.II.3 Dispersion des résultats .....	89

<b>C.II.4 Effet de la longueur de l'éprouvette</b> .....	<b>90</b>
<b>C.III Résultats des essais de traction sur AE à -10°C et -50°C</b> .....	<b>90</b>
<b>C.IV Observation macroscopique de l'endommagement lors des essais de traction sur AE</b> .....	<b>92</b>
<b>C.IV.1 Analyse qualitative de l'apparition et de l'évolution de l'endommagement</b> .....	<b>92</b>
<b>C.IV.2 Quantification de l'endommagement</b> .....	<b>93</b>
<b>C.V Conclusion des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées</b> .....	<b>96</b>
<b>D. Essais mécaniques sur éprouvettes fissurées</b> .....	<b>97</b>
<b>D.I Choix de la géométrie d'éprouvettes fissurées en traction</b> .....	<b>97</b>
<b>D.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées</b> .....	<b>100</b>
<b>D.II.1 Présentation des conditions expérimentales</b> .....	<b>100</b>
<b>D.II.2 Résultats des essais de traction sur DENT</b> .....	<b>101</b>
D.II.2.a Essais en pilotage de déplacement LVDT.....	101
D.II.2.b Essais en pilotage d'ouverture .....	104
D.II.2.c Observation macroscopique d'un essai de traction sur DENT .....	105
<b>D.II.3 Effets de la longueur de l'éprouvette sur le type de rupture</b> .....	<b>106</b>
<b>D.III Essais de flexion sur éprouvettes simplement fissurées</b> .....	<b>109</b>
<b>D.III.1 Normes et conditions expérimentales</b> .....	<b>109</b>
<b>D.III.2 Résultats des essais de flexion</b> .....	<b>110</b>
<b>Conclusion</b> .....	<b>113</b>
<b>Références bibliographiques</b> .....	<b>115</b>
<b><u>Chapitre III : Microscopies et mécanismes de déformation</u></b> .....	<b><u>117</u></b>
<b>Introduction</b> .....	<b>119</b>
<b>A. Le matériau</b> .....	<b>119</b>
<b>A.I Observations de la structure sphérolitique</b> .....	<b>119</b>
<b>A.II Mise en évidence de la porosité initiale par cryofractographie</b> .....	<b>121</b>
<b>B. Mécanismes d'endommagement du PVDF</b> .....	<b>124</b>
<b>B.I Le blanchiment</b> .....	<b>124</b>
<b>B.II Endommagement du PVDF observé sur éprouvettes axisymétriques entaillées</b> .....	<b>125</b>
<b>B.III Observations de la fibrillation et de la croissance des cavités</b> .....	<b>129</b>
<b>B.III.1 Mise en évidence de la cavitation autour des centres d'amorçage</b> .....	<b>129</b>
<b>B.III.2 Mise en évidence de la fibrillation</b> .....	<b>133</b>
B.III.2.a Emoussement et crazing en pointe de fissure.....	133
B.III.2.b Observation du crazing en pointe de fissure.....	135
<b>C. Mécanismes de rupture du PVDF</b> .....	<b>137</b>
<b>C.I Rappels des principaux types de rupture obtenus</b> .....	<b>137</b>
<b>C.II Différents modes de rupture suivant la température</b> .....	<b>137</b>
<b>C.III La rupture ductile</b> .....	<b>139</b>
<b>C.III.1 Mise en évidence de la rupture ductile sur les éprouvettes lisses et entaillées</b> .....	<b>139</b>
<b>C.III.2 Mise en évidence de la notion de vitesse critique</b> .....	<b>140</b>
<b>C.III.3 Mise en évidence de la propagation stable sur éprouvette fissurée</b> .....	<b>142</b>
<b>C.IV La rupture ductile/fragile</b> .....	<b>144</b>
<b>C.IV.1 Caractéristiques d'un faciès qualifié de fragile</b> .....	<b>144</b>
<b>C.IV.2 Observations des zones de transition</b> .....	<b>145</b>
<b>C.IV.3 Quantification des zones ductiles et fragiles</b> .....	<b>146</b>

C.V Influence de la triaxialité .....	148
C.V.1 Sur la microstructure de la zone d'amorçage .....	148
C.V.2 Sur le mode de propagation et de rupture.....	149
Conclusion .....	151
Références bibliographiques.....	153
<b><u>Chapitre IV :Modélisation du comportement et de l'endommagement.....</u></b>	<b>155</b>
Introduction .....	157
<b>A. Présentation du modèle GTN.....</b>	<b>157</b>
A.I Généralités.....	157
A.II Description du modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).....	158
<b>A.II.1 Description de la fonction d'écoulement et des fonctions d'endommagement.....</b>	<b>158</b>
A.II.1.a Introduction de la contrainte d'écoulement $\sigma_y$ .....	159
A.II.1.b Introduction des paramètres $q_1$ et $q_2$ dans l'expression du critère de plasticité .	159
A.II.1.c Introduction de la coalescence et de la germination.....	160
<b>A.II.2 Notion de contrainte scalaire effective .....</b>	<b>161</b>
A.III Adaptation du modèle GTN au cas des polymères vitreux renforcés chocs.....	161
<b>B. Modélisation du comportement.....</b>	<b>162</b>
B.I Comportement élastoviscoplastique .....	162
B.II Détermination des paramètres matériaux .....	163
<b>B.II.1 Identification des paramètres élastiques.....</b>	<b>163</b>
B.II.1.a Le module élastique .....	163
B.II.1.b Le coefficient de Poisson .....	164
B.II.1.c La limite élastique/viscoplastique $R_0$ .....	164
<b>B.II.2 Hypothèse sur l'évolution de la porosité.....</b>	<b>165</b>
B.III Détermination des paramètres de comportement .....	165
<b>B.III.1 Etude de la sensibilité des paramètres de comportement.....</b>	<b>166</b>
<b>B.III.2 Optimisation des paramètres de comportement.....</b>	<b>168</b>
<b>B.III.3 Vérification des paramètres de comportement en compression uniaxiale.....</b>	<b>169</b>
<b>C. Modélisation de l'endommagement.....</b>	<b>172</b>
C.I Choix des conditions de calculs.....	172
C.II Rappels des particularités des courbes force-réduction diamétrale obtenues sur AE pour le PVDF déplastifié .....	175
C.III Prise en compte de l'adoucissement lié à l'endommagement : utilisation de $q_1$ et $q_2$ .....	176
<b>C.III.1 Etude de la sensibilité des paramètres <math>q_1</math> et <math>q_2</math>.....</b>	<b>176</b>
<b>C.III.2 Détermination de <math>q_1</math> et <math>q_2</math> .....</b>	<b>179</b>
<b>C.III.3 Evolution de l'endommagement avec la déformation.....</b>	<b>180</b>
C.III.3.a Modification de $q_2$ .....	180
C.III.3.b Conséquence du choix de $q_2$ sur l'évolution de la porosité .....	181
C.IV Prise en compte du rhéodurcissement .....	182
C.V Validation des paramètres de comportement et d'endommagement sur éprouvettes AE.....	184
<b>D. Détermination de la déformation volumique par calculs éléments finis .....</b>	<b>188</b>

D.I	Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume sur éprouvettes lisses.....	188
D.II	Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume pour des éprouvettes entaillées.....	189
D.II.1	Calcul du volume par post-processeur.....	189
D.II.2	Calcul du volume à l'aide du déplacement des nœuds.....	190
D.II.3	Utilisation du déplacement du nœud S.....	193
E.	Utilisation du calcul de cellule.....	193
E.I	Principe du calcul de cellule.....	193
E.II	Application de la méthode au cas du PVDF.....	194
F.	Optimisation des paramètres à -10°C et -50°C.....	197
F.I	Résultats de la validation des paramètres de comportement à -10°C.....	197
F.II	Hypothèses et validation des paramètres du modèle sur éprouvettes entaillées à -10°C.....	198
F.II.1	Evolution de l'endommagement avec la diminution de température.....	198
F.II.2	Validation sur la variation volumique.....	199
F.II.3	Validation sur éprouvettes axisymétriques entaillées.....	200
F.III	Résultats de la validation des paramètres de comportement à -50°C.....	201
F.IV	Prise en compte de l'endommagement à -50°C : Validation sur éprouvettes AE.....	203
	Conclusion.....	205
	Références bibliographiques.....	207
	<b>Chapitre V : Modélisation de la rupture.....</b>	<b>209</b>
	Introduction.....	211
A.	Quelques pistes tirées de la littérature.....	211
B.	Analyse de la rupture ductile pour les éprouvettes lisses et entaillées à 20°C.....	212
B.I	Critère en déformation plastique principale critique $p_c$ .....	214
B.II	Compétition entre deux critères de rupture ductile suivant la triaxialité.....	215
B.II.1	Résultats des calculs EF sur la rupture des éprouvettes AE.....	216
B.II.2	Effet du mode de pilotage sur les paramètres à rupture.....	218
B.III	Conclusions sur les paramètres de rupture.....	219
C.	Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes DENT.....	219
C.I	Résultats des calculs en 2D sur éprouvettes DENT.....	219
C.II	Résultats des calculs en 3D sur éprouvettes DENT.....	221
C.III	Importance de la taille de maille sur la rupture des éprouvettes DENT en 3D.....	224
D.	Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes SENB.....	225
D.I	Maillage des éprouvettes SENB en 2D.....	225
D.II	Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D.....	227
D.III	Influence de la taille de maille sur l'amorçage et la vitesse de propagation.....	228
D.IV	Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D3D et 3D.....	230
E.	Critères d'instabilité de la fissure suivant le chargement.....	234



---

<i>E.I</i>	<i>L'instabilité de propagation expliquée par l'approche globale</i>	234
<i>E.I.1</i>	<i>Influence de la complaisance de la machine</i>	234
<i>E.I.2</i>	<i>Influence de la géométrie</i>	235
<i>E.II</i>	<i>Paramètres critiques de propagation déterminés par éléments finis</i>	237
<i>E.II.1</i>	<i>Résultats de la propagation sur les éprouvettes SENB</i>	237
<i>E.II.2</i>	<i>Résultats de la propagation sur éprouvettes DENT</i>	239
<i>E.II.2.a</i>	<i>Vitesses de propagation de fissure mesurées sur les éprouvettes DENT a/B = 0.1</i>	239
<i>E.II.2.b</i>	<i>Vitesses de propagation de fissure mesurées sur éprouvette DENT a/B = 0.5</i>	240
<i>E.III</i>	<i>Critères d'instabilité ductile-fragile</i>	242
<i>E.III.1</i>	<i>Evaluation du taux de triaxialité des contraintes suivant la géométrie</i>	242
<i>E.III.2</i>	<i>Evaluation de la contrainte principale sur éprouvettes fissurées</i>	244
<i>E.III.3</i>	<i>Vérification sur les éprouvettes AE0.15</i>	244
<b>F.</b>	<b>Résultats du modèle sur éprouvettes fissurées à plus basse température</b>	<b>245</b>
<i>F.I</i>	<i>Modélisation des éprouvettes DENT à 0°C et -20°C</i>	246
<i>F.II</i>	<i>Modélisation des éprouvettes de flexion trois points à -10°C et -30°C</i>	247
<i>F.III</i>	<i>Extension des paramètres de rupture à plus basses températures</i>	248
<i>F.III.1</i>	<i>Localisation et analyse de la rupture numérique sur éprouvettes axisymétriques entaillées en fonction de la température</i>	248
<i>F.III.2</i>	<i>Vérification des hypothèses de rupture sur éprouvettes fissurées</i>	249
	<i>Conclusion</i>	249
	<b><u>Conclusion Générale</u></b>	<b>253</b>
	<b><u>Annexes</u></b>	<b>261</b>

---

## *Introduction générale*

---

### *Sommaire*

<i>A. Présentation de l'étude .....</i>	<i>9</i>
<i>B. Problématique.....</i>	<i>11</i>
<i>C. Choix du matériau.....</i>	<i>11</i>
<i>D. Déroulement de l'étude et Plan du mémoire.....</i>	<i>12</i>



## A. Présentation de l'étude

Le transport du pétrole nécessite l'utilisation de nombreuses canalisations, appelées pipelines ou risers. Ces structures sont nécessaires pour faire le lien entre le puits d'extraction et la plate forme, ou entre le puits et le bateau-plateforme (cf. Figure 1). Les conditions d'extraction étant fonction de la profondeur et de l'environnement marin, le cahier des charges concernant la fabrication des gaines de polymère faisant l'étanchéité des conduites doit tenir compte de nombreux paramètres.

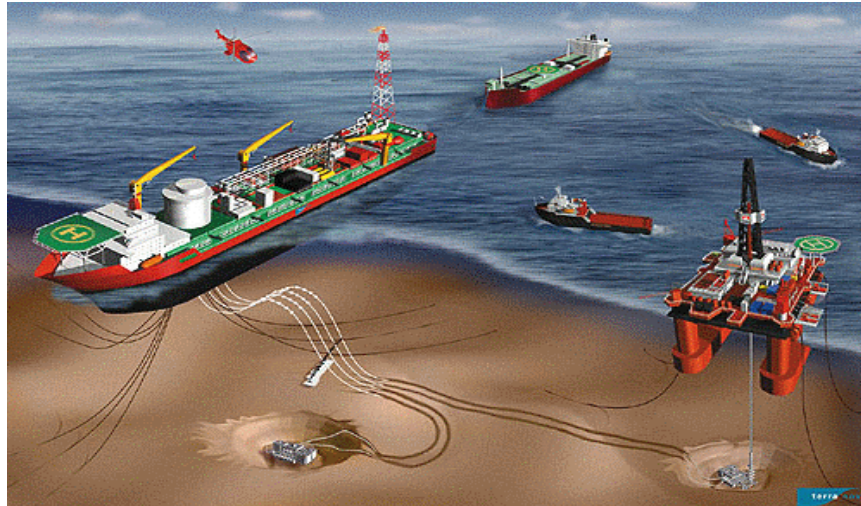


Figure 1. Schéma de l'extraction du pétrole en mer

Deux grands types de structures sont possibles suivant les applications, la structure statique (cf. Figure 2) et la structure dynamique.

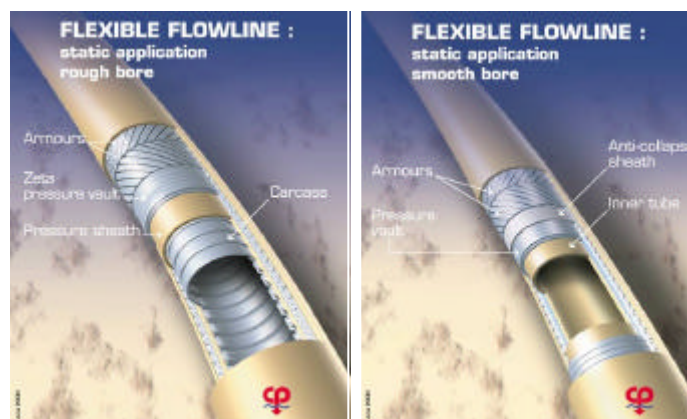


Figure 2. Deux types de structures, statique avec carcasse à gauche et statique sans carcasse à droite

En ce qui concerne cette étude, on s'intéresse à la structure de gauche de la figure 2, et plus particulièrement à la gaine de pression. Cette gaine est en polymère et permet de garantir une bonne étanchéité de la structure. Le pétrole circule à l'intérieur de la carcasse métallique interne avec laquelle il est en contact direct. Sur cette carcasse est extrudé le polymère (PVDF, PE, PA 11 suivant l'application), qui constitue la gaine de pression.

L'extrusion se fait dans des conditions bien particulières, en température et en vitesse d'étréage afin de contrôler la température de refroidissement de la gaine de polymère sur la carcasse métallique. Le processus d'extrusion de la gaine de pression peut se résumer comme suit (cf. Figure 3) :

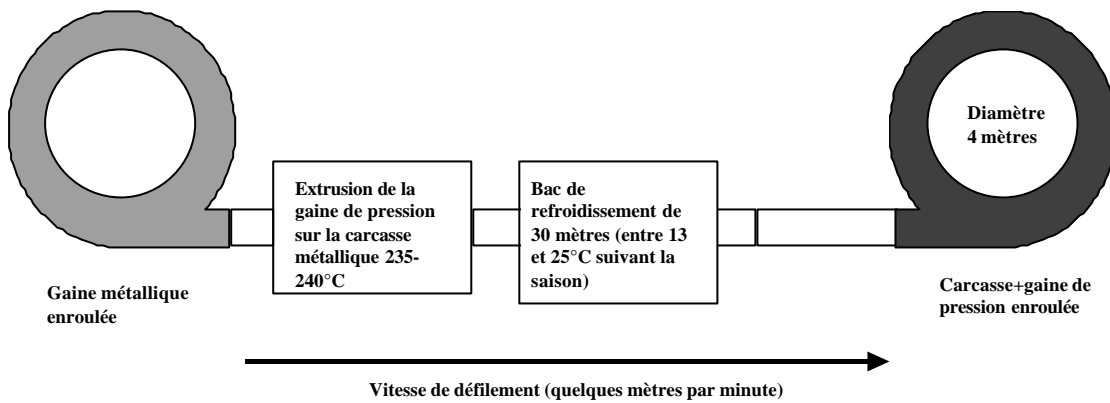


Figure 3. Processus de fabrication de la gaine de pression

La carcasse métallique passe devant une extrudeuse avec tête d'équerre dans laquelle le polymère fondu vient autour de la carcasse et en épouse les formes. La carcasse métallique peut être au préalable chauffée afin d'éviter des chocs thermiques trop importants, pouvant engendrer des cristallisations incomplètes du polymère. L'ensemble passe ensuite dans un bac de refroidissement. Les températures et les vitesses sont optimisées afin de garantir que la cristallisation se fasse de manière homogène sur toute l'épaisseur de la gaine (de 3 mm à 15 mm environ). Une fois correctement refroidie, la structure est ré-enroulée sur un touret, pour subir de nouveau l'ajout d'autres couches de matériaux (cf. chapitre I, Figure I.1). Chaque couche supplémentaire a une fonction soit mécanique soit de protection vis à vis du milieu extérieur.

Le processus d'enroulement de la gaine nous intéresse particulièrement dans cette étude. Le diamètre d'environ 4 mètres est optimisé pour éviter des déformations trop grandes. Le cœur du problème de la thèse vise à déterminer jusqu'à quel niveau critique de déformation il est possible d'aller sans pour autant provoquer l'apparition d'un défaut, ou d'une concentration locale de contrainte nuisible à terme à la structure. Il est alors nécessaire de regarder comment se positionne le matériau polymère sur la carcasse métallique.

La carcasse se compose de fils plats mis en forme et agrafés. Une vue en coupe de cette géométrie est présentée (cf. Figure 4). L'ajout du polymère sur cette carcasse conduit à la formation de « tétons » de fluage. Ils se forment au moment de la pose du polymère fondu sur la carcasse. La géométrie de ces fluages peut être aussi optimisée suivant les conditions d'extrusion.

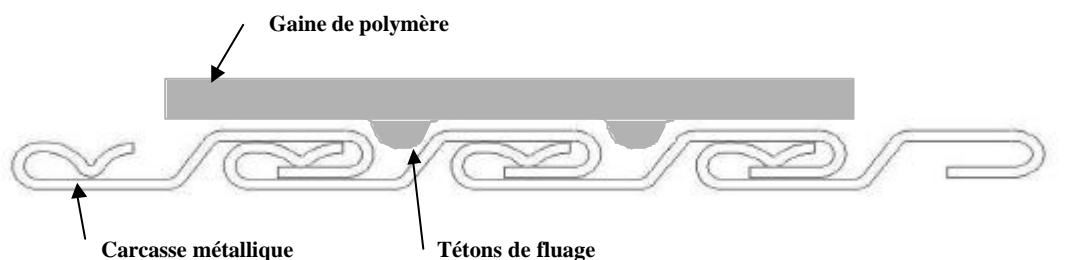


Figure 4. Géométrie de la carcasse métallique

Ces fluages sont un passage obligé de l'opération d'extrusion et créent des zones de concentration de contrainte notamment au moment de l'enroulement de la structure sur le touret. La déformation se localise au niveau du pied de ces fluages.

## B. *Problématique*

Arkéma, en tant que fabricant de polymères techniques tels que le PVDF et Technip-FlexiFrance, en tant qu'utilisateur de ces polymères pour la fabrication de gaines, sont directement concernés par ce type de problème. La présence de défauts nocifs dans les structures off-shore doit être évitée. Cela nécessite une bonne connaissance du matériau et des processus de fabrication et d'utilisation du pipeline.

Une bonne connaissance du matériau et de son comportement passe par l'étude en laboratoire de son aptitude à se déformer sous diverses sollicitations. Ces sollicitations sont choisies comme étant représentatives de ce que subit le matériau lors de la fabrication de la gaine et lors de sa pose dans son milieu d'utilisation. L'identification faite par Technip-FlexiFrance montre que la gaine subit de la flexion dans sa globalité et que les fluages sont soumis à des efforts de traction. L'étude mécanique se basera donc sur ces deux types d'essais sur éprouvettes de laboratoire. Il faut de même identifier les domaines de températures et de vitesses représentatifs des conditions réelles. Dans le domaine des vitesses, aussi bien au moment de l'extrusion que de la pose sur touret, ou en service, on estime que les vitesses de déformation moyennes sont assez faibles (autour de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Les températures varient également entre l'extrusion, la pose sur touret et le transport du flexible jusqu'aux lieux d'utilisation. La température de l'eau de mer peut également varier et est estimée aux environs de  $4^\circ\text{C}$ . Il est décidé de fixer la température d'essai entre  $20^\circ\text{C}$  et  $-10^\circ\text{C}$ , afin de représenter toutes les températures rencontrées.

En plus de ces conditions de fabrication, la connaissance du matériau et de son comportement indique qu'une fissure amorcée dans le PVDF peut se propager de manière ductile ou fragile suivant les conditions de chargement. Il est ainsi proposé d'étudier le matériau dans une gamme de température plus étendue allant de  $-100^\circ\text{C}$  à  $20^\circ\text{C}$ . L'étude aux basses températures permettra d'identifier les mécanismes de déformation et d'endommagement pour le comportement fragile. A  $20^\circ\text{C}$ , le PVDF est ductile et les températures intermédiaires permettront de fixer le domaine de transition ductile/fragile en fonction du type d'essai.

## C. *Choix du matériau*

D'autres considérations se sont ajoutées à la problématique du départ. Le PVDF utilisé comme gaine de pression sert à garantir l'étanchéité à la structure. Il est en contact avec le fluide transporté, qui dans le cas de cette étude est le pétrole ou le gaz. Le PVDF est inerte en présence de nombreux composés chimiques, et en présence de pétrole ou de gaz il peut simplement subir une déplastification.

La couche polymère extrudée sur la carcasse métallique ne contient pas que le polymère seul. Des adjuvants peuvent être ajoutés comme des plastifiants pour permettre une plus grande ductilité. En présence de pétrole, le plastifiant est assez rapidement extrait. Ce résultat a été vérifié par des tests de vieillissement en laboratoire sur du PVDF plastifié au départ. Afin de mieux rendre compte du comportement en utilisation, on choisit de travailler directement sur un matériau non plastifié.

En cours d'étude, des analyses MEB ont indiqué que le matériau déplastifié était caractérisé par un taux de porosités anormal, dû à une extrusion difficile. La présence d'un taux élevé de cavités n'est pas représentative du PVDF utilisé par Flexi-France. Cependant, ce taux élevé ne semble pas trop altérer la résistance mécanique du matériau. Ainsi, l'étude s'est basée sur un matériau non plastifié, avec une résine de base proche du matériau en service.

## D. Déroulement de l'étude et Plan du mémoire

Avant de présenter tous les résultats expérimentaux, nous allons rappeler dans le premier chapitre bibliographique les caractéristiques microstructurales du PVDF. On regarde ensuite les différentes approches existantes qui permettent de caractériser de manière fiable le comportement et l'endommagement d'un matériau. On montre ainsi que pour les matériaux polymères, on est limité par l'importance de la ductilité du matériau. On présente d'abord les critères de rupture obtenus par l'approche globale pour indiquer ses limitations dans le cas de la rupture des polymères. On présente ensuite l'approche locale et on indique certains modèles susceptibles de s'appliquer au PVDF.

Le second chapitre concerne les essais mécaniques réalisés sur le PVDF. On a procédé de manière classique en commençant par des essais de comportement. Ces essais ont été réalisés aux températures évoquées précédemment (entre 20°C et -100°C), ainsi qu'à plusieurs vitesses pour tenir compte des effets de viscosité. Des essais de comportement sur des éprouvettes entaillées ont complété les résultats, afin de faire varier cette fois-ci le taux de triaxialité des contraintes. Les fluages n'ayant pas une forme constante, il était intéressant de faire varier le rayon de l'entaille pour observer les conséquences mécaniques de différents défauts sur la localisation de la déformation du PVDF.

Ensuite, pour valider l'analyse sur des défauts plus sévères, des essais de traction sur éprouvettes fissurées ont également été réalisés, ainsi que des essais de flexion trois points. Ces deux types d'essais permettront de montrer l'influence du type de chargement en présence d'un défaut sur le mode de rupture. Les résultats sont présentés également au chapitre II.

De nombreuses observations microscopiques ont été réalisées afin de suivre l'évolution des faciès de rupture en fonction des conditions d'essais (*cf. Chapitre III*). L'évolution microstructurale du matériau va permettre d'expliquer de nombreux résultats macroscopiques, en particulier grâce au suivi de la croissance de cavités. Ce suivi a été facilité par le fait que le PVDF s'endommage en blanchissant très nettement. Ce blanchiment, caractéristique de la croissance de cavités et de l'étirement de la matière, permet une détermination macroscopique des phénomènes d'endommagement qui se déroulent à une échelle microscopique.

Tous ces résultats expérimentaux vont ensuite permettre d'établir une loi de comportement couplée à de l'endommagement fiable, validée sur tous les types de chargement (*cf. Chapitre IV, V*). On se base sur le modèle de Gurson, modifié pour le cas présent pour rendre compte de l'évolution des porosités en cours de chargement, pour différents taux de triaxialité. Les résultats numériques vont permettre de fournir des critères d'amorçage ductile, ainsi qu'un critère de transition ductile-fragile. Le modèle qui pourra s'appliquer ensuite à une structure réelle permettra de connaître les risques d'amorçage de fissure dans la gaine de pression, les contraintes et les déformations locales qui peuvent être présentes lors de sollicitations en service.

---

## Chapitre I : Etude Bibliographique

---

### Sommaire

<b>A. Le Polyvinylidifluoré et ses modes de déformations .....</b>	<b>15</b>
A.I Applications industrielles du PVDF.....	15
A.II Structure du Polyvinylidifluoré.....	16
A.III Micro-mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins.....	19
<b>B. Mécanique de la rupture : Approche Globale .....</b>	<b>28</b>
B.I Le facteur d'intensité des contraintes $K_I$ .....	28
B.II L'intégrale de contour $J$ .....	32
B.III Approches complémentaires à $J$ .....	37
B.IV Conclusion sur l'approche globale .....	38
<b>C. Modélisation thermodynamique de la déformation et de la rupture des polymères.....</b>	<b>39</b>
C.I Généralités.....	39
C.II Modélisation du crazing par le modèle de zone cohésive (Crack Zone Model).....	43
C.III Modèle avec prise en compte de la cavitation, et utilisation d'une forme modifiée du modèle de Gurson.....	48
<b>Conclusion .....</b>	<b>54</b>





## A. Le Polyvinylidifluoré et ses modes de déformations

### A.I Applications industrielles du PVDF

Avant de s'intéresser au PVDF pour ses propriétés mécaniques, il est nécessaire de rappeler que le matériau est connu depuis les années soixante pour ses propriétés piézoélectriques et pyroélectriques. Une de ses phases cristallines, la phase  $\beta$ , permet une polarisation macroscopique. Cette propriété accompagnée d'une relative élasticité a permis son utilisation dans la fabrication notamment de diélectriques [Gregorio et Cestari, 1994]. Dans le domaine de l'offshore, ses propriétés électriques ne sont pas celles recherchées. La phase cristalline du PVDF pour cette application n'a d'ailleurs pas de moment diélectrique.

Les pipelines flexibles ainsi que les risers (structure rigides) sont utilisés depuis plus de vingt ans pour le transport de pétrole et de gaz. En général, ces structures sont constituées de différents matériaux. Chaque couche a son rôle propre (étanchéité, résistance à la flexion, résistance à la traction) et permet de garantir une propriété indispensable à la bonne tenue du flexible. Pour compléter par rapport à la présentation du pipeline faite en introduction, la figure I.1 indique les différentes couches présentes dans la gaine. La gaine de pression en PVDF entoure la carcasse métallique. Pour permettre des mouvements de flexion et une bonne étanchéité de l'ensemble, d'autres matériaux peuvent être ajoutés suivant l'application.

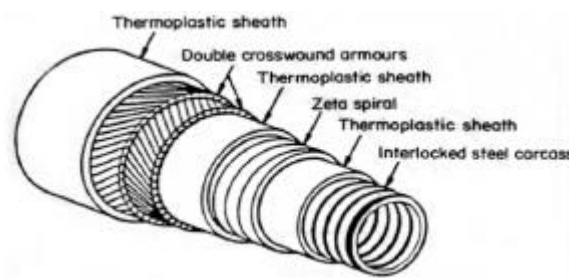


Figure I.1 Structure interne d'un riser

La couche interne qui nous intéresse est un matériau polymère. Elle permet d'abord de garantir une bonne étanchéité par rapport au reste de la structure. Elle doit ainsi être totalement imperméable et résister chimiquement au pétrole et à ses constituants. Les autres constituants peuvent être des produits oléfiniques de plus faibles poids moléculaires ou encore de l' $H_2S$ . En plus de ses propriétés, la couche interne en polymère doit avoir une relative bonne flexibilité et durabilité.

Le choix du polymère pour constituer la couche interne est relativement réduit dû aux propriétés chimiques et mécaniques nécessaires. Des études ont déjà été menées sur différents polymères afin de trouver ceux les plus adéquats pour ce type d'applications [Dawans et al, 1988]. Des vieillissements accélérés ont notamment été réalisés, suivis par des essais mécaniques sur quatre polymères : le polyéthylène haute densité (HDPE), le polyamide 11, le polyamide 12, ainsi que le PVDF. Parmi les résultats obtenus, il s'avère que le polyamide 11 est compatible avec le transport de gaz et de pétrole pour des températures inférieures à  $100^{\circ}C$ . Le PVDF peut être utilisé pour des applications à plus haute température, entre  $100^{\circ}C$  et  $130^{\circ}C$  [Glennon et al, 1997].

Le PVDF que l'on peut qualifier de polymère à haute performance mécanique est en plus un polymère qui peut être extrudé et qui a un haut poids moléculaire. Il fait partie des fluoropolymères les plus résistants, offrant notamment une grande résistance chimique en plus d'une bonne tenue en fluage [Stirling et al, 1993]. Il a également de bonnes propriétés liées à sa famille des fluoropolymères

comme une bonne résistance en température, une stabilité thermique, une bonne résistance au vieillissement et à l'environnement.

## A.II Structure du Polyvinylidifluoré

### A.II.1 Différentes phases existentes

Quatre phases cristallines du PVDF sont bien connues a,  $\beta$ ,  $\gamma$ , d [Hasegawa et al, 1972]. La phase cristalline la plus décrite dans le cas du PVDF est la phase a (ou forme II, cf. Figure I.2.a), qui n'a aucune propriété électrique. Cette phase est la plus commune et est normalement obtenue par cristallisation du polymère fondu à refroidissement modéré ou rapide. Des solutions de cristallisation xylène/acétone, de monochlorobenzène, de diméthylformamide (DMF) produisent aussi cette phase. Cette absence de moment dipolaire est liée à un arrangement antiparallèle des chaînes dans la cellule unité (cf. Figure I.2.c) [Gregorio et Cestari, 1994]. Les chaînes de la phase a ont une conformation Tg+Tg- (cf. Figure I.2.b) et forment une structure monoclinique (pseudo-orthorombique  $a = b = c = 90^\circ$ ).

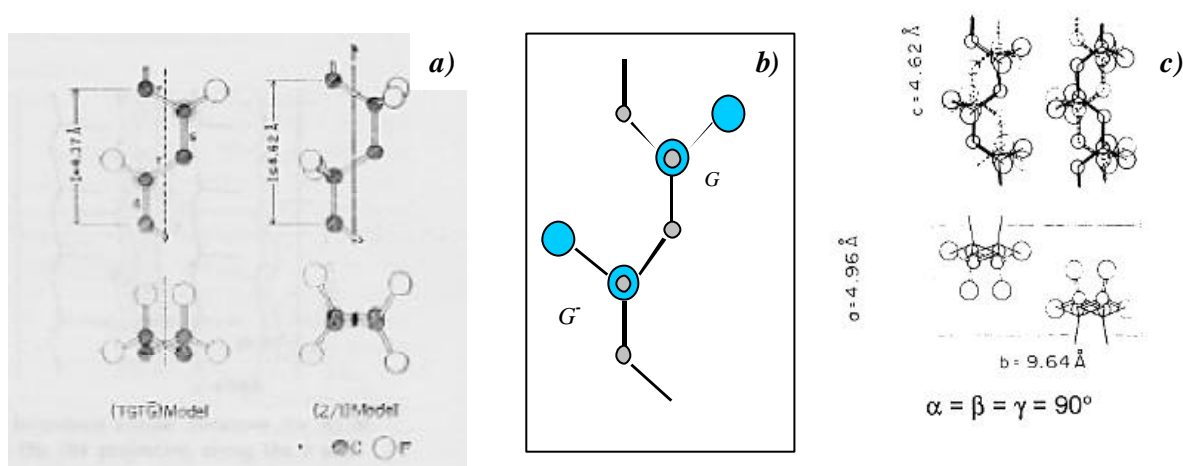


Figure I.2 a. Deux modèles moléculaires pour la forme II [Hasegawa et al, 1972], b. Conformation Tg<sup>+</sup>Tg<sup>-</sup>, c. Maille cristalline du PVDF [Hasegawa et al, 1972]

On peut atteindre un taux de cristallinité élevé grâce à une régularité de la chaîne, ainsi qu'à une taille comparable des atomes de fluor et d'hydrogène. Le rayon de van der Waals de la liaison fluor est de 270 pm contre 239 pm pour l'hydrogène.

La deuxième phase nommée phase  $\beta$  (ou forme D) est plus utilisée d'un point de vue technologique car contrairement à la phase a, elle a un arrangement parallèle des chaînes, c'est à dire que la conformation est toujours trans, dans une cellule de structure cristallographique de type orthorombique. Cela permet l'obtention d'un moment dipolaire résultant qui permet un fort effet diélectrique de cette phase. Cette phase est obtenue par un étirage mécanique de films de phase a. Récemment, la phase  $\beta$  a été obtenue par cristallisation du polymère fondu à un grand taux de refroidissement et aussi par chauffage lent dans une solution de DMF. Les transformations de phase a en phase  $\beta$  ont été beaucoup étudiées [Hsu et Geil, 1989] et la conclusion est que la transformation est fortement dépendante de la température d'étirage. Pour une température proche de  $80^\circ\text{C}$ , on obtient principalement de la phase  $\beta$ , ce qui n'est plus le cas quand la température avoisine les  $130^\circ\text{C}$ .

La phase  $\gamma$  (ou forme III) est aussi polaire et est obtenue dans des solutions de cristallisation telles que le diméthylformamide, ou dans le diméthylsulphoxyde. Cette phase se forme au dessus d'une certaine température qui dépend du type de résine, c'est à dire du grade, et de l'histoire thermique vue par le

matériau [Lovinger, 1980]. Ainsi, la cristallisation de cette phase semble commencer à des températures supérieures à 150°C et est maximale à 170°C [Osaki et Kotaka, 1981].

La phase d est la forme polaire de la phase a et peut être obtenue en polarisation sous un champ électrique fort des films de phase a.

### A.II.2 Différentes transitions

Les polymères semi-cristallins sont constitués de deux phases, amorphes et cristallines. La phase cristalline a une température de fusion, qui peut être facilement identifiée comme n'importe quel matériau solide. La phase amorphe en revanche n'a pas de transition du 1<sup>ère</sup> ordre, elle est caractérisée par un autre type de transition, la transition vitreuse. La phase amorphe n'étant pas isolée de la phase cristalline, plusieurs transitions appelées aussi relaxations peuvent être observées suivant la température.

Des processus de relaxation distincts ont déjà été obtenus lors de différentes études sur le PVDF. En diminuant la température ou en augmentant la fréquence, on trouve successivement les processus  $\alpha_c$ ,  $\alpha_a$  et  $\beta$  [Nakagawa et Ishida, 1973]. Il a été démontré que la relaxation  $\alpha_c$  était liée à des mouvements moléculaires dans la phase cristalline. Elle serait liée à deux types de mouvements : le premier serait des chaînes loops à la surface du cristal et le second serait des rotations de chaînes et des « twistings » sur une petite longueur à l'intérieur du cristal. Cette relaxation, par son intensité, serait fonction à la fois de la cristallinité, mais aussi de l'épaisseur des lamelles, de la conformation de la chaîne moléculaire et de la quantité de défauts dans la région cristalline.

La relaxation  $\alpha_a$  est attribuée à des mouvements micro-browniens de la chaîne principale amorphe. En respectant les mécanismes moléculaires observés dans le polyéthylène, la relaxation  $\alpha_a$  serait attribuée à des processus de glissements entre les liaisons [Abe et Kakizaki, 1985]. Généralement, cette relaxation  $\alpha_a$  est utilisée par l'équation WLF pour la dépendance de la température vis à vis du temps de relaxation. La dépendance de la température sur le comportement à relaxation de l'amorphe vitreux formant un amorphe caoutchoutique est expliquée en terme de variation de taille de « cooperating rearranging region » (CRR) [Adam et Gibbs, 1965]. La relaxation  $\alpha_a$  sera donc représentative de la couche dite de liaison entre la phase amorphe libre et la phase cristalline.

La relaxation  $\beta$  est liée aux mouvements locaux de la chaîne principale amorphe dans son état vitreux. Elle est causée par des mouvements microbrowniens des chaînes amorphes en considérant un temps de relaxation indépendant de la température.

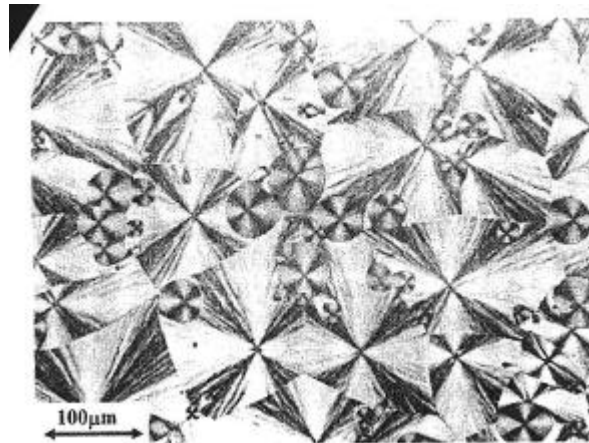
Il ne s'agit pas dans cette étude d'analyser le comportement du PVDF en fonction des mouvements de chaînes à une si petite échelle. Cependant, les mécanismes de déformation macroscopiques qui seront étudiés par la suite ne doivent pas occulter les mécanismes ayant lieu à l'échelle microscopique. On verra que pour expliquer la formation des cavités lors de la déformation du PVDF, il faudra revenir à l'échelle microscopique et notamment aux mouvements des chaînes amorphes caoutchoutiques entre deux lamelles cristallines.

### A.II.3 Différentes observations de la structure sphérolitique

La cristallisation du PVDF à partir du polymère à l'état fondu mène à deux types de sphérolites : les premiers sont larges et hautement biréfringents, ils représentent la phase a et sont présents à toutes les températures. Les seconds cristallisent selon un système correspondant à la phase ? et contiennent des

inclusions de phase a. Ce second type de sphérolites n'est obtenu qu'à haute température et est surtout caractérisé par des morphologies irrégulières et désorganisées [Lovinger, 1980].

Quand le PVDF est cristallisé à une température supérieure à 155°C, il présente une morphologie composée de sphérolites annelés ou non et de sphérolites mixtes en composition (cf. *Figure I.3*) [Gregorio et Capitaio, 2000]. La spectroscopie infrarouge a montré des sphérolites annelés quand ils ne se forment que de la phase a, c'est à dire pour une cristallisation ayant lieu en dessous de 155°C. Une plus haute température induit une cristallisation de la phase  $\beta$ , en plus de la phase a, la proportion de phase a diminuant avec l'augmentation du temps laissé à la cristallisation. Les sphérolites non annelés se forment en présence de la phase  $\beta$ , avec des inclusions de phase a.



*Figure I.3 Morphologie d'un échantillon de PVDF obtenue après cristallisation pendant 24 heures à 160°C [Lovinger, 1980]*

Il est intéressant de regarder d'un peu plus près la structure sphérolitique du PVDF. Or ce matériau est difficilement observable par les techniques classiques, comme la microscopie optique, la microscopie par transmission, ou la microscopie à balayage habituellement utilisées pour étudier les surfaces. Ces techniques sont limitées par leur propre résolution mais aussi par les propriétés inhérentes au matériau. En effet en général, ces techniques sont utilisées après une attaque chimique. Ces attaques permettent, par la dissolution préférentielle d'un composant du matériau ou par des oxydations permanganiques, d'éliminer la phase amorphe pour ne laisser apparente que la phase cristalline. Ici rare sont les attaques qui fonctionnent, le PVDF restant inerte face à beaucoup de composés chimiques.

Une attaque semble bien fonctionner pourtant [Glennon et al, 1998], permettant de révéler la structure cristallographique quand le matériau est au départ plastifié. L'attaque consiste à utiliser de l'acide nitrique fumant, qui détruit sélectivement les segments de chaînes amorphes du polymère. Une étude par XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) a permis à la suite de l'attaque de renseigner sur l'influence du plastifiant. L'analyse XPS montre une réelle diminution de la contribution du plastifiant au spectre. L'acide nitrique dissout le plastifiant, qui se loge préférentiellement dans la phase amorphe. Ainsi, la phase amorphe est elle aussi dissoute préférentiellement durant l'attaque.

#### **A.II.4 Présence de défauts**

Pour l'application dans les processus chimiques, l'emploi du polymère est conditionné à son taux de cristallinité, pour permettre de meilleures propriétés mécaniques et une bonne résistance au fluage surtout à haute température. Il est bien connu que le degré de cristallinité est lié à la présence de défauts dans le squelette du polymère. Trois types de défauts ont été identifiés par les lettres *a*, *b* et *c* dans la littérature [Maccone et al, 2000].

Les défauts de type *a* sont introduits au moment de la polymérisation radicalaire, quand le monomère  $\text{CH}_2=\text{CF}_2$  s'insère à la chaîne croissante de façon inversée par rapport aux autres éléments. Cela crée

évidemment des défauts de type tête-tête (Head-Head) ou queue-queue (Tail-Tail). Mais dans le cas du PVDF, la macromolécule a tendance à continuer tout de même la croissance et de ce fait ce défaut ne consiste qu'en une séquence HHTT. Ce défaut touche entre 3.5 et 6% molaire.

Les défauts de type *b* sont nommés short-chain-branching (SCB) et proviennent des défauts de type *a*. Ils ne peuvent donc être évités quand on a en fin de chaîne des enchaînements HHTT. Ils mènent à la formation de groupements CH tertiaires et donc de groupements CH<sub>3</sub> réticulés sur la chaîne.

Les défauts de type *c* sont eux appelés long-chain-branching (LCB) : ils proviennent de la grande réactivité des groupements CF<sub>2</sub><sup>o</sup>, qui peuvent facilement remplacer un hydrogène labile présent sur la chaîne, et ainsi former un groupement de terminaison de chaîne CF<sub>2</sub>H, ou un radical en milieu de chaîne qui va alors générer un véritable LCB.

Ces réactions radicalaires libres menant au SCB ou LCB sont en compétition avec les propagations de chaînes. Cela dit les défauts *b* et *c* peuvent être limités par le procédé de fabrication pour finalement n'avoir que des défauts de type *a*.

Ces rappels bibliographiques concernant le PVDF permettent de souligner le fait que le matériau à l'échelle du nanomètre n'est pas homogène. Au contraire, il est constitué d'une phase cristalline, d'une phase amorphe, d'adjuvants tels que des plastifiants et aussi de défauts qui pourront être des cavités.

Ces remarques permettent de rappeler que l'étude du comportement macroscopique d'un matériau doit se faire avec l'étude de sa microstructure. Ainsi, on verra dans le chapitre III que l'étude microscopique complète menée en parallèle des essais de mécaniques a permis d'expliquer en partie le comportement macroscopique du matériau. Afin d'avoir une connaissance plus précise des mécanismes de déformation, on propose dans le paragraphe qui suit de rappeler les micro-mécanismes de déformation qui caractérisent les polymères semi-cristallins.

### **A.III Micro-mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins**

#### **A.III.1 De la chaîne macromoléculaire au sphérolite**

Dans un polymère semi-cristallin non orienté, il existe trois niveaux de microstructure. Le premier niveau se situe entre 0.1 et 1.0 nm, il représente les interactions entre les segments de chaînes voisins et contrôle ainsi le comportement de la phase amorphe. A l'intérieur d'un cristallite, des défauts provoquent des augmentations locales de distances inter-chaînes. Cela favorise le glissement des chaînes les unes par rapport aux autres, abaissant la contrainte de cisaillement par exemple.

Le second niveau de microstructure caractérise l'épaisseur d'une « couche » de lamelle cristalline et de phase amorphe (cf. *Figure I.4.a*), aux alentours de 100 Angström. Dans la couche de phase amorphe, on retrouve des brins de chaînes, mais aussi des parties de chaînes appartenant à deux cristaux voisins. Ces chaînes dites liées déterminent la continuité mécanique du matériau, contrôlant ainsi le niveau de résistance. Vu l'orientation du cristal, cela crée de l'anisotropie. Les déformations, se déroulant perpendiculairement à l'orientation de la lamelle cristalline, se feront plus difficilement que celles se faisant parallèlement.

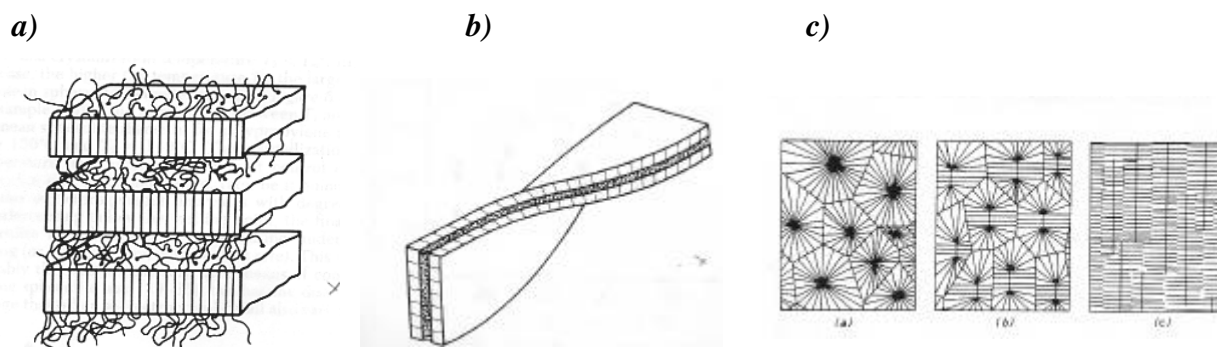


Figure I.4 a. Microstructure d'un polymère semi-cristallin, b. Twist d'un ruban, c. Différentes microstructures sphérolitiques plus ou moins orientées [Schultz, 1984]

Cet empilement phase cristalline-phase amorphe est quelquefois qualifié de «ruban» et peut être légèrement twisté le long de l'axe (cf. Figure I.4.b). A un plus large niveau de microstructure, ces rubans forment des cristallites. La cristallisation dans le matériau fondu se déroule sur un site de germination et la croissance du cristal va généralement se faire de façon radiale, de façon à former un sphérolite. Ces sphérolites peuvent croître au maximum jusqu'à se rencontrer et former une zone polygonale (cf. Figure I.4.c). On estime que le diamètre d'un sphérolite peut varier entre 0.1 et 1000  $\mu\text{m}$  suivant le type de polymère et le processus thermique.

Dans le cas du PVDF, une étude de la structure sphérolitique a montré que l'épaisseur d'une couche cristalline et d'une couche amorphe pouvait être estimée à environ 12 nm (cf. Figure I.5), et qu'un recuit d'une heure à 150°C permettait d'accroître cette épaisseur d'environ 1 nm [Castagnet, 1998].

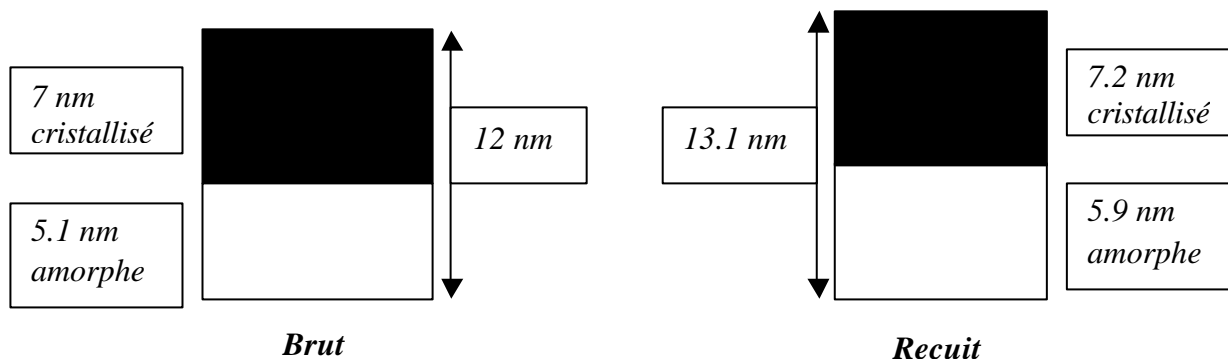


Figure I.5 Evolution des lamelles cristalline et amorphe au cours d'un recuit (1h à 150°C) [Castagnet, 1998].

Ainsi un cristallite peut être vu dans certains cas comme un matériau composite, où des lamelles cristallines sont comme des inclusions dans une matrice amorphe. Bien sûr cette visualisation est vraie quand le matériau polymère est peu cristallisé. Ce n'est pas le cas du PVDF, où les analyses DSC indiquent un taux de cristallisation proche de 50%.

### A.III.2 Déformation d'un polymère semi-cristallin

Un polymère semi-cristallin doit être vu au point de vue microscopique et mécanique comme un matériau complexe puisque chacun des trois niveaux de microstructure joue un rôle sur la déformation (cf. Figure I.6). A l'échelle des sphérolites, des crazes peuvent se former au niveau intersphérolitique. Simultanément, les sphérolites peuvent se déformer, induisant la destruction des «rubans». Au niveau

des lamelles cristallines et de la phase amorphe, on peut assister à un étirement de l'ensemble ou à du cisaillement, qui se traduira évidemment à plus petite échelle par un glissement des chaînes de phase amorphe.

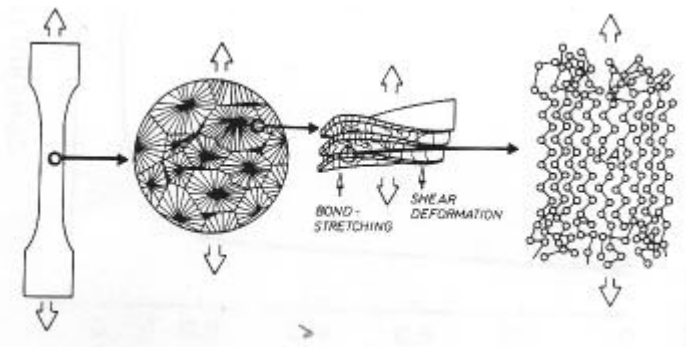


Figure 1.6 Déformation de chaque niveau de microstructure au cours d'un essai de traction [Schultz, 1984]

De par la présence de deux phases aux comportements différents (phase amorphe dite molle et phase cristalline dite rigide), la déformation des polymères semi-cristallins n'est pas encore complètement identifiée. Elle dépend de la température, mais également de la proportion de chaque phase.

#### A.III.2.a Glissement cristallographique

Comme n'importe quel autre cristal, un cristal polymère peut se déformer selon des déformations cristallographiques telles que le glissement. La morphologie particulière des cristaux lamellaires à chaînes repliées entraîne l'existence d'un phénomène original: la destruction de ces cristaux aux fortes déformations et leur transformation en une morphologie microfibrillaire. Les polymères semi-cristallins sont très souvent déformés au-dessus de leur température de transition vitreuse  $T_g$ , c'est à dire dans une gamme de température où la phase amorphe a un comportement caoutchoutique. Cela permet d'envisager deux autres modes de déformations : le glissement interlamellaire (glissement de deux lamelles cristallines l'une par rapport à l'autre sous l'effet de la contrainte) et la séparation interlamellaire (cf. Figure 1.7 : variation de distance entre deux lamelles quand la contrainte est appliquée perpendiculairement aux lamelles).

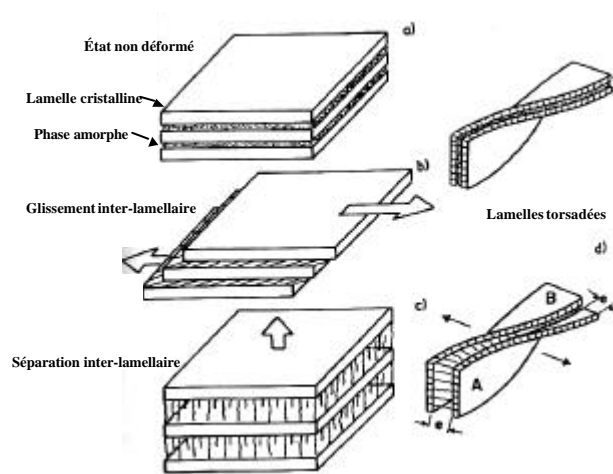


Figure 1.7 Glissement et séparation interlamellaire [Haudin et G'Sell, 1995]



La contribution de la séparation lamellaire à la déformation de la phase amorphe serait moins importante que celle du glissement interlamellaire au début de la déformation mais augmenterait progressivement pour de plus grandes déformations [Haudin et G'Sell, 1995]. Ainsi, un sphérolite soumis à un effort de traction suivant une direction uniaxiale pourra subir, suivant le degré de sollicitation, de la déformation impliquant la phase amorphe, puis du glissement et enfin la destruction des lamelles cristallines.

Beaucoup d'études ont corrélié le diamètre des sphérolites à la résistance du polymère. Il a été montré par exemple qu'une microstructure sphérolitique très fine permettait d'augmenter la ductilité, la résistance à l'écoulement et au choc. D'autres auteurs ont montré que la taille n'était pas la cause de ces comportements, mais plutôt la composition de la séparation intersphérolitique. Ils ont démontré que pour les sphérolites de grande taille, la jonction entre deux sphérolites était plus fine, due à une différence de densité importante entre le milieu fondu original et le matériau cristallisé, laissant ainsi tous les défauts sur cette «jonction» [Yu et Ullman, 1962]. De la même façon, le temps à rupture diminue pour une même contrainte avec le diamètre. Les impuretés et les porosités rassemblées au niveau des liaisons intersphérolitiques sont ainsi responsables de ce moins bon comportement.

### A.III.2.b Le rôle de la phase amorphe

Si maintenant on regarde à l'échelle inférieure, c'est à dire à l'échelle du cristallite, on remarque qu'à ce niveau une certaine ductilité intervient contrairement aux sphérolites seuls. Ce niveau de microstructure se caractérise par la présence de phase amorphe caoutchoutique ou vitreuse suivant la température et d'une phase cristalline parfois capable de déformation plastique. Si la déformation plastique de la phase cristalline intervient avant l'amorçage de la craquelure, alors le matériau pourra se rompre de manière ductile, ou semi-fragile, c'est à dire par écoulement visqueux, par bandes de cisaillement.

Des travaux plus récents de Hellinckx [Hellinckx, 1995] précisent un peu le comportement en indiquant que la phase amorphe se répartit entre une phase amorphe libre localisée entre les lamelles et une phase amorphe confinée. Cette dernière a peu de mobilité car elle se situe entre la phase amorphe libre et la zone cristallisée. Les deux phases amorphes n'ont pas le même comportement, comme le montre des analyses DSC réalisées notamment sur le PVDF [Castagnet, 1998]. La phase amorphe libre, a priori en quantité plus importante, a une température de transition vitreuse plus basse ( $T_g = -42^\circ\text{C}$  pour le PVDF) liée à sa plus grande mobilité. La phase amorphe confinée aurait une  $T_g$  dite haute située vers les  $50^\circ\text{C}$ . Cette classification en deux phases amorphes a permis à certains auteurs de stipuler de nouvelles explications quant aux modes de déformation.

Les chaînes liens se caractérisent comme des chaînes permettant de faire la liaison entre deux lamelles cristallines. Leur premier rôle est d'être des sites de faible énergie pouvant servir au clivage et de permettre de jouer un rôle de transmission du chargement entre cristallites.

A basse température, le chargement ne peut pas être absorbé par la phase amorphe dans laquelle les chaînes liens sont enchevêtrées. La rupture va alors s'amorcer dans la zone de plus faible densité c'est à dire proche de l'interface lamelle cristalline-phase amorphe. Le rôle des chaînes liens sur la rupture est relié au poids moléculaire. Lorsque la longueur de chaînes diminue, la probabilité d'avoir des chaînes traversantes, c'est à dire faisant la jonction entre deux cristallites, diminue elle aussi, diminuant en même temps la résistance à la rupture.

Le premier niveau de connexion se situe entre cristallites et le second entre sphérolites. Au dessus de la température de transition vitreuse, la connexion entre cristallites intervient sur l'écoulement du matériau. Les enchevêtrements de chaînes liens avec les autres chaînes de la phase amorphe permettent de réagir face à la force appliquée. Moins ces chaînes seront nombreuses, moins il y aura de transmission de contrainte aux sphérolites. Par contre, en dessous de  $T_g$  quand la phase amorphe est

vitreuse, le manque de point de connexion aura un effet contraire. Les cristallites ne pourront pas compter sur l'aide de leur voisins pour réagir face à la force appliquée. Des connexions entre sphérolites sont aussi importantes. Elles seront d'ailleurs meilleures quand elles seront issues d'un refroidissement rapide permettant un affinement des lamelles.

### A.III.2.c L'anisotropie de déformation

Il est important aussi de signaler que les déformations intrasphérolitiques ne sont pas seulement un étirement des chaînes liens. Le « ruban » étant considéré comme un ligament qui se courbe le long de l'axe, suivant l'orientation des chaînes liens, on n'aura pas le même type de sollicitation (cf. Figure I.8). Alors qu'on aura un simple étirement des chaînes liens, on aura un cisaillement des cristallites orientés parallèlement à la direction de sollicitation.

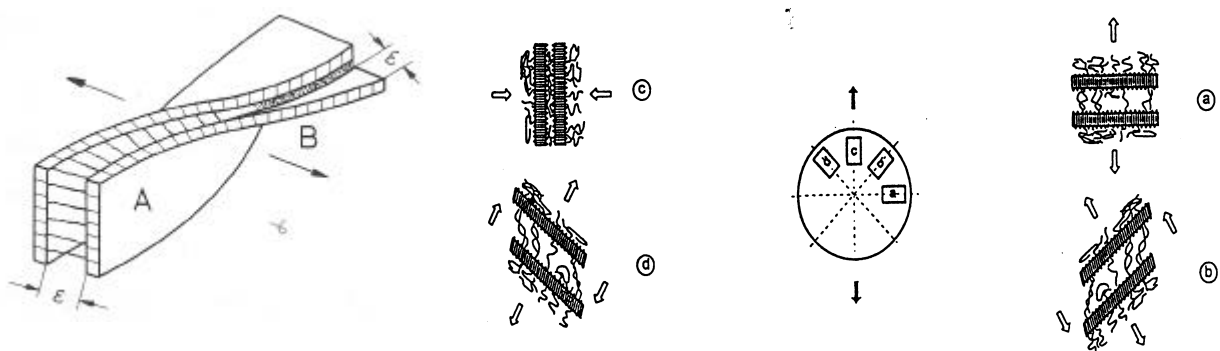


Figure I.8 a. Déformation d'un cristallite twisté [Schultz, 1984], b. Déformation des lamelles cristalline et amorphe suivant la direction de sollicitation [Haudin, 1982]

Des études récentes ont mis en évidence le cisaillement des sphérolites de Polyamide 6 en cours de déformation [Ferreiro et al, 2000]. Des essais de traction sont réalisés à trois températures de part et d'autre de la transition vitreuse (32°C). La figure I.9a représente la microstructure avant toute sollicitation mécanique. Pour des températures élevées (180°C), la déformation est homogène dans l'éprouvette et ils observent une fibrillation de la structure sphérolitique (cf. Figure I.9b). Pour des températures plus basses (140°C), la forme du sphérolite devient ellipsoïde avec la déformation. Les images prises en AFM (Microscopie à Force Atomique) révèlent alors la présence de bandes de cisaillement dans tout le sphérolite (cf. Figure I.9c).

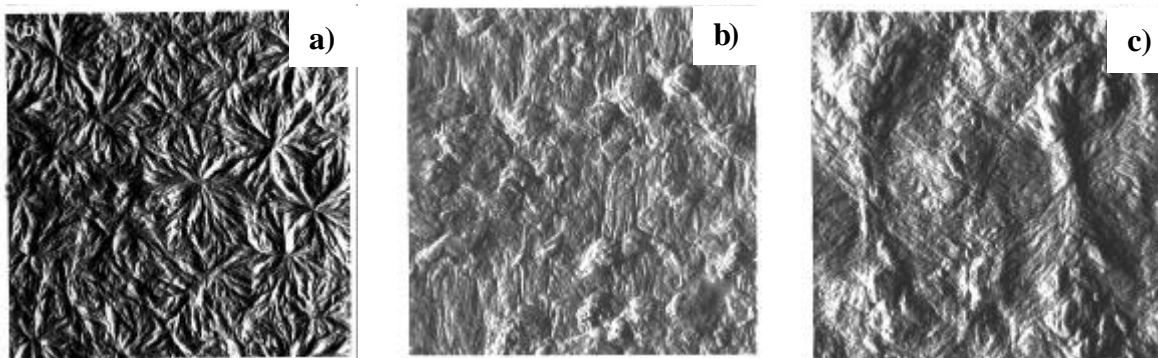


Figure I.9 a. Structure sphérolitique initiale du PA 6 (image de 10  $\mu\text{m}$ \*10  $\mu\text{m}$ ), b. Structure fibrillaire obtenue après 20% de déformation à 180°C (image 2.5  $\mu\text{m}$  \* 2.5  $\mu\text{m}$ ), c. Bandes de cisaillement après 20% de déformation à 140°C (image 5  $\mu\text{m}$  \* 5  $\mu\text{m}$ ) [Ferreiro et al, 2000]

En dessous de  $T_g$ , pour une même valeur de déformation, les bandes de cisaillement se situent presque uniquement dans les zones équatoriales des sphérolites.

La différence de scénarii entre les deux dernières températures s'expliquent par la nature de la phase amorphe. En effet, au dessus de  $T_g$ , la phase amorphe est caoutchoutique, le cisaillement interlamellaire est possible, tout comme les rotations de lamelles. En revanche en dessous de  $T_g$ , la phase amorphe est vitreuse, le cisaillement interlamellaire sera plus difficile, ainsi seules les lamelles orientées dans la direction de glissement intralamellaire pourront subir du cisaillement.

Si maintenant on s'intéresse à la déformation du polymère au niveau macroscopique, une éprouvette de polymère se déformera en traction par le développement et la propagation de la striction. Le modèle de Peterlin proposé en 1971 [Peterlin, 1971] permet de relier l'aspect macroscopique à l'aspect microscopique. Dans la région où la striction ne s'est pas encore propagée, le glissement et la séparation des lamelles sont possibles. Puis, au moment de la striction, la morphologie lamellaire devient fibrillaire par fragmentation des cristaux. Après la striction, la déformation se poursuit par un alignement des blocs cristallins et un étirement important des molécules liens (*cf. Figure I.10*).

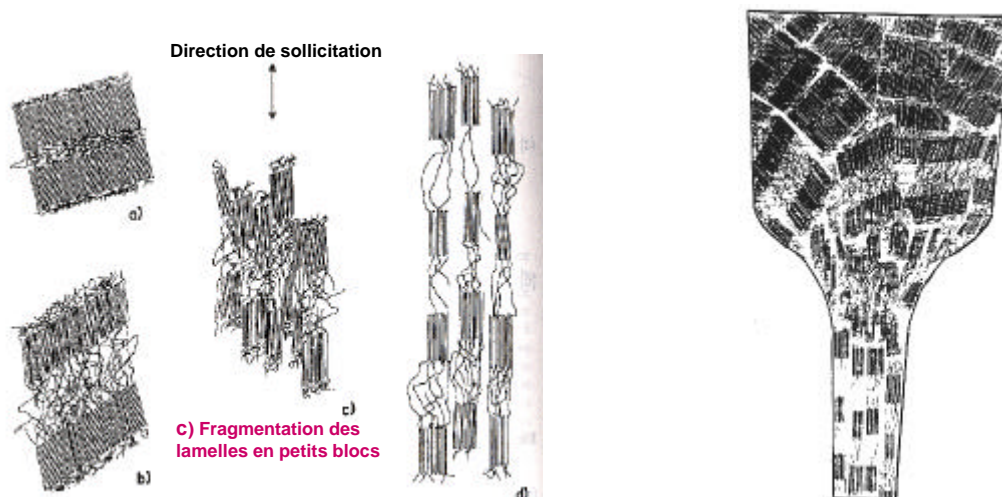


Figure I.10 Evolution des macromolécules au cours d'un essai de traction [Peterlin, 1971]

### A.III.3 Mécanisme d'endommagement par cavitation

Deux types de cavitation peuvent intervenir dans les polymères et notamment dans le PVDF. Le premier type correspond à des cavités formées au moment de la cristallisation. En effet, comme la germination de sphérolites et leur croissance radiale se font généralement simultanément en de multiples endroits, le volume cristallisé ne peut en aucun cas être totalement dense. Des cavités se forment ainsi aux derniers endroits non transformés, c'est à dire aux nœuds entre sphérolites.

Le second type de cavités peut se former en cours de sollicitation. En effet, même si la littérature indique que le cisaillement plastique à volume constant reste le processus majeur de déformation, de nombreuses publications aujourd'hui montrent que l'endommagement par cavitation joue un rôle fondamental.

Fond et G'Sell indiquent que le comportement d'un polymère semi-cristallin devrait être caractérisé à l'échelle du sphérolite et également à l'échelle de la lamelle [Fond et G'Sell, 2002]. A 20°C, seule la phase amorphe libre, du PVDF par exemple, a un comportement caoutchoutique. La phase amorphe liée a quant à elle plutôt un comportement d'amorphe vitreux. Compte tenu du confinement physique des phases amorphes, une traction normale aux lamelles cristallines ne va pas engendrer un écoulement des chaînes, mais au contraire l'apparition d'une contrainte hydrostatique qui va conduire

à un processus de cavitation. Le cisaillement plastique des lamelles cristallines va accompagner la cavitation, entraînant un endommagement progressif du matériau. (cf. Figure I.11).

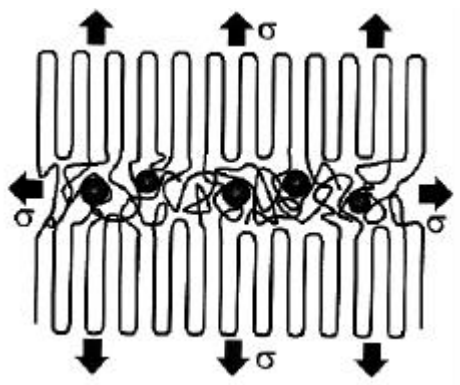


Figure I.11 Formation de cavités dans la phase intercrystalline [Fond et G'Sell, 2002]

Il est intéressant de citer les deux hypothèses de déformations locales évoquées par Fond et G'Sell, qui permettraient d'expliquer le seuil d'écoulement des polymères semi-cristallins. Leur première hypothèse se base sur un mécanisme de plans de glissement des cristallites, identiques aux métaux. Les bandes de cisaillement formées engendreraient la fragmentation de l'ordre cristallin. L'incompatibilité de déformation entre les phases cristallines et amorphes serait à l'origine du changement de volume par la diminution de la densité de phase amorphe et la création de porosités. La seconde hypothèse se base sur des « mécanismes de flexion coopérative de paquets de lamelles ». Les molécules liens concentreraient les forces exercées sur les lamelles. La non-linéarité du comportement serait ainsi expliquée par la géométrie microstructurale.

En ce qui concerne le PVDF, le blanchiment des éprouvettes en cours de traction est dû à une cavitation importante [Castagnet, 1998]. A titre d'exemple sur la figure suivante est symbolisé l'endommagement dans un sphérolite, endommagement ici localisé dans la phase amorphe dite libre (cf. Figure I.12).

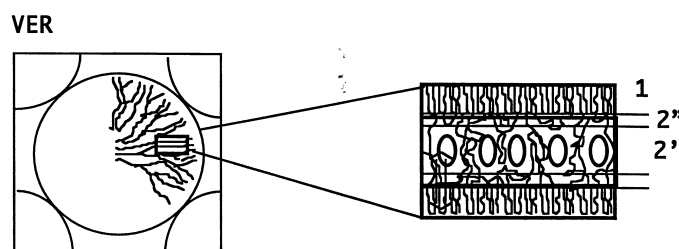


Figure I.12 Cavitation localisée dans la phase amorphe d'une lamelle cristalline [Castagnet, 1998], 1 : Phase cristalline, 2' : Phase amorphe libre, 2'' : Phase amorphe confinée

Ces travaux ne sont évidemment pas les premiers à montrer une déformation non isochore, mais permettent une quantification précise de l'augmentation volumique, ainsi qu'une localisation des porosités formées.

### A.III.4 Mécanisme de rupture

#### A.III.4.a Généralités

La rupture des semi-cristallins peut intervenir soit de façon ductile, soit de façon fragile, ou une combinaison des deux. Le type de rupture dépendra de la physico-chimie c'est à dire de la composition, du poids de la chaîne macromoléculaire, du degré d'imperfection et aussi de la mécanique, comme les conditions de chargement ou l'histoire thermomécanique.

Ainsi pour résumer le concept de rupture dans les polymères semi-cristallins, on peut tracer la courbe suivante (cf. Figure I.13) qui représente en fonction de la température et de la vitesse, le rôle de différents paramètres influant sur le comportement du polymère. Cette approche de la rupture au niveau microscopique permettra avec les observations de faciès de rupture d'expliquer qualitativement les phénomènes qui se déroulent dans le PVDF.

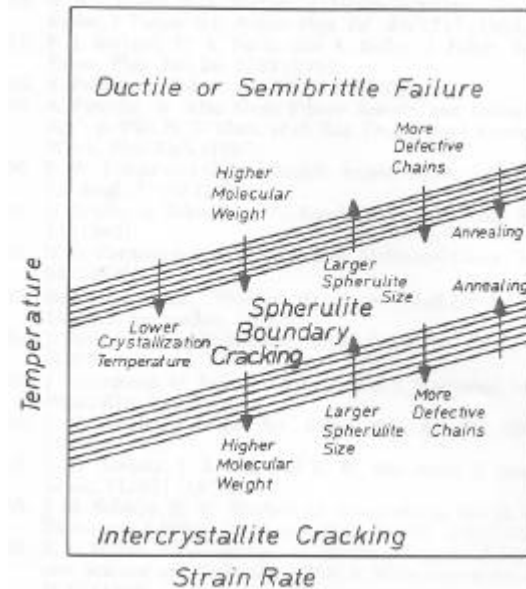


Figure I.13 Modes de rupture suivant la température et le taux de déformation [Schultz, 1984]

#### A.III.4.b Rupture par crazing

Les mécanismes de rupture des polymères ont déjà été beaucoup décrits [Friedrich, 1983]. Il va s'agir ici de rappeler simplement quelques résultats, concernant notamment les mécanismes de crazing.

L'endommagement et la rupture des polymères peuvent se faire par deux mécanismes principaux : le cisaillement et les craquelures. Le cisaillement et les craquelures sont dits élémentaires et on distingue très clairement la craquelure qui se déroule perpendiculairement à la contrainte principale, et qui entraîne la formation de vides et de matière microfibrillée. Le cisaillement sera contrôlé par la plus grande contrainte de cisaillement et n'entraînera pas de cavitation. L'observation d'un de ces mécanismes dépendra des conditions d'essais comme le type de chargement, la température et la géométrie des éprouvettes.

On s'intéresse ici plus particulièrement à la rupture par propagation de craquelure, phénomène rencontré dans le PVDF. Avant la rupture proprement dite, lorsqu'une fissure se propage, elle crée deux nouvelles surfaces libres. Un flux d'énergie stockée auparavant sous forme élastique dans le matériau sous traction, converge en sommet de fissure pour se transformer en énergie de surface de rupture. Ce processus de conversion d'énergie dépendra du matériau, mais également de la température et du type d'essai mécanique. Dans les polymères, ce phénomène de création de deux nouvelles surfaces conduit à l'apparition de craquelures microscopiques, appelées également crazes (cf. Figure I.14).

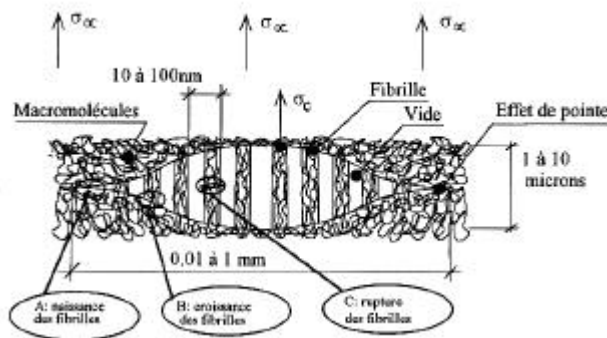
Une craquelure est constituée de fibrilles entre lesquelles existent un grand nombre de vides de très petites dimensions. La genèse des craquelures reste encore soumise à de nombreuses questions. Cependant, on peut affirmer qu'il s'agit d'un mécanisme de cavitation se produisant dans le polymère.

La croissance des craquelures peut se faire par un allongement des fibrilles suivant un mécanisme de fluage-relaxation conduisant à leur rupture par amincissement, ou par extraction de matière à la

matrice polymère. Dans ce dernier cas il s'agit également d'un mécanisme de fluage situé cette fois-ci à l'épaulement entre la fibrille et le polymère.

Une structure polymère envahie par des craquelures n'est pas ruinée puisque elle peut conserver de bonnes propriétés mécaniques, anisotropes bien sûr à cause des fibrilles. La ruine se produit à la rupture des fibrilles. Deux modes de rupture sont possibles dépendant des conditions d'essais. Pour une température inférieure à la température de transition vitreuse, on aura une rupture dite aléatoire, c'est à dire que la rupture pourra s'amorcer en n'importe quel endroit de la fibrille. Par contre, pour une température supérieure à  $T_g$ , on aura une rupture des fibrilles par leur milieu, laissant une couche uniforme de demi-fibrilles rompues sur chaque surface.

a)



b)

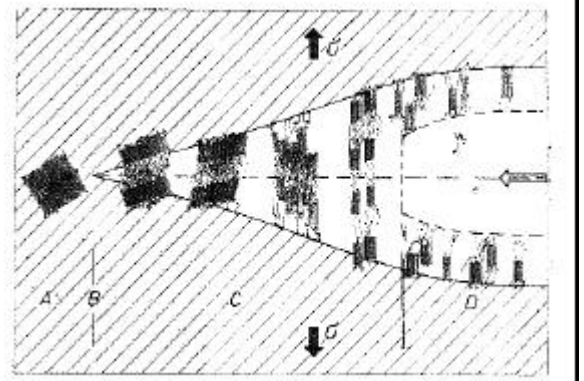


Figure I.14 Schématisation d'une craquelure sans fissure (a) [Haudin et G'Sell, 1995] et avec fissure (b) A : Zone déformée élastiquement, B : Zone de germination de cavités et de fibrilles, C : Croissance du craze par extension des fibrilles, D : Transformation du craze en fissure [Kausch, 1976].

En résumé une rupture par crazing se produit par la rupture des cristaux et des lamelles perpendiculairement à la contrainte principale, à de la cavitation et des micro-strictions de chaînes, à du blanchiment en pointe de fissure lié à la cavitation et enfin à une surface de rupture caractérisée par des cavités.

### Conclusion

Cette première partie de la bibliographie a permis de mettre en évidence la complexité micro-structurale du PVDF, polymère semi-cristallin. On a vu que suivant la température et les conditions de sollicitations, divers mécanismes de déformation et de rupture pouvaient exister. La suite de ce premier chapitre est consacrée à présenter dans un premier temps la mécanique de la rupture par l'utilisation de l'approche globale et dans un second temps les différents modèles thermodynamiques pouvant s'appliquer à un polymère semi-cristallin.

## B. Mécanique de la rupture : Approche Globale

### *Introduction*

Le problème industriel de la thèse était d'arriver à prévoir le risque d'amorçage de fissure dans un pipeline en service. L'enjeu financier étant considérable, il ne s'agissait pas de se tromper sur les prédictions. Il fallait alors choisir une méthode robuste pour permettre d'approcher au mieux le problème du risque d'amorçage. Pour l'étude des mécanismes de déformations d'un polymère, le comportement élastique initial du matériau, le comportement en cours de déformation et le comportement à rupture doivent être connus pour qualifier complètement la résistance d'un matériau.

En mécanique de la rupture actuellement, on dispose de deux grandes méthodes pour analyser la durabilité d'une structure pour un matériau donné : soit l'approche globale qui comme son nom l'indique utilise des grandeurs globales mesurables comme l'énergie nécessaire à l'amorçage, ou l'approche locale qui s'est beaucoup développée grâce à la performance des codes de calcul avec lesquels on peut accéder à des variables locales.

Dans le cadre industriel, il s'agit d'identifier une méthode d'essai assez rapide pour permettre de donner un ordre de grandeur de la nocivité des défauts. Pour l'étude du PVDF, plusieurs questions se posaient concernant sa réponse sous différentes sollicitations. Il s'agissait par exemple de comprendre les influences de la géométrie de l'éprouvette sur les types de propagation de fissure observés et d'établir des critères de rupture sous chargement monotone.

L'approche globale paraît à première vue plus simple et plus rapide que l'approche locale qui nécessite l'établissement d'une loi de comportement. Elle permet de calculer des grandeurs d'énergie à l'amorçage ou ténacité ( $K_{IC}$ ,  $J_{IC}$ ), suivant différents types de géométries. La détermination expérimentale de ces grandeurs permet ensuite de tracer l'évolution des paramètres d'amorçage en fonction des températures et ainsi de donner une bonne estimation des zones de transition ductile/fragile. L'avantage de cette méthode est d'être assez simple d'utilisation et d'avoir été étudiée longuement sur de nombreux matériaux et notamment les métaux.

Pour cette approche, la société Arkéma s'est proposée de réaliser un certain nombre d'essais d'amorçage et de propagation sur éprouvettes fissurées. Une étude bibliographique concernant cette approche a été réalisée au préalable afin de voir les domaines de validité et notamment les études concluantes effectuées sur les polymères. Le résumé qui va être fait ici de cette étude va permettre de comprendre ce que peut apporter l'approche globale comme information dans le cas de rupture ductile des polymères.

Dans cette partie du chapitre seront présentés des exemples d'applications de cette méthode aux polymères. On verra ses limites en particulier pour des matériaux caractérisés par de la viscosité et de la plasticité généralisée. On verra que la connaissance de la ténacité n'est pas toujours suffisante pour expliquer l'amorçage d'une fissure. On expliquera également pourquoi l'approche globale n'a pas été choisie pour expliquer les mécanismes d'amorçage et de propagation du PVDF.

### **B.1** *Le facteur d'intensité des contraintes $K_I$*

Une pièce métallique ou polymère sollicitée peut subir un certain endommagement. Cet endommagement peut mener dans certains cas à l'apparition de fissures macroscopiques. Ces fissures sont souvent de tailles suffisamment importantes pour satisfaire les hypothèses de continuité de la mécanique des milieux continus. On peut alors se placer dans le cadre de la mécanique de la rupture pour caractériser la nocivité de ce défaut [François et al, 1993].

Les buts de la mécanique linéaire de la rupture sont :

- La caractérisation des champs de contraintes et de déformations singuliers en pointe de fissure
- L'établissement des relations entre les champs en pointe de fissure, la géométrie de l'éprouvette et le champ global (grandeur mesurable)
- Les conditions énergétiques nécessaires au (ré)-amorçage de la fissure
- La description de la propagation de la fissure (stable ou instable)
- La détermination d'une taille critique des défauts au-delà de laquelle la rupture (surtout instable) sera déclenchée

Dans un premier temps, on va s'attacher à présenter les cas où le facteur  $K_I$  (I comme mode I d'ouverture, cf. *Annexe I.1*), facteur d'intensité des contraintes, et G le taux de restitution d'énergie, apportent des solutions dans la compréhension des mécanismes d'amorçage des polymères. On s'intéressera ensuite au paramètre J et à ses utilisations dans la mécanique de la rupture dans le cas où le matériau a un comportement élastique non-linéaire.

### B.I.1 Exemples d'utilisation de $K_I$ pour les polymères

Les rappels théoriques concernant le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  sont présentés en annexe I.1.

Le facteur d'intensité des contraintes est le paramètre de chargement de la mécanique de la rupture préconisé pour les matériaux polymères caractérisés par un comportement élastique linéaire sur une large gamme de déformation (c'est par exemple le cas des polymères vitreux). Il peut être calculé à partir de différentes géométries d'éprouvettes de laboratoire. Pour les géométries « classiques », il existe des tables et des abaques qui permettent de calculer le facteur d'intensité des contraintes, en fonction de la charge et les dimensions caractéristiques de l'éprouvette (cf. *Annexe I.2*). La théorie de la mécanique linéaire de la rupture stipule qu'il existe une valeur limite du facteur d'intensité des contraintes qui caractérise l'amorçage et la propagation brutale de la rupture fragile pour un matériau donné pour n'importe quelle géométrie : c'est la ténacité  $K_{IC}$ .

Pour une certaine ductilité,  $K_{IC}$  n'est plus valide. Cette augmentation de  $K_{IC}$  est due en partie à un émoussement en pointe de fissure et donc à une perte de confinement de la contrainte en pointe de fissure. La plasticité n'est plus limitée, on sort alors du cadre de validité de  $K_I$ , c'est à dire l'élasticité linéaire. A titre d'exemple, dans le cas d'époxy renforcés avec des particules d'élastomères, Arias et al ont déterminé à partir d'essais en flexion 4 points la valeur ainsi que l'évolution de la ténacité en fonction de la teneur en d'élastomère [Arias et al, 2003]. Ils constatent que l'ajout d'élastomère permet une augmentation de ductilité du matériau. La dispersion des particules d'élastomères dans la matrice produit une délocalisation de la contrainte provoquant ainsi une diminution de la contrainte d'écoulement globale. Cela entraîne une plus grande ductilité donc une augmentation du facteur d'intensité des contraintes à rupture. Au delà d'une certaine ductilité, le matériau n'obéit plus à une loi de comportement élastique linéaire et la mécanique linéaire de la rupture n'est alors plus valide. Cette limite se manifeste soit par une loi de comportement fortement non linéaire dès les chargements faibles (effet de la viscosité par exemple), soit pour des chargements élevés de manière à ce que la plasticité ne soit plus confinée en pointe de fissure mais s'étende dans le ligament non fissuré. Ainsi  $K_I$  et  $K_{IC}$  sont valables en théorie soit en élasticité linéaire (cas du verre par exemple) ou en plasticité confinée (cas des matériaux métalliques où la structure fissurée n'a pas atteint sa charge limite). Cette seconde limite peut être caractérisée en déterminant la taille de la zone plastique en pointe de fissure.



Ainsi, dans le cas de polymères ayant une phase amorphe caoutchoutique (semi-cristallins ou non), le comportement ne sera pas élastique linéaire, mais au contraire très dépendant de la viscosité dès les faibles déformations.

## B.I.2 Le taux de restitution d'énergie critique $G_{IC}$

### B.I.2.a Définition

Au début du siècle, Griffith a proposé une théorie fondée sur la compétition entre l'énergie élastique restituée lors de l'avancée d'une fissure et l'énergie dissipée par la création de nouvelles surfaces. Soit  $P$  l'énergie potentielle stockée dans la structure, soit  $\partial A$  l'incrément de surface correspondant à l'extension de la fissure,  $B$  l'épaisseur de l'éprouvette, l'expression du taux de restitution d'énergie  $G$  est  $G = -\frac{\partial P}{B\partial A}$ . Le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  et  $G_I$  sont reliés par l'expression suivante :

En contrainte plane :  $G_I = \frac{K_I^2}{E}$ , et en déformation plane :  $G_I = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E}$ . De ce fait, le paramètre  $G_{IC}$  sera le taux de restitution d'énergie critique à rupture. Il est relié à  $K_{IC}$  par les mêmes relations que ci-dessus.

### B.I.2.b Utilisation de $G$ et de $K$ en fonction de la température

Le facteur d'intensité des contraintes critique  $K_{IC}$  peut servir à déterminer le domaine de transition entre la rupture fragile et la rupture ductile. En effet, pour les basses températures, il faut en général peu d'énergie pour déformer un matériau et provoquer sa rupture. En revanche, à une température plus élevée, la ductilité du matériau est telle que l'énergie nécessaire à fournir pour la rupture est plus élevée. Dans l'exemple issu de la thèse de B.Tanguy sur l'acier 16MND5 [Tanguy, 2001], on remarque qu'entre  $-140^\circ\text{C}$  et  $0^\circ\text{C}$ , la valeur de  $K_{IC}$ , augmente avec la température (cf. Figure I.15).  $K_{IC}$  représente comme  $K_{IC}$  le critère de rupture, utilisé dans le cas d'une rupture instable s'étant déroulée après une petite propagation ductile. Dans le domaine où l'élasticité quasi-linéaire est vérifiée, il montre que  $K_{IC}$  (ou  $K_{JC}$ ) et  $G_{IC}$  évoluent de la même manière, étant donné qu'entre ces deux températures, le module de Young ne varie quasiment pas. Il indique qu'en se basant sur l'évolution de  $K_{IC}$  ou de  $G_{IC}$ , on peut déterminer trois domaines de températures. Le premier domaine aux basses températures correspond à de la rupture fragile. Le second domaine correspond à une zone de transition entre les deux modes de rupture. Enfin le troisième domaine aux températures plus élevées correspond aux ruptures ductiles, c'est à dire aux énergies de rupture élevées. L'utilisation de  $K_{IC}$  ou  $G_{IC}$  n'est plus valable dans le domaine ductile.

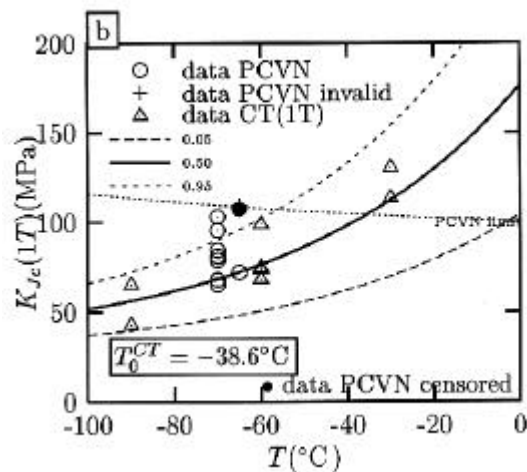


Figure I.15 Evolution de  $K_{JC}$  en fonction de la température pour un acier 16 MND5 [Tanguy, 2001]

Dans le cas des polymères, l'indépendance du module de Young avec la température ne se vérifie pas. Ainsi dans la thèse de Massa [Massa, 1995] portant sur du polyéthylène haute densité, des essais de choc Charpy sont réalisés. Il montre que  $G_{IC}$  augmente d'un facteur 2 entre  $-200^{\circ}\text{C}$  et  $0^{\circ}\text{C}$  (cf. Figure I.16a), au delà la plasticité est trop envahissante. Dans le même temps, le module de Young diminue d'un facteur 10, puisqu'il varie de 5350 MPa à  $-196^{\circ}\text{C}$ , jusqu'à 580 MPa à  $20^{\circ}\text{C}$ . Avec l'évolution inverse de ces deux paramètres, on s'aperçoit que  $K_{IC}$  contrairement aux résultats attendus diminue avec la température entre  $196^{\circ}\text{C}$  et  $-110^{\circ}\text{C}$ , puis reste quasiment constant jusqu'à  $-20^{\circ}\text{C}$  pour décroître de nouveau entre  $-20^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$  (cf. Figure I.16b).

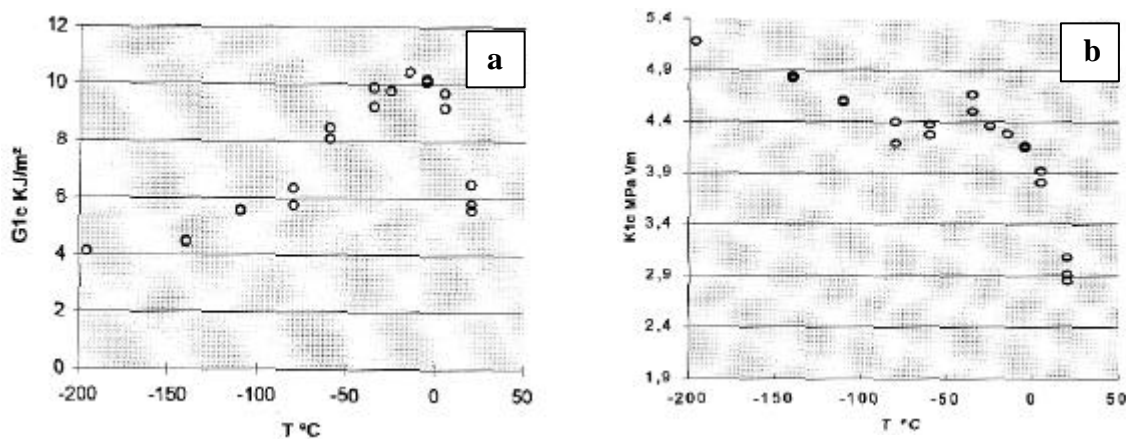


Figure I.16 Evolution de  $G_{IC}$  (a) et de  $K_{IC}$  (b) pour du PE entre  $-200^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$  [Massa, 1995]

Ainsi, dans le cas des polymères, compte tenu de l'évolution de  $E$ , il n'est pas possible de se baser sur l'évolution de  $K_{IC}$ . Ce paramètre est trop dépendant des paramètres matériau. En revanche, on pourra se baser sur le critère énergétique  $G_{IC}$ .

Ainsi pour résumer :

- $K_I$  et  $K_{IC}$  ne seront pas adaptés pour prédire la rupture des polymères semi-cristallins dès lors que la phase amorphe sera caoutchoutique. L'apparition de la non-linéarité telle que la viscosité et la plasticité justifie l'inapplicabilité de K.
- Une étude en température de l'évolution des paramètres à rupture ne pourra se faire que dans le domaine fragile, ce qui limite fortement l'utilisation de  $K_{IC}$ . En effet, les polymères semi-cristallins sont plus souvent employés et étudiés dans un domaine de température où leur rupture est ductile.
- L'utilisation de  $G_{IC}$  permet de prendre en compte l'évolution de E avec la température, contrairement à  $K_{IC}$ . Cependant, on se limitera toujours au comportement élastique linéaire.

De plus, de nombreux auteurs ont montré que G pouvait dépendre fortement des dimensions des éprouvettes et des longueurs de fissure [Planes et Elices, 1986], [Reis et Ferreira, 2003]. Or quand on recherche un critère de rupture, on cherche à ce qu'il soit valable sur une large gamme de conditions expérimentales et notamment sur une large gamme de géométrie. Enfin, pour rejoindre le premier point évoqué, la plasticité est présente à des niveaux de déformations assez faibles, ce qui va modifier les solutions établies dans le cadre de l'élasticité et notamment le fait que la plasticité implique une irréversibilité des phénomènes [Bassani et al, 1988].

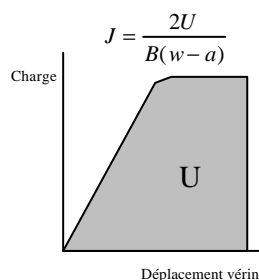
## B.II L'intégrale de contour J

### B.II.1 Rappels

Le principe de l'intégrale de contour J est présenté en annexe I.3. Les trois propriétés de cette intégrale sont que :

- J est indépendante du contour  $\Gamma$  choisi
- J représente en élasticité non linéaire le taux de libération d'énergie correspondant à une avancée infinitésimale de la fissure, soit  $J = -\frac{\partial P}{Bda}$ , où  $P$  est l'énergie potentielle totale,  $B$  la largeur de l'éprouvette et  $a$  la longueur de la fissure. Ainsi, en plasticité confinée  $J = G$
- J contrôle la singularité des champs de contraintes et de déformations à la pointe de la fissure, donnée par la solution asymptotique proposée par Hutchinson, Rice et Rosengreen (H.R.R) [Hutchinson, 1968], [Rice et Rosengren, 1968].

L'évaluation de J est accessible expérimentalement, à partir de l'aire sous la courbe force-déplacement ou force-ouverture. On définit également le CTOD  $d$  (Crack Tip Opening Displacement) tel que (1) :



$$d = \frac{J}{mS_s} \quad (1)$$

où  $m$  est le coefficient de la droite d'écrouissage

$J_{IC}$  sera défini comme la valeur de  $J$  critique à l'amorçage de la fissure, la norme ASTM [ASTM, 1989] définit de manière opérationnelle  $J_{IC}$  comme étant la valeur de  $J$  lorsqu'il y a une propagation de 0.2 mm de la fissure, on la note  $J_{0.2}$ .

L'utilisation de  $J$  s'accompagne souvent de l'utilisation d'une loi de comportement non-linéaire permettant de décrire la courbe contrainte-déformation, s'écrivant sous la forme (2) :

$$\frac{\mathbf{e}}{\mathbf{e}_0} = \left( \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} \right)^N \quad (2)$$

$\mathbf{s}_0$ ,  $\mathbf{e}_0$  sont les limites élastiques du matériau et  $N$  est le coefficient d'écrouissage. Cette équation est beaucoup utilisée dans les polymères pour décrire le comportement [Bassani et al, 1988], mais son inconvénient est de ne pas tenir compte de la viscosité des matériaux.

## B.II.2 Utilisation de $J$ pour caractériser la résistance à la rupture des polymères

### B.II.2.a Limitation de l'utilisation de $J_{IC}$ pour les polymères semi-cristallins

Le concept de la mécanique linéaire de la rupture s'applique bien pour caractériser la rupture fragile à la fissuration de polymère quand la plasticité reste confinée en pointe de fissure. Par exemple, l'approche en  $K_I$  s'applique au polyéthylène si les essais sont réalisés en dessous de  $-100^\circ\text{C}$ , c'est à dire dans un domaine où la phase amorphe du polyéthylène est dans un état vitreux. En revanche, au dessus de cette température, la plasticité envahit une grande partie du ligament non fissuré et l'approche en  $J$  est alors indispensable. En plasticité, on distinguera deux étapes de la fissuration : l'amorçage et la propagation (stable) de la fissure.

Dans le cas du polyéthylène étudié à  $20^\circ\text{C}$ , l'approche par l'intégrale de contour  $J$  a montré de bons résultats de vitesse d'ouverture d'entaille, par rapport à une approche élastique en  $K_I$ . La non-linéarité du comportement du polyéthylène mêmes aux faibles niveaux de déformation ne permettait pas une analyse rigoureuse du matériau en terme de vitesses d'ouverture et de propagation notamment. Bassani et al ont cherché à comparer les vitesses d'ouverture entre deux types d'éprouvettes simplement fissurées (SEN en traction et SEN en flexion), [Bassani et al, 1988]. Les auteurs précisent très clairement que l'approche en  $J$  a permis de montrer une meilleure corrélation entre les vitesses d'ouverture en flexion et en traction (cf. *Figure 1.17*). Cependant, ils précisent aussi que leur analyse s'est limitée à des contraintes nominales atteignant au maximum la moitié de la contrainte d'écoulement, afin de rester dans des chargements où l'effet de la viscosité reste négligeable. Ils travaillent également sur des fissures courtes (rapport  $a/W < 0.1$ ), c'est à dire dans un domaine où l'approche en  $J$  n'est pas en théorie valide. Ils précisent dans leur étude que cette approche est limitée puisque l'indépendance par rapport au temps est stipulée et que cette hypothèse est évidemment fautive dans le cas des polymères.

Ainsi, comme pour de nombreuses autres études sur des polymères semi-cristallins,  $J_{IC}$  est utilisé pour prédire l'amorçage et la propagation d'une fissure tout en sachant que les conditions d'utilisation sont très restrictives pour ces matériaux. Afin de s'éloigner le moins possible du cadre de validité, les études sont le plus souvent réalisées sur une seule géométrie et en ignorant l'influence du temps sur ces matériaux. Les études se limitent alors à des mesures qualitatives, plus qu'à des mesures quantitatives.

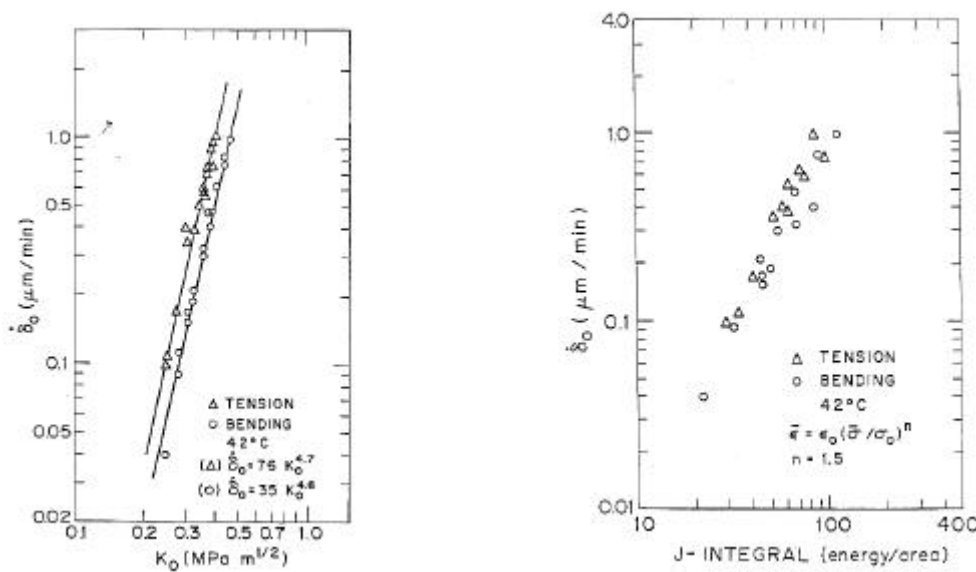


Figure I.17 Comparaison des vitesses d'ouverture de fissure, à gauche l'approche en  $K_I$ , à droite l'approche en  $J$  [Bassani et al, 1988]

B.II.2.b Détermination de  $J_{IC}$  à partir de la courbe R : Méthode et limitations

La détermination du paramètre  $J_{IC}$  se fait en général à partir du tracé de la courbe  $J$ - $\Delta a$ , appelée courbe R (R comme resistance curve). Cette courbe se détermine à partir d'essais de flexion car ils permettent une propagation ductile. Le calcul de  $J$  se fait à partir de formules proposées dans l'ASTM [ASTM, 1989] et la détermination de l'avancée de la fissure peut se faire par différentes méthodes (méthode de complaisance avec une seule éprouvette et méthode par multi-specimens avec des essais interrompus pour mesurer l'incrément d'avancée). Sans présenter ces méthodes, on va s'intéresser aux différents problèmes liés à la détermination de  $J$  et de  $J_{IC}$ . A partir de cette courbe, on détermine  $J_{IC}$  comme étant l'ordonnée du point d'intersection entre la droite parallèle à la droite d'érousement avec comme abscisse à l'origine 0.2mm (offset line) et la courbe  $J$ - $\Delta a$ . La pente de la courbe  $\partial J / \partial a$  donne la vitesse de propagation (cf. Figure I.18). Le tracé de cette courbe se fait en respectant un certain nombre de recommandations données dans les publications ASTM [ASTM, 1989].

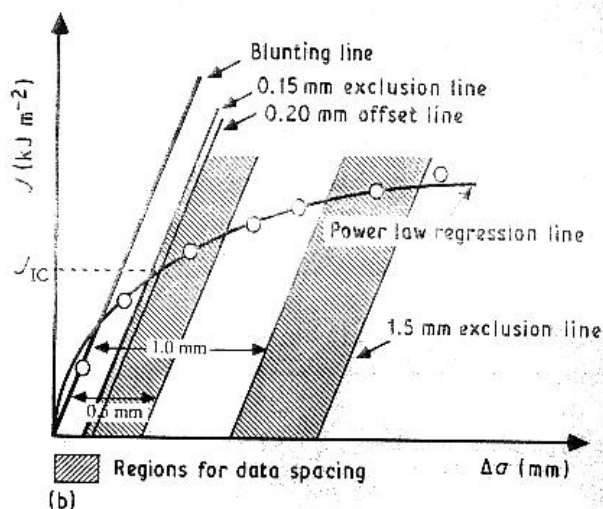


Figure I.18 Courbe R théorique avec les domaines de validité [ASTM, 1989]

*1<sup>er</sup> problème : Détermination de l'avancée de fissure*

Il existe différentes méthodes pour tracer cette courbe R. Cependant, elles ne sont pas toutes adaptées aux polymères. Elles nécessitent par exemple des étapes de déchargements partiels, difficiles à exploiter dans le cas d'un matériau visqueux. Ces étapes ne permettent pas de garantir de travailler à une vitesse de sollicitation constante. Or étant donné que la valeur de  $J_{IC}$  dépend de la vitesse pour les polymères, les erreurs de mesures entraînent des erreurs de calcul de J. Une seconde difficulté provient également de la détermination précise de l'avancée de fissure. Celle-ci peut se faire par un essai de traction à un chargement donné, puis un arrêt et une rupture à froid. Cependant, la fissuration des polymères se caractérise par un émoussement du front de fissure avant l'amorçage. Bien que cet émoussement est sensé être pris en compte par la droite d'émoussement, dans certains cas il est tel qu'il peut fausser la valeur de  $\Delta a$  à l'amorçage. La seconde approximation provient du front courbé de la fissure, dû aux effets de bords (conditions de contraintes planes aux bords et de déformations planes au centre de l'éprouvette). Des recommandations existent également pour faire les mesures de  $\Delta a$ . Mais la valeur de propagation de la fissure ne pourra être qu'une moyenne des longueurs de propagation sur l'ensemble du faciès. Malgré toutes ces approximations, de nombreux auteurs se fient à ces méthodes sur des polymères semi-cristallins pour indiquer l'évolution de  $J_{IC}$ , c'est à dire l'évolution du paramètre critique d'amorçage, en fonction de la température [Chan et Williams, 1983].

*2<sup>nd</sup> problème : Fissure non stationnaire*

J doit être déterminé normalement à partir d'une fissure stationnaire, c'est à dire qu'il faut respecter la condition de la norme ESIS TC4 telle que  $\Delta a < 0.1(W - a)$  [Brocks et al, 1991]. Or, dans le cas des polymères, la fissuration est souvent beaucoup plus importante que ce que fixe la norme. Ainsi, dans les travaux de [Lach et al, 2004], les auteurs montrent que pour une fissure croissante, il est nécessaire de corriger la valeur de J afin de tenir compte de l'influence des déchargements de contrainte ou des effets dynamiques.

*3<sup>ème</sup> problème : Non-unicité de paramètre critique suivant la géométrie*

La courbe J- $\Delta a$  est déterminée à partir d'essais de flexion trois points. Le paramètre J peut se décomposer en une composante élastique  $J_{\text{élastique}}$  et une composante plastique  $J_{\text{plastique}}$  [Hashemi et Williams, 1991]. Une des restrictions de l'approche en J réside alors dans le fait que suivant le type d'éprouvettes testées, les formules ne sont pas identiques. Les formules diffèrent au niveau des valeurs des coefficients géométriques. Ils dépendent à la fois de la géométrie de l'éprouvette, mais également du type de déplacement mesuré ou de la profondeur de la fissure [Ranaweera et Leckie, 1982]. Dans le cas de la flexion trois points, les formules de détermination de J par rapport à l'ouverture ou au déplacement sont bien établies. Cependant suivant les auteurs, on aura dans certains cas des variations de formules suivant que les essais sont faits en mesurant l'ouverture de l'entaille ou la déflexion de l'éprouvette [Bakker, 1983]. La non-unicité des formules utilisées fait se poser des questions sur l'unicité d'un paramètre critique à rupture.

De plus, se baser sur la vitesse de fissuration  $\Delta a / dt$  peut introduire des erreurs de raisonnement.  $\Delta a / dt$  caractérise aussi la complaisance de l'ensemble du système de flexion et par conséquent sera fonction de la fragilité du matériau, dépendante de la taille et de la forme de l'éprouvette. Elle sera également dépendante de la rigidité du système et du type de chargement c'est à dire si par exemple l'essai est piloté en charge ou en déplacement, si c'est un essai de flexion ou de traction. Ainsi une comparaison efficace de la vitesse de propagation de fissure entre deux matériaux ne peut se faire qu'en réalisant les essais dans les mêmes conditions [Lach et al, 2004]. On voit à aussi une limite dans l'utilisation de J au cas de structures complexes.

Le concept de la courbe R, c'est à dire la courbe de résistance à la fissuration, est une propriété matériau dépendante de l'avancée de la fissure. Ce concept est issu de l'étude des métaux où la process zone est petite devant les dimensions de l'éprouvette et où  $J_{\text{max}}$  est atteint pour une petite avancée de fissure. Dans les polymères ductiles, la forme de la zone plastique dépend de la géométrie.

Ainsi, si l'écoulement plastique est atteint avant le début de fissuration, on ne peut pas espérer avoir une courbe R indépendante de la géométrie de l'éprouvette.

Ces exemples ne sont évidemment pas un résumé exhaustif des nombreux travaux concernant l'approche élasto-plastique en J pour les polymères. Ils permettent de souligner simplement certains problèmes connus, liés directement au comportement visqueux et à l'importance de la plasticité dans le cas de polymères semi-cristallins.

### B.II.3 Une limitation principale : la viscosité

Différents problèmes ont été évoqués concernant la détermination expérimentale de l'amorçage de fissure par le paramètre  $J_C$ . Pour les essais de flexion trois points, les formules sont bien établies et une analyse rigoureuse des résultats expérimentaux peut permettre d'aboutir à des conclusions correctes à condition de rester dans ce type de chargement. Pour d'autres types d'essais comme par exemple des essais de traction sur des éprouvettes doublement fissurées, il y a un manque de formules dans la littérature concernant les polymères, ce type de géométrie ayant été moins utilisé. Dans la structure off-shore qui nous intéresse, les défauts présents peuvent être soumis à des efforts de traction ou de flexion. Exploiter les deux types de chargement est indispensable pour avoir une meilleure connaissance de la résistance du PVDF.

Ces problèmes de géométrie ont été rencontrés également pour les matériaux métalliques, bien avant les polymères. Pour compléter les études déjà menées, l'EPRI (Electric Power Research Institute) de Kumar et Shih a développé un code, qui permet de faire des calculs de  $K_I$  et de  $J_I$  pour tous types d'éprouvettes. Ce code a de nombreux avantages comme être valable pour différents types de géométries de laboratoire (éprouvette CT, DENT, SENT, SENB...) et industrielles (Tube, coude, T, fissures circonférentielles ou longitudinales, traversantes ou débouchantes...), et différents types de chargements. La seule donnée à fournir pour calculer J est d'avoir une loi de comportement du matériau sous la forme déjà évoquée précédemment (2) :

$$\frac{\mathbf{e}}{\mathbf{e}_0} = \left( \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} \right)^n \quad \text{ou} \quad \frac{\mathbf{e}}{\mathbf{e}_0} = \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} + \mathbf{a} \left( \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} \right)^n \quad (2)$$

Ces lois peuvent être établies à partir d'un essai de traction classique, où la contrainte est fonction de la déformation. On rappelle que  $s_0$ ,  $e_0$  et  $n$  sont des constantes matériaux. Cette équation est reprise par de nombreux auteurs [Ranaweera et Leckie, 1982] pour caractériser le comportement de polymères. Les formules établies permettent de calculer J en 2D pour des conditions de déformations planes ou de contraintes planes. La restriction 2D de ces formules peut poser problème dans le cas d'une structure réelle, néanmoins le calcul de J peut déjà donner des informations intéressantes entre différentes géométries. Le seul problème de l'approche par l'intégrale J est de n'être valable que pour des calculs élastiques ou élasto-plastiques, mais pas pour des calculs élasto-viscoplastiques. Or la viscosité ne peut être mise de côté pour les polymères semi-cristallins.

Cet effet de viscosité a été étudié de façon expérimentale à l'Imperial College de Londres [Crouch et Williams, 1987]. Ils étudient notamment l'influence des effets d'inertie sur les valeurs de vitesses et d'énergie de propagation. Ils démontrent par exemple qu'introduire un frein visqueux (lié à l'inertie du système) dans un modèle éléments finis permet de réduire l'énergie disponible en pointe de fissure et de se rapprocher de la réalité expérimentale. Cette viscosité, très présente dans les polymères, est pourtant rarement prise en compte.

### B.III Approches complémentaires à J

#### B.III.1 Approche J-Q

Une amélioration de l'approche en J a été faite en introduisant un second paramètre Q, permettant de travailler sur des éprouvettes de triaxialités différentes. Le constat est de dire qu'en théorie  $J_{IC}$  est une valeur intrinsèque au matériau. Pourtant, l'analyse montre qu'elle dépend de la triaxialité et du confinement de la plasticité. Ainsi elle dépend des différents types de géométrie (CT, DENT, SENT, SENB), de l'épaisseur (conditions de déformation plane DP/ ou contrainte plane CP), de la longueur de la fissure (courte/longue), du type de chargement uniaxial/biaxial/triaxial. La théorie de la mécanique non-linéaire de la rupture suppose des géométries d'éprouvettes ayant un confinement de contraintes important en pointe de fissure, c'est à dire des taux de triaxialité de contraintes importants. Cette hypothèse de base permet d'éviter une plasticité généralisée de l'éprouvette.

Q est introduit pour représenter le premier terme non singulier. Pour résumer cette approche, on peut dire que la distribution des contraintes et le maximum de la contrainte dépendent de Q, et J caractérise la zone sur laquelle les contraintes et les déformations se développent. La valeur de Q dépendra de la géométrie fissurée ainsi que de l'extension de la zone plastique. Pour certaines géométries fissurées, Q atteint une valeur stationnaire quand on approche les conditions de plasticité généralisée [O'Dowd et Shih, 1991]. Le paramètre Q permet alors de classer les différentes géométries d'éprouvettes fissurées suivant leur état de contrainte en pointe de fissure. Ainsi par exemple, moyennant la courbe J-Q, on pourra classer les valeurs de résistance à la fissuration pour des géométries peu contraintes (fissure courte) par rapport à des géométries plus contraintes (fissure longue).

Comme on le constate, cette méthode peut répondre à des questions intéressantes, notamment sur la valeur de la ténacité ou celle de la pente  $dJ/da$  corrigées selon la géométrie de l'éprouvette étudiée. Cependant, cette approche nécessite le calcul par éléments finis pour déterminer Q. Il y a alors plus d'intérêt à travailler directement en approche locale.

#### B.III.2 Approche EWF

Le concept EWF (Essential Work of Fracture) a été étendu pour caractériser les déchirures ductiles des matériaux polymères qui strictionnent avant rupture [Mai et Cotterell, 1986]. Ce concept vise à remplacer l'intégrale de contour J pour le calcul d'énergie à rupture dans le cas de conditions de contrainte plane uniquement. Le principe se base sur des hypothèses suivantes : la plupart du travail d'écoulement plastique dissipé n'est pas directement associé au processus de rupture. Le paramètre  $W_e$  est introduit comme étant le travail essentiel de rupture qui peut être séparé de  $W_p$  le travail non essentiel de rupture, dissipé en dehors de la zone de rupture.  $W_e$  est considéré comme une constante matériau pour une épaisseur d'éprouvette donnée. Ainsi le travail total  $W_f$  se décompose tel que (3) :

$$W_f = W_e + bW_p \quad (3)$$

$b$  étant un facteur de forme dépendant de la géométrie de l'éprouvette. Cette équation n'est valable que pour des éprouvettes de faibles épaisseurs, afin de garantir d'être toujours en contrainte plane. Cette condition limite l'utilisation de ce modèle à des cas plus généraux.

Dans le cas des polymères ductiles, la zone concernée par la rupture a une longueur  $l_c$ . Cette zone est entourée d'une zone plastique dont la taille dépend du type d'éprouvette (cf. Figure I.19). Les dimensions des éprouvettes sont choisies de telle façon que la rupture débute après que le ligament non fissuré ait atteint le chargement limite. Cependant l'écoulement plastique ne doit pas avoir atteint les bords de l'éprouvette d'où une largeur minimale  $W$  supérieure à trois fois la longueur du ligament non fissuré.



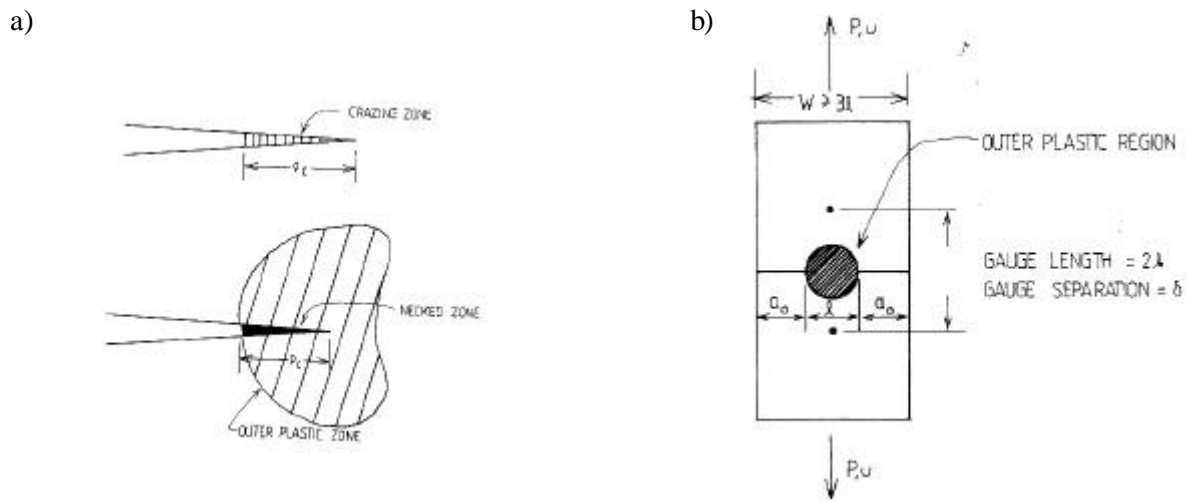


Figure I.19 a. Zones de déformation en pointe de fissure dans le cas fragile (en haut) et le cas ductile (en bas), b. Géométrie pour une DENT [Mai et Cotterell, 1986].

La procédure a été vérifiée sur du polyéthylène à partir d'éprouvettes de traction DENT (Deep Double-edge Notched Tension) et DCNT (Deep Center Notched Tension) [Mai et Powell, 1991]. Ils réalisent des essais de propagation sur différentes éprouvettes où seule la longueur du ligament non fissuré au départ varie. Ils calculent ensuite l'aire sous la courbe force déplacement, afin d'obtenir une courbe finale aire sous la courbe en fonction de la longueur du ligament. L'ordonnée à l'origine correspondra alors à  $W_e$ . Une bonne correspondance entre les deux géométries est trouvée mais elle reste limitée aux conditions géométriques à respecter énoncées précédemment.

#### B.IV Conclusion sur l'approche globale

Le résumé ici de l'approche globale n'est évidemment pas complet. Il s'attache essentiellement à présenter les problèmes de cette méthode dans le cas des polymères semi-cristallins. Elle reste néanmoins beaucoup utilisée surtout pour classer la résistance de matériaux les uns par rapport aux autres. L'essai de flexion trois points est bien normalisé et dans le cas de respect par rapport à la norme, l'information donnée par le paramètre  $J$  permet de comparer de manière correcte la résistance à la fissuration de différents matériaux.

L'impossibilité d'avoir par cette méthode une unicité de valeurs de  $J_{IC}$  suivant la géométrie d'essai empêche son utilisation comme paramètre d'amorçage de fissure. Il faut pour différents types de défauts sous différentes sollicitations connaître le critère qui fera qu'un défaut sera critique ou non. Seule l'approche locale permettra d'accéder à ce ou ces paramètre(s).

## C. Modélisation thermodynamique de la déformation et de la rupture des polymères

### C.I Généralités

La modélisation des polymères s'est basée dans un premier temps sur les modèles rhéologiques de type Voigt et Maxwell. Ces modèles permettent de combiner à la fois de la viscoélasticité et de la viscoplasticité, deux comportements rencontrés dans les polymères. Dans le cas des semi-cristallins, bien que le comportement de la phase amorphe soit très différent du comportement de la phase cristalline, des modèles ont essayé de décrire à l'aide d'une équation unique le comportement des deux phases [Bahadur, 1973]. D'autres modèles, en se basant sur l'équation de Eyring [Eyring, 1936] permettent de rendre compte de l'élasticité caoutchoutique de la phase amorphe autant que de la déformation de la phase cristalline [G'Sell et Jonas, 1981].

D'autres modèles ont choisi de se baser uniquement sur la modélisation de la texture cristalline [Dahoun, 1992]. Le polymère est alors considéré comme un agrégat polycristallin formé de cristallites répartis au hasard. La phase cristalline est supposée avoir un comportement viscoplastique, les lamelles cristallines se déformant par glissement, parallèlement ou perpendiculairement aux chaînes. Le modèle est vérifié en cisaillement et en traction, à partir de la comparaison des courbes contrainte-déformation. La non prise en compte de la contribution de la phase amorphe à la déformation plastique implique une sous-estimation du durcissement plastique, notamment en cisaillement. Ce sera vérifié d'autant plus que la quantité de phase amorphe sera importante dans le polymère. Afin de prendre en compte la contribution de la phase amorphe, le modèle précédent est complété par le modèle de Van der Giessen traitant de l'élasticité caoutchoutique [Dahoun et G'Sell, 1994]. Ce modèle ajoute deux paramètres : la densité  $n$  de sous-chaînes flexibles limitées par les cristallites et  $N$  le nombre moyen de segments par sous-chaînes. Afin de combiner les deux modèles, la contrainte moyenne est décomposée entre la contrainte due à la phase cristalline et la contrainte due à la phase amorphe telle que (4) :

$$\bar{\mathbf{s}} = X_c \mathbf{s}^c + (1 - X_c) \mathbf{s}^a \quad (4)$$

$X_c$  est une constante dans l'équation (4). L'introduction du modèle de Van der Giessen pour rendre compte de la contribution de la phase amorphe permet d'améliorer le modèle original de Dahoun. Cependant, la juxtaposition des deux modèles telle que présentée dans l'équation ci-dessus reste néanmoins une simplification, puisque aucun couplage ni interaction entre les deux phases ne sont pris en compte.

On voit que la complexité des structures semi-cristallines compliquent sérieusement les modèles par rapport aux polymères amorphes, formés d'une seule phase homogène en comportement. La modélisation de ces derniers est alors souvent pris comme base de réflexion. On peut citer à cette occasion les travaux de Lee et Williams [Lee et Williams, 1985] qui proposent une approche thermodynamique afin de rendre compte de l'adoucissement de contrainte à la striction suivit du rhéodurcissement aux grandes déformations. Le modèle d'Argon [Argon, 1973], étendu par Boyce [Boyce, 1986] et appliqué au PMMA, permet de retranscrire de la même manière l'adoucissement suivi du rhéodurcissement.

Dans la suite seront d'abord décrits des modèles de comportement ne tenant pas compte de l'endommagement créé en cours de déformation. Ces modèles sont dits non couplés. On présente dans un premier temps les modèles uniaxiaux et on étend la présentation aux modèles de comportement multiaxiaux.

Le couplage avec l'endommagement est introduit au C.II avec les modèles de zones cohésives, et ensuite au C.III avec les modèles basés sur le développement de cavités dans le matériau en cours de sollicitation.

### C.I.1 Modélisation du comportement uniaxial

La modélisation thermodynamique des polymères semi-cristallins a été réalisée de nombreuses fois sur éprouvettes uniaxiales pour rendre compte de l'influence de la vitesse de sollicitation et de la température. Les modèles présentés dans ce paragraphe se basent sur des sollicitations uniaxiales (1D) et dans certains cas on verra que les modèles sont étendus à des cas en 3D.

Dans le modèle présenté par Amodeo [Amodeo et Lee, 1992], la contrainte est décomposée en une contrainte effective et une contrainte interne. Cette dernière permet de quantifier les effets de la déformation inélastique accumulée. G'Sell et Jonas [G'Sell et Jonas, 1981] décrivent la contrainte interne comme une force permettant au matériau de retrouver à la décharge sa forme initiale. Dans le cas d'une structure semi-cristalline, la contrainte interne est vue comme des forces entropiques permettant aux chaînes de la phase amorphe caoutchoutique de se rétracter au déchargement. La contrainte effective est reliée à la viscosité du matériau et est souvent exprimée avec l'équation de Eyring [Eyring, 1936]. Les deux contraintes peuvent être déterminées indépendamment l'une de l'autre à partir d'essais de traction à différentes vitesses et différentes températures. Cette formulation, faite en 1D dans le modèle d'Amodeo, est réalisée en 3D dans le modèle de Boyce [Boyce et al, 1988]. Un exposé détaillé du modèle de Boyce est présenté au paragraphe C.III.2.

Pour simplifier la modélisation comme il a été rappelé en introduction, certains modèles procèdent par homogénéisation en postulant que la structure semi-cristalline peut être remplacée par une phase unique. Cette phase est caractérisée par des états micro-mécaniques fonction de la déformation appliquée. Le réseau est considéré alors comme incompressible. Dans les travaux de Drozdov et Gupta [Drozdov et Gupta, 2003] pris comme exemple, ils cherchent à modéliser la déformation viscoplastique du polypropylène et du polyéthylène en traction uniaxiale et en cisaillement. Le polymère est représenté comme un réseau de brins pontés par des jonctions. Deux types de jonctions sont proposées : le premier type de jonction a une déformation à l'échelle microscopique correspondante à la déformation macroscopique du polymère, le second type de jonction glisse en fonction de leur position. La réponse élastique du matériau est attribuée à l'élongation des brins, alors que le comportement viscoplastique est associé au glissement des jonctions. La déformation à de faibles élongations induit de la séparation interlamellaire, de la rotation ainsi qu'un tortillement des lamelles jusqu'à leur fragmentation [Gaucher-Miri et Séguéla, 1997]. Pour des déformations plus importantes, la destruction du sphérolite peut provoquer la séparation des lamelles et la formation d'une structure fibrillaire, ainsi que de la cavitation et une cristallisation possible des chaînes de la phase amorphe. Afin de simplifier tous les phénomènes entrant en jeu, les auteurs ont procédé à une méthode d'homogénéisation où le polymère semi-cristallin est remplacé par une phase unique. Le niveau de déformation de cette phase impliquera ensuite tel et tel type de comportement. Ils se basent ainsi sur les trois hypothèses suivantes : la dépendance au temps est reliée au réarrangement des chaînes amorphes, l'écoulement viscoplastique est initié d'abord dans la phase amorphe et ensuite dans la phase cristalline, le glissement des chaînes liens et leur séparation de la lamelle jouent un rôle clef dans l'écoulement [Nitta et Takayanagi, 1999].

Une approche plus micromécanique du comportement élasto-plastique des polymères semi-cristallins est présentée dans les travaux de van Dommelen [van Dommelen et al, 2003]. Le modèle se base sur une déformation élasto-viscoplastique qui idéalise la structure en un composite constitué de deux phases. La phase cristalline a un comportement élastique anisotrope, suivi d'un écoulement plastique par glissement cristallographique. Le comportement de la phase amorphe est élastique, et l'écoulement plastique est dépendant du temps, avec une composante tenant compte du rhéodurcissement induit par l'orientation des molécules. Ce type d'approche a été validé en compression uniaxiale sur du polyéthylène et a pour avantage de rendre compte de l'influence de la cristallinité sur le comportement du matériau en compression. La validation pour des taux de triaxialité plus élevés n'est pas encore effectuée et aucun type d'endommagement n'est pris en compte dans ce type d'approche.

D'autres modèles plus récents se basent également sur la décomposition de la contrainte pour traiter des différents comportements. C'est le cas du modèle développé à l'Institut Français du Pétrole (IFP) [Cangémi et Meimon, 2001], qui est basé sur une représentation des deux phases constituantes des polymères semi-cristallins. Il s'agit d'un couplage mécanique entre la phase amorphe dite molle ou fluide et la phase cristalline dite solide. Une formulation élasto-viscoplastique permet de décrire la variation de volume liée à la déformation plastique des polymères semi-cristallins, ainsi que leur sensibilité à la viscosité. Comme cela a été détaillé précédemment (§A.III), la déformation des polymères peut être décrite en une série d'étapes successives : le glissement et la séparation interlamellaire, des mécanismes de déformation cristallographique, jusqu'à des modifications morphologiques aux grandes déformations (cf. Figure I.20)

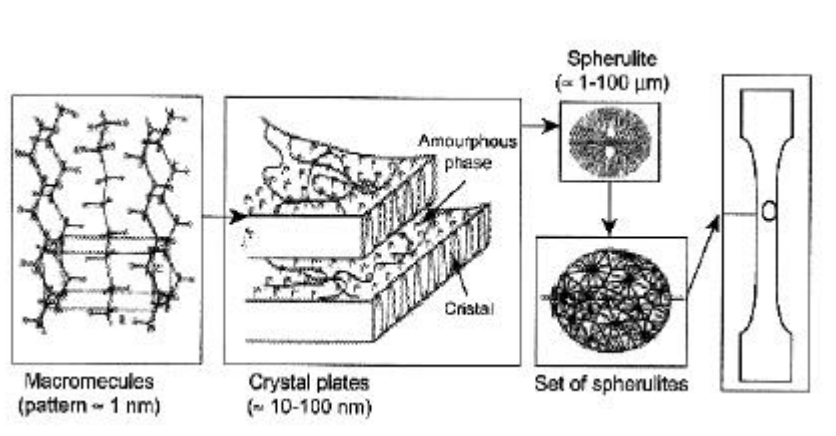


Figure I.20 Passage de l'échelle nanoscopique à la l'échelle macroscopique [Cangémi et Meimon, 2001]

A l'IFP un intérêt particulier est porté au PVDF, où lors de l'application industrielle, il est déformé au dessus de sa température de transition vitreuse haute. La phase amorphe interlamellaire est alors dans un état caoutchoutique. Pour les niveaux de déformation faibles, on assiste alors à la déformation de la phase amorphe interlamellaire ce qui crée soit une séparation des lamelles soit un glissement entre elles. Aux plus grandes déformations, on assiste à la transformation de la phase cristalline sphérolitique en une phase cristalline fibrillaire. Cette description de la déformation des polymères semi-cristallins met en évidence l'importance du couplage entre les deux phases.

Le modèle vise à rendre compte de l'évolution des propriétés mécaniques des polymères utilisés dans l'industrie du transport de pétrole et de gaz. Le principe du modèle se base sur la constatation que la décompression explosive induit un endommagement du matériau, lié à la température, mais également à la diffusion de fluide (gaz, plastifiant ..) dans le polymère. Les auteurs ont alors utilisé la théorie de la thermodynamique des systèmes ouverts développée pour les matériaux poreux. La microstructure est représentée comme deux phases homogènes, en étroite interaction. Les lamelles cristallines entourées de la phase amorphe confinée constitue la première phase, on lui attribue un comportement rhéologique de type solide. La seconde phase est constituée de la phase amorphe libre et d'éventuels adjuvants tels que les plastifiants. Son comportement est celui d'un fluide. Pour décrire leur interaction, ils définissent la contrainte de Cauchy totale  $\underline{\underline{s}}$  dans le matériau comme la somme d'une contrainte  $\underline{\underline{s}}_s$  dans le solide et d'une pression P dans le fluide.

Dans le cadre du formalisme des milieux poreux, le taux d'amorphe libre joue le rôle de la porosité. Le formalisme se base sur une surface de charge plastique de type «Cam-Clay» faisant intervenir la pression moyenne et la variation de volume de la matière [Cangémi et Meimon, 2001]. Leur modèle permet notamment de décrire la forte augmentation de volume du PVDF, au moment de l'apparition des microcavités (cf. Figure I.21).

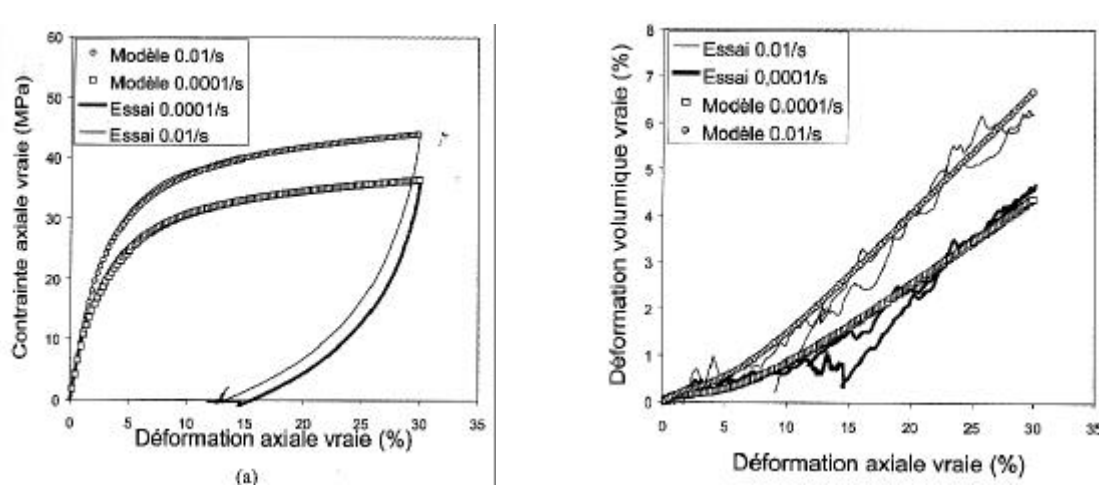


Figure I.21 Résultats de traction uniaxiale (a) et de déformation volumique (b) [Cangémi et Meimon, 2001]

Le modèle est validé sur des essais de traction uniaxiaux, ainsi que sur des essais aux temps longs type fluage. Le point délicat de ce modèle est la détermination précise du taux de phase amorphe libre, auquel aucune méthode actuelle ne permet d'accéder en totalité. Or étant donné que la phase amorphe libre joue le rôle d'amortisseur face au comportement rigide de la phase cristalline, son taux aura un rôle considérable sur le comportement global du matériau. Ainsi, la forte dépendance face aux caractéristiques microstructurales du matériau limite encore pour l'instant le modèle.

### C.I.2 Modélisation mutiaxiale du comportement

Les approches présentées précédemment ont été validées principalement sur des essais de traction sur éprouvettes lisses. On verra dans la partie expérimentale (*cf. Chapitre II*) l'importance du taux de triaxialité des contraintes sur le comportement du PVDF. D'autres auteurs se sont également intéressés à l'importance de la triaxialité sur les résultats, à travers l'utilisation de différents types de géométries d'éprouvettes. L'exemple de Gearing et Anand [Gearing et Anand, 2004a] porte sur la modélisation du polycarbonate et du PMMA pour des éprouvettes lisses, entaillées et fissurées sollicitées en traction et en flexion.

Le modèle développé dans ce cas a pour but de représenter le comportement à rupture de polymères vitreux. Deux types de rupture sont traités : le déchirement ductile obtenu pour de faibles taux de triaxialité et la rupture fragile par crazing obtenue pour des taux de triaxialité plus élevés. Ils partent du constat expérimental qu'en flexion trois points sur du polycarbonate, une éprouvette entaillée avec un large rayon en fond d'entaille cassera par déchirement ductile. En revanche, une éprouvette entaillée plus finement aura une rupture par craquelure, caractérisée par une zone plastique située uniquement en fond d'entaille, illustrée aussi dans les travaux de Ishikawa [Ishikawa et al, 1977]. L'amorçage dans la zone plastique conduit rapidement à la rupture, qualifiée alors de fragile car la chute de charge est immédiate (*cf. Figure I.22*). Les auteurs se basent sur les travaux de Arruda et Boyce [Arruda et Boyce, 1993] en modifiant la partie élastique du modèle pour tenir compte de la non-linéarité. Deux critères locaux de rupture sont proposés : pour la rupture fragile, un critère en déformation élastique et pour la rupture ductile, un critère en élongation plastique. Si on prend le cas d'une éprouvette avec un petit rayon en fond d'entaille, l'amorçage sera initié quand la condition de rupture fragile sera remplie, et la propagation se fera par une compétition entre les deux critères locaux en avant de la pointe de la fissure, suivant que la déformation inélastique sera due à du cisaillement ou à du crazing. Le modèle rend compte de la formation des crazes et également de leur élargissement et de leur rupture. Les valeurs de ces deux critères seront évidemment fonction de la triaxialité. L'étude est menée à une vitesse et une température, les critères doivent être validés sous d'autres conditions.

Les résultats sont aussi très sensibles à la taille de maille (inhérent à la méthode par éléments finis). De nombreuses études comme celle-ci montrent que la contrainte hydrostatique joue un grand rôle dans la germination des crazes et pourrait être un critère pour modéliser le risque de rupture. On reverra dans le chapitre V les critères de rupture les plus utilisés, ainsi que ceux pouvant s'appliquer au PVDF.

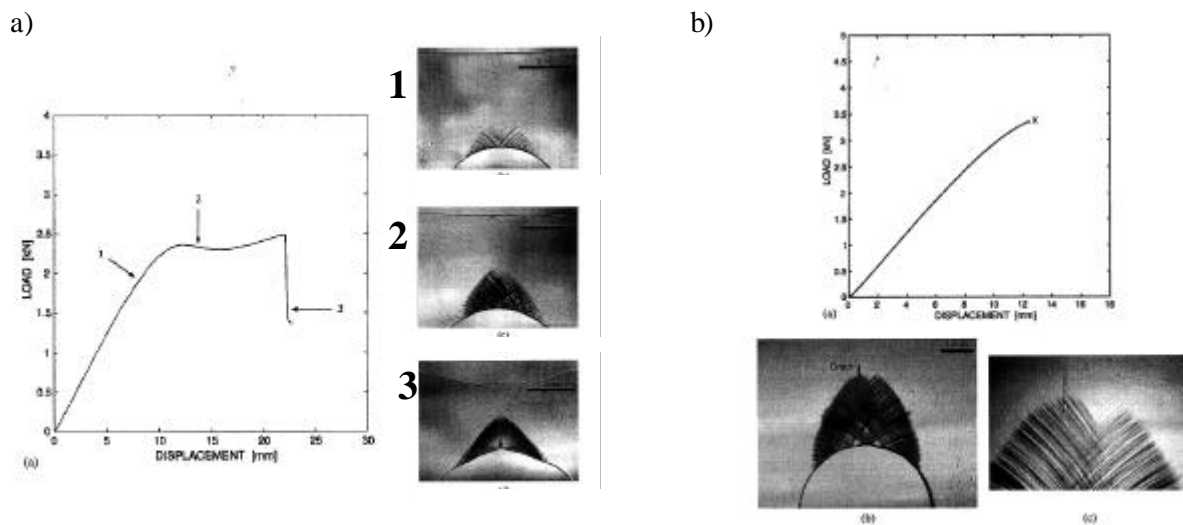


Figure I.22 a. Eprouvette faiblement entaillée, propagation ductile, b. Eprouvette très entaillée, rupture fragile [Gearing et Anand , 2004a]

Les deux paragraphes qui vont suivre traitent de trois modèles particuliers auxquels on s'est intéressés. Ils traitent du cas de la déformation par crazing et de l'endommagement par cavitation, deux phénomènes rencontrés dans le PVDF. Ces modèles sont appliqués au cas des polymères vitreux et bien que les mécanismes soient différents par rapport aux polymères semi-cristallins, leur étude crée une base très intéressante pour la prise en compte de l'augmentation de volume.

## C.II Modélisation du crazing par le modèle de zone cohésive (Cohesive Zone Model)

### C.II.1 Présentation du modèle

L'utilisation des modèles de zones cohésives se fait depuis plus de quarante ans pour modéliser la propagation de fissure et la rupture [Barenblatt, 1959]. Cette méthode a l'avantage de palier certaines déficiences de l'approche en J, comme par exemple la non prise en compte du phénomène de crazing, ou l'obligation de travailler sur des éprouvettes fissurées. Dans le cas des aciers, l'utilisation récente de ce modèle [Siegmund et Brocks, 2000] permet de décorrérer la dissipation plastique de l'énergie de décohesion, utilisée pour faire avancer la fissure. L'avantage de cette méthode est qu'elle est dépendante de la triaxialité et permet ainsi de rendre compte des différences au niveau des énergies de dissipation entre une éprouvette CT (compact tension) très confinée et une éprouvette MT (center cracked panel) moins sous contrainte. Ils montrent clairement le lien qui existe entre la triaxialité (c'est à dire le confinement de l'éprouvette) et l'énergie nécessaire à la propagation.(cf. Figure I.23).

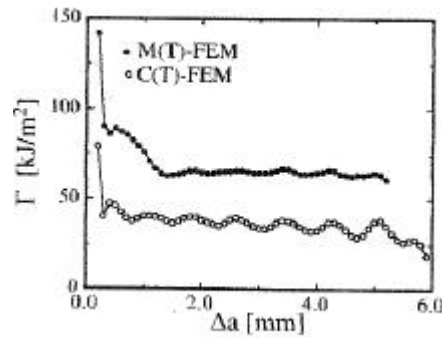


Figure I.23 Taux de dissipation d'énergie en fonction de l'avancée de la fissure pour une éprouvette M(T) et une éprouvette C(T) [Siegmund et Brocks, 2000]

A l'amorçage, l'énergie de dissipation est importante indiquant une certaine ductilité et un faible taux de triaxialité en pointe de fissure. Par contre en cours de propagation, l'énergie de cohésion diminue indiquant une augmentation de la triaxialité, qui sature assez rapidement (cf. Figure I.23).

Dans le cas des matériaux polymères, le modèle de zone cohésive va servir à décrire avec précision le processus de crazing, obtenu très fréquemment pour les polymères vitreux, ainsi que dans les polymères semi-cristallins. Le crazing peut être décrit comme un réseau interpénétré de cavités et de fibrilles. Les fibrilles sont orientées dans la direction perpendiculaire au plan du craze. Ces fibrilles pontent les deux surfaces du craze et permettent donc la transmission de la charge (cf. Figure I.24a,b). D'une manière générale, le crazing se déroule en trois étapes : l'initiation, l'élargissement du craze et la rupture des fibrilles.

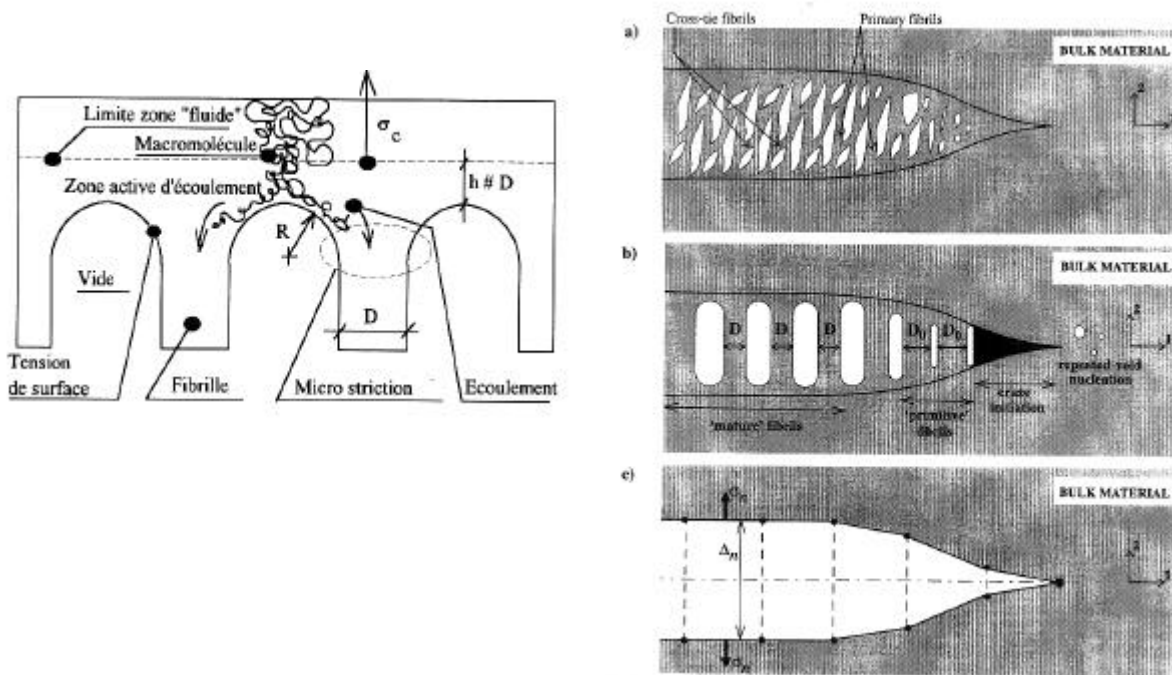


Figure I.24 A gauche : Schéma à l'échelle microscopique d'une zone cohésive, à droite : a. Description d'une structure de crazing supposée, b. Description d'un craze idéalisé [Kramer et Berger, 1990], c. Description d'un craze par la CZM

L'utilisation du modèle de zone cohésive permet de tenir compte de l'endommagement dans les matériaux et de prédire la propagation de fissure. Ce modèle est en théorie capable de prédire

l'évolution de l'endommagement permettant de faire évoluer un matériau sain jusqu'à sa rupture. Les travaux de l'Imperial College de Londres, comme ceux récemment d'Ivankovic [Ivankovic et al, 2004], ont permis de mettre en évidence l'influence de la température, de la vitesse et du confinement en pointe de fissure sur les résultats de propagation de fissure. Leurs travaux se font notamment sur du polyéthylène. Sur une éprouvette fissurée, ils suivent l'évolution de l'ouverture de fissure en fonction du chargement appliqué (cf. Figure I.25). Les photos prises en cours de déformation montrent le processus de crazing et d'endommagement dans la zone sous contrainte.

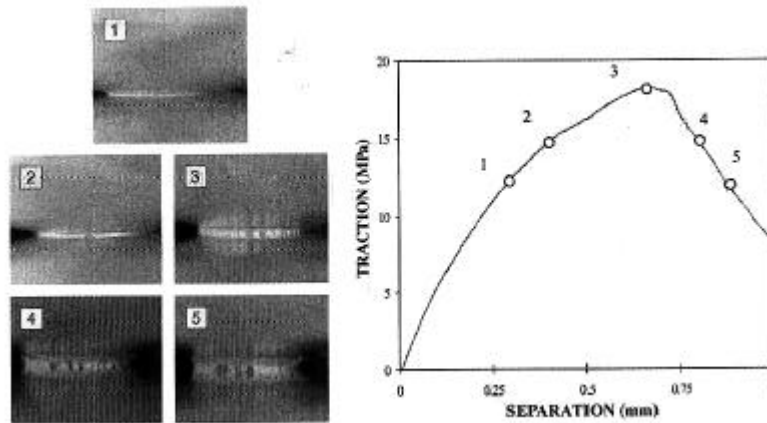


Figure I.25 Evolution de la zone endommagée pour du PE, courbe de traction-séparation [Ivankovic et al, 2004]

De nombreux travaux de Van der Giessen et ses collaborateurs ont été publiés récemment sur les polymères vitreux. On peut citer par exemple ceux de [Estevez et al, 2000], [Tijssens et al, 2000a,b], [Socrate et al, 2001] qui se basent sur une surface de cohésion modélisant la formation, la propagation et la rupture de crazes.

## C.II.2 Méthode

Par éléments finis, on considère une surface dite cohésive dans laquelle sont placés des éléments d'interface qui vont reproduire un comportement non-linéaire (suivant une relation de traction-séparation). Il est possible de reproduire ainsi les processus microscopiques complexes permettant de mener à la séparation de deux surfaces. La perte de cohésion ainsi que la formation et la propagation de crazes se font par des retards progressifs de traction des interfaces. La relation de traction-séparation inclut une force de cohésion et une énergie à rupture. Quand ces deux critères sont remplis, la décohésion se produit et le craze se forme et propage le long des éléments de l'interface [Gearing et Anand, 2004b].

La méthode se base sur un essai de traction d'une éprouvette fissurée. On obtient une courbe dite de traction-séparation, où en ordonnée est tracée la force nécessaire à déformer l'éprouvette et en abscisse le déplacement de part et d'autre de l'entaille appelé séparation (cf. Figure I.26).



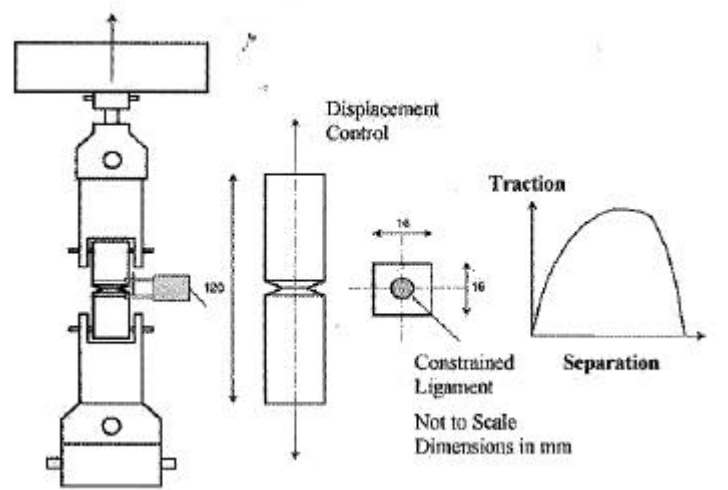


Figure 1.26 Technique expérimentale de détermination de la courbe traction-séparation [Ivankovic et al, 2004]

Les travaux menés à l'Imperial college sur le polyéthylène de différentes densités indiquent que pour prédire un comportement correct du matériau en propagation, il est nécessaire au préalable d'avoir réalisé une étude assez exhaustive du matériau sous différentes vitesses et différents taux de triaxialité. Ils démontrent qu'en pointe de fissure au fur et à mesure de la propagation, pour rendre compte correctement de l'évolution du chargement et de la vitesse de propagation, une loi en fonction de la triaxialité est indispensable. Dans le cadre de leur étude, le cas du matériau fragile (PE3, cf. Figure 1.27) est le mieux modélisé puisque la triaxialité évolue peu en pointe de fissure, due à une rupture suffisamment rapide. Les ruptures ductiles sont par contre moins bien modélisées (PE1, PE2, cf. Figure 1.27) dû à la non prise en compte par le modèle des phénomènes dissipatifs tels que l'émoussement. D'autres études sur les polymères vitreux comme celles présentées ci-après tiennent compte de la triaxialité et permettent de simuler correctement la propagation et la rupture ductile.

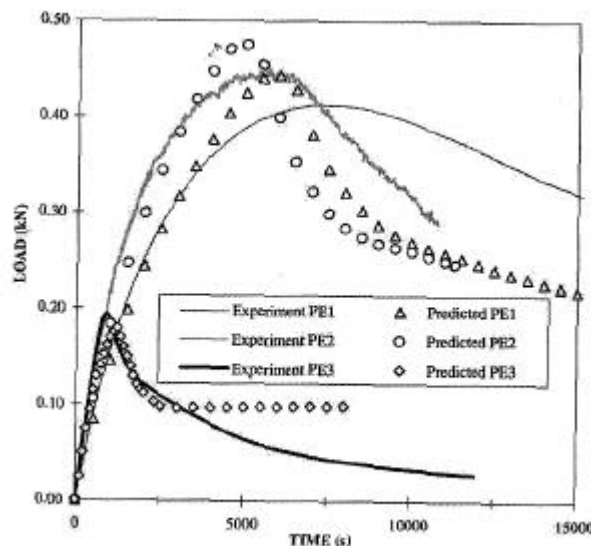


Figure 1.27 Courbes de force-temps expérimentales et simulées : Le PE le plus fragile PE3 est mieux représenté que les PE1 et PE2 plus ductiles [Gearing et Anand, 2004b].

Le modèle de zone cohésive est principalement utilisé dans le cas des polymères amorphes vitreux pour modéliser la compétition entre le cisaillement et le crazing [Estevez et al, 2000]. Le cisaillement

est un mécanisme de déformation plastique sous forme de bandes, directement lié à l'adoucissement du matériau. Une fois la déformation localisée, le matériau peut subir un rhéo-durcissement lié à une orientation des molécules de polymères. Cela mène à davantage de bandes de cisaillement. Le crazing est lié à la formation de porosités en pointe de fissure dues à une forte contrainte hydrostatique. Dans un premier temps, ces cavités ne coalescent pas grâce à une résistance accrue des fibrilles (la craquelure peut s'élargir sans propager). Au delà d'une certaine déformation critique (ou contrainte de crazing critique), les fibrilles cèdent et forment ainsi une micro-craquelure qui se propage. De nombreux auteurs ont cherché à identifier ces deux mécanismes [Kambour, 1973], [Haward et Owen, 1973], pour ensuite essayer de modéliser la rupture dans les polymères vitreux [Williams, 1984], [Boyce et al, 1988]. Quand le crazing est le phénomène dominant, on considère que la rupture qui suivra sera fragile. En revanche, la rupture ductile des polymères vitreux serait toujours précédée de cisaillement, impliquant de grandes déformations [Kambour, 1973]. Cependant les deux phénomènes ne sont pas aussi indépendants l'un de l'autre.

### C.II.3 Exemples : travaux de Van der Giessen et al

On va s'intéresser pour exemple aux travaux d'Estevez, [Estevez et al, 2000]. Le modèle se base sur les travaux de Boyce [Boyce et al, 1988], repris par Lai et Van der Giessen [Lai et Van der Giessen, 1997]. Cette étude a l'avantage de tenir compte de la triaxialité, ainsi que de l'adoucissement suivi du rhéodurcissement des fibrilles. Ces deux phénomènes étant également observés dans le PVDF, on cherchera à regarder l'apport de ce type de modélisation. Le crazing dans ce modèle est décrit par le modèle de zone cohésive, et l'interaction entre la plasticité et le crazing est proposée.

Brièvement, une description du modèle est indiquée afin d'expliquer de quelle manière l'adoucissement du matériau et le rhoéodurcissement sont pris en compte.

Le taux de déformation plastique est donné par l'équation de viscoplasticité telle que :

$$\underline{\dot{\mathbf{e}}}^p = \frac{\underline{\dot{\mathbf{g}}}_{eq}^p}{\underline{\mathbf{t}}_{eq} \sqrt{2}} \underline{\underline{\mathbf{S}}}^{-dev}, \text{ où la contrainte de cisaillement équivalente est } \underline{\mathbf{t}}_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2} \underline{\underline{\mathbf{S}}}^{-dev} : \underline{\underline{\mathbf{S}}}^{-dev}}$$

$\underline{\underline{\mathbf{S}}}^{-dev}$  est la partie déviatorique de la contrainte. La contrainte est définie par  $\underline{\underline{\mathbf{S}}} = \underline{\underline{\mathbf{s}}} - \underline{\underline{\mathbf{b}}}$ , où  $\underline{\underline{\mathbf{b}}}$  est la contrainte interne due au rhéodurcissement induit par les fibrilles.

Le taux de cisaillement plastique équivalent suit la formule de Argon [Argon, 1973] telle que (5) :

$$\underline{\dot{\mathbf{g}}}_{eq}^p = \underline{\dot{\mathbf{g}}}_0 \exp \left[ -\frac{As_0}{T} \left\{ 1 - \left( \frac{\underline{\mathbf{t}}_{eq}}{s_0} \right)^{\frac{5}{6}} \right\} \right] \quad (5)$$

où  $\underline{\dot{\mathbf{g}}}_0$  et A sont des paramètres matériaux et T est la température absolue. Cette équation est modifiée en écrivant  $s + ap$  à la place de  $s_0$  afin de tenir compte de la dépendance face à la pression et face à l'adoucissement par déformation plastique. a est le paramètre de dépendance à la pression p définie par  $-p = \frac{1}{3} tr \underline{\underline{\mathbf{S}}}$ .

Initialement  $s$  est égale à  $s_0$  mais évolue avec la déformation plastique telle que (6) :

$$\dot{s} = h \left( 1 - \frac{s}{s_{ss}} \right) \dot{\underline{\underline{\mathbf{g}}}}_{eq}^p \quad (6)$$

La valeur de  $s$  à saturation est notée  $s_{ss}$ , et  $h$  contrôle le taux d'adoucissement du matériau.

Ainsi la dissipation plastique par unité de volume est donné par  $\underline{\underline{\underline{\mathbf{s}}}}^{dev} \cdot \underline{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}^p = \sqrt{2} \underline{\underline{\underline{\mathbf{t}}}}_{eq} \dot{\underline{\underline{\underline{\mathbf{g}}}}}_{eq}^p$ .

Ils traitent le cas d'une fissure ayant un rayon en fond d'entaille connu, la plasticité et le crazing sont supposés être confinés autour de la pointe de la fissure. L'étude porte essentiellement sur l'influence de différents paramètres sur la compétition entre le cisaillement et le crazing. Elle permet notamment de montrer l'importance du chargement appliqué sur l'apparition du crazing. L'ouverture plus ou moins importante de la fissure permet de rendre compte de la réponse viscoplastique de la matrice entourant la fissure. Le modèle permet de montrer que la résistance du matériau à la fissuration dépend en grande partie du taux d'énergie dissipée par la plasticité. La compétition entre les deux mécanismes se fait essentiellement avant la rupture des fibrilles. Ainsi, la propagation instable sera déterminée par la quantité de déformation viscoplastique qui se sera développée avant la rupture des fibrilles étirées. Le modèle permet de rendre compte également de la localisation du crazing. Quand le crazing est le phénomène dominant, la rupture des fibrilles correspond à l'endroit de l'initiation du craze. Cela peut être soit en pointe de fissure, soit à l'intersection de deux bandes de cisaillement. Par contre quand la plasticité s'est beaucoup développée pendant l'élargissement du craze, la rupture des fibrilles peut avoir lieu sur une zone différente de l'amorçage du craze.

Suivant la sensibilité du matériau au crazing, on aura plus ou moins cet endommagement en pointe de fissure ou légèrement en avant de la pointe de la fissure. Les polymères vitreux étant sensibles à ce type d'endommagement, une largeur critique de craze est souvent le paramètre utilisé pour qualifier la résistance de ce type de matériau. Signalons simplement qu'il manque pour l'instant à ces travaux une validation expérimentale notamment sur structure.

### ***C.III Modèle avec prise en compte de la cavitation et utilisation d'une forme modifiée du modèle de Gurson***

#### **C.III.1 Prise en compte de la cavitation dans les modèles micromécaniques**

Dans le cas des matériaux métalliques, de nombreuses études ont été effectuées sur les matériaux comportant un taux de porosité initial, notamment dans le cadre de la plasticité des métaux. McClintock [McClintock, 1968] a étudié le comportement d'une cavité cylindrique dans une matrice infinie et a trouvé une dépendance de la croissance des cavités avec la contrainte. Rice et Tracey [Rice et Tracey, 1969] ont considéré une cavité sphérique dans une matrice infinie et ont trouvé la même dépendance. Gurson [Gurson, 1977] a proposé un modèle pour une matrice rigide parfaitement plastique contenant des cavités. Ce modèle a été très utilisé dans le cas des matériaux métalliques. Le modèle de Gurson dans sa forme initiale suppose un taux de cavités faible, un comportement rigide parfaitement plastique et des cavités qui restent à peu près sphériques avec la déformation. Tvergaard [Tvergaard, 1981] a proposé une modification du modèle de Gurson avec par exemple une possible interaction entre les cavités. On reviendra en détails dans le chapitre IV sur le modèle de Gurson et sur son évolution.

Cependant dans le cas des matériaux polymères, la déformation élastique peut être assez importante, tout comme le taux de porosité. De plus la sphéricité des cavités est loin d'être assurée tout comme l'isotropie de la déformation. Des auteurs tels que Steenbrink et al [Steenbrink et al, 1997] ont proposé

de tenir compte de l'élasticité en modifiant le modèle de Gurson. D'autres comme Lazzeri et Bucknall [Lazzeri et Bucknall, 1993] ont pris en compte la dépendance par rapport à la pression.

De plus, des précautions sont à prendre également dans le transfert des modèles des métaux vers les polymères, notamment les polymères vitreux. En effet, les métaux sont connus pour avoir un écrouissage durcissant juste après l'écoulement alors que dans les polymères, un adoucissement suit l'écoulement, et ensuite un renforcement du matériau intervient. Ce phénomène adoucissant n'est pas pris en compte dans les modèles classiques des matériaux métalliques.

On va s'intéresser dans un premier temps au modèle développé essentiellement au Massachusetts Institute of Technology (MIT) par l'équipe de Boyce, qui traite le cas de la cavitation dans les polymères vitreux. Son modèle a l'avantage notamment de tenir compte de l'effet de la température, de la vitesse et des effets adoucissants-rhéodurcissants présents dans les polymères. On verra ensuite les travaux de Steenbrink qui compare par calcul de cellule le modèle de Boyce avec le modèle de Gurson modifié pour être adapté au comportement des polymères.

### C.III.2 Exemple de modèles adaptés aux polymères vitreux

#### C.III.2.a Modèle de Boyce

Le PVDF étudié dans cette thèse a la particularité d'avoir été extrudé sans plastifiant. Cela a pour conséquence la formation d'une porosité intrinsèque importante. Le PVDF est connu pour subir un endommagement sous forme de cavitation [Castagnet, 1998]. Dans le cas des matériaux métalliques, des modèles de type GTN ont été beaucoup employés pour décrire l'endommagement sous la forme d'une croissance de cavités. Pour les matériaux polymères, peu d'études se sont intéressées réellement à ce type d'endommagement. Pour les polymères vitreux renforcés choc, comme par exemple dans le PMMA, des études ont été menées et notamment par Boyce, pour simuler la croissance de cavités autour des particules d'élastomères servant de renfort. On va s'intéresser un peu plus en détails au modèle développé par Boyce et ses collaborateurs [Danielsson et al, 2002]. Bien que ces polymères vitreux renforcés choc aient un comportement différent des polymères semi-cristallins, l'étude d'un modèle tenant compte d'un adoucissement par croissance de cavités et d'un rhéodurcissement issu des fibrilles est intéressante, puisque les mêmes phénomènes ont été observés dans les semi-cristallins.

Ce modèle est basé sur la constatation expérimentale qu'après l'écoulement, la contrainte vraie chute avec la déformation témoignant d'une déformation inhomogène (formation de bandes de cisaillement). Pour de plus larges déformations, le matériau se durcit. Argon [Argon, 1973] a été le premier à développer un modèle micromécanique permettant de décrire l'effet de la vitesse de déformation sur la résistance des chaînes et à associer le rhéodurcissement à une résistance entropique face à l'alignement des molécules de polymères. Le modèle est repris par Boyce [Boyce et al, 1988] afin de représenter la déformation inélastique de polymères vitreux. Les effets de la température, de la vitesse, de la pression, de l'adoucissement et du rhéodurcissement sont pris en compte dans ce modèle.

Une étude à partir de ce modèle s'est focalisée sur la déformation de polycarbonate renforcé choc par des particules d'élastomères [Danielsson et al, 2002]. Les cas de chargements uniaxiaux, biaxiaux, sous déformation plane et en cisaillement sont traités. L'apparition de cavités se fait dans les particules d'élastomère. Les auteurs font varier dans le calcul le taux initial de cavités afin de regarder son influence sur le taux d'étirement du matériau, ainsi que sur l'adoucissement. L'introduction de cavités a comme conséquence de diminuer la chute de charge obtenue après la force maximale (*cf. Figure I.28a*). Dans l'homo-polymère (i.e. le polycarbonate sans particules d'élastomère), la localisation de la déformation se fait en un seul endroit au même instant. En revanche dans le polymère renforcé, la localisation de la déformation se fait à différents instants (différents taux de déformation locale), ce qui a comme conséquence de diminuer son effet. En ce qui concerne le rhéodurcissement, le modèle

montre que la déformation plastique se fait dans les ligaments entre les particules. Comme les bandes de cisaillement subissent le rhéodurcissement, le matériau entourant ces bandes peut s'écouler, à la manière d'une striction stable. Comme l'écoulement plastique se propage de part et d'autre des bandes de cisaillement, l'augmentation de volume de la matrice est compensée par cet écoulement.

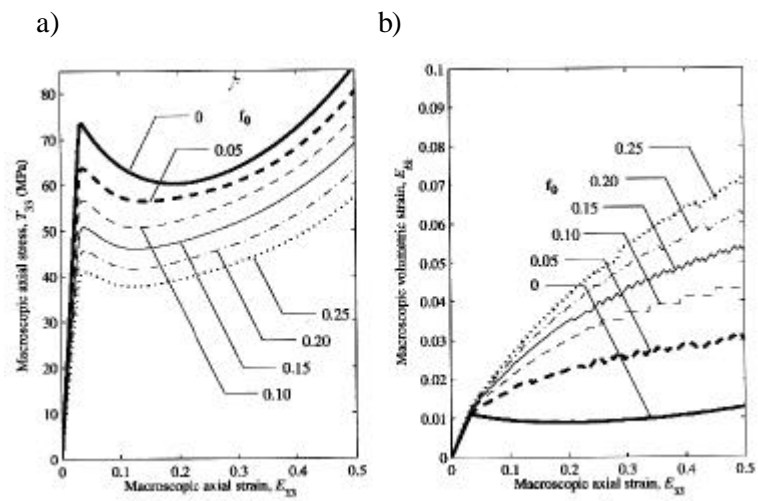


Figure I.28 Evolution de la contrainte macroscopique (a) et de la déformation volumique (b) pour différents taux de porosités initiaux [Danielsson et al, 2002]

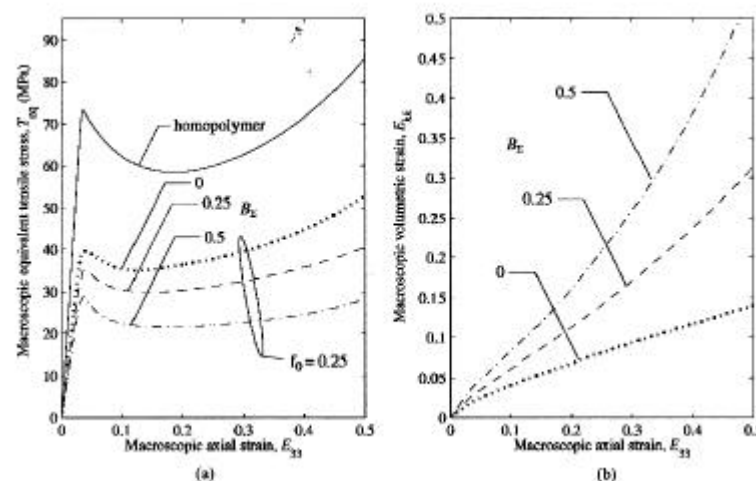


Figure I.29 Evolution de la contrainte macroscopique et la déformation volumique pour différents rapports de biaxialité  $B_z = T_{22} / T_{33}$  [Danielsson et al, 2002]

Cela sera d'autant plus vrai que la fraction volumique de cavités sera faible. Ainsi, ils montrent que plus le taux initial de cavités est élevé, plus le rhéodurcissement est faible. Des calculs réalisés à différentes valeurs de biaxialité ont montré également que plus ce taux était élevé et plus le rhéodurcissement était limité. Des calculs de variation volumique ont montré un résultat déjà connu qui indique que la déformation volumique est plus importante pour un essai biaxial que pour un essai uniaxial (cf. Figure I.29). Les calculs ont également permis de déterminer la contrainte hydrostatique sous les différentes conditions de chargement. Ce paramètre est fondamental pour approcher des résultats de résistance de ces matériaux à la fissuration. L'étude suivant différents niveaux de contrainte permet ainsi d'évaluer en pointe de fissure la contrainte hydrostatique menant à la rupture fragile par crazing.

Ainsi le modèle permet de rendre compte de l'endommagement créé pour différents taux de porosités et pour différents états de contrainte. Le but de cette étude était de comprendre l'influence du taux de particules sur la déformation globale du matériau. Le modèle permet d'accéder aux contraintes hydrostatiques locales, qui pourront être un indicateur du risque de rupture fragile.

### C.III.2.b Adaptation du modèle de Gurson aux polymères vitreux : Modèle de Steenbrink

Toujours dans le cadre des polymères vitreux renforcés avec des particules d'élastomères, des auteurs tels que Steenbrink [Steenbrink et al, 1997] ont repris le modèle de Boyce pour étudier les mécanismes de déformation des polymères vitreux (déformation plastique par bandes de cisaillement, [Argon 1973]). Il s'avère qu'après un début de cavitation au niveau des renforts, l'influence des particules d'élastomères est négligeable. Etudier le matériau revient à l'assimiler à un polymère vitreux poreux, dans lequel la déformation plastique se localise dans les ligaments entre particules (comme il a été expliqué précédemment dans l'approche de Boyce).

Les travaux de Steenbrink présentés ici sont basés sur des calculs de cellule. Dans un premier temps, le modèle utilisé est celui de Boyce [Boyce et al, 1988] modifié par Wu et Van der Giessen [Wu et Van der Giessen, 1994,1995a,b]. Pour le calcul de cellule, identique aux calculs de Gao et Faleskog sur les métaux [Gao et al, 1998], on considère une cellule unique axisymétrique de volume 1. Dans ce volume, on place une cavité. Son rayon est déterminé afin que le volume de cette cavité corresponde au pourcentage initial de porosités. Ainsi avec  $h_0$ , la hauteur de la cellule,  $b_0$  son diamètre et  $a_0$  le rayon de la sphère, le taux initial de porosités se définit comme (7) :

$$f_0 = \frac{2}{3} \frac{a_0^3}{(b_0^2 h_0)} \quad (7)$$

Nous reviendrons en détails sur les calculs de cellule dans le chapitre IV.

Les calculs vont être effectués avec deux taux de porosités différents afin de rendre compte éventuellement de l'interaction possible entre les cavités. Les calculs de cellule permettent de faire varier la triaxialité et de comparer la réponse du matériau face à ce changement de contrainte.

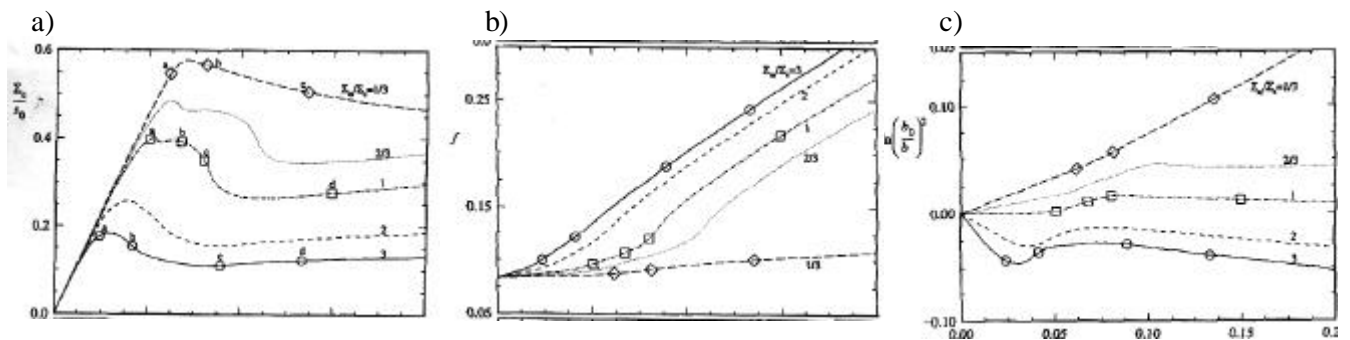


Figure I.30 Réponse du modèle pour différentes triaxialités en fonction de la déformation effective  $E_e$ . a. Contrainte macroscopique, b. Evolution de la fraction volumique de vides, c. Evolution de la déformation surfacique [Steenbrink et al, 1997]

Leur étude permet de montrer des résultats intéressants quant aux modes de déformation de polymères vitreux poreux. Aux faibles taux de triaxialité, on observe que la déformation plastique se localise très tôt dans une bande de cisaillement situé à  $45^\circ$  par rapport à l'équateur de la cavité (cf. Figure I.31).

La localisation de la plasticité ainsi située va créer un allongement de la cavité. Pour des triaxialités plus importantes, la localisation de la déformation par bandes de cisaillement se produit pour un angle

de  $-30^\circ$ . Cela conduit à une déformation plus localisée et donc à une chute de contrainte équivalente plus marquée. De la même façon, cela conduit à une croissance plus importante des cavités (cf. Figure I.31).

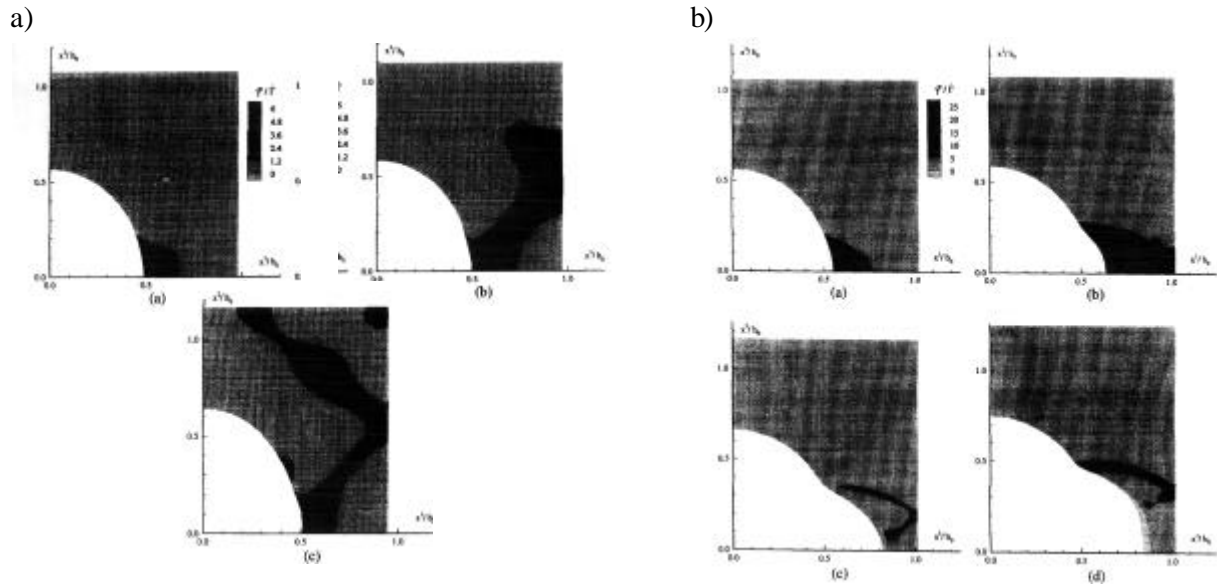


Figure I.31 Evolution de la porosité pour (a)  $\Sigma_m / \Sigma_e = 1/3$  et (b)  $\Sigma_m / \Sigma_e = 3$ . [Steenbrink et al, 1997]

Il est à signaler que la largeur des bandes de cisaillement est liée au raffinement du maillage. L'influence du taux de porosité se fait ressentir essentiellement pour les valeurs de triaxialité importantes, c'est à dire un cas pratique serait en pointe de fissure. Au début de la déformation, les bandes de cisaillement sont confinées très près de la cavité, puis quand la déformation plastique augmente, elle se propage aussi bien dans la direction principale de sollicitation que dans la direction latérale. Il devient alors évident que l'interaction entre cavités fera évoluer leur taux de manière différente par rapport à des porosités n'ayant aucune interaction entre elles.

Une deuxième partie de l'étude vise à utiliser une forme modifiée du modèle de Gurson. Toujours avec des calculs de cellule, une comparaison est effectuée entre ce modèle et le modèle de Boyce modifié par Wu et van der Giessen. Le modèle de Gurson modifié est issu des travaux de Becker et Needleman [Becker et Needleman, 1986] qui ont proposé une formulation viscoplastique du modèle.

Le critère est introduit de la façon suivante (8) :

$$\Phi = \frac{1}{2} \frac{\underline{\underline{\mathbf{S}}}^{dev} : \underline{\underline{\mathbf{S}}}^{dev}}{\underline{\underline{\mathbf{t}}}_{eq}^2} + 2q_1 f \cosh\left(\frac{\sqrt{3}}{6} q_2 \frac{tr(\underline{\underline{\mathbf{S}}})}{\underline{\underline{\mathbf{t}}}_{eq}}\right) - [1 + (q_1 f)^2] = 0 \quad (8)$$

$f$  étant la fraction volumique de cavité,  $q_1$  et  $q_2$  les paramètres introduit par Tvergaard [Tvergaard, 1981, 1982] afin de tenir compte de l'interaction entre les cavités. Le potentiel est ici formulé avec la contrainte effective de cisaillement (et non avec la contrainte effective de Mises).

Le taux de déformation plastique s'exprime par (9) :

$$\underline{\underline{\dot{\mathbf{e}}}}^p = \dot{\Lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \underline{\underline{\mathbf{S}}}^{dev}} \quad (9)$$

où  $\dot{\Lambda}$  est obtenue à partir de la condition que le taux de travail plastique pour les matériaux poreux.

$\underline{\underline{\mathbf{s}}} : \underline{\underline{\dot{\mathbf{e}}}}_p$  est égale à la dissipation dans la matrice telle que (10) :

$$\underline{\underline{\mathbf{s}}} : \underline{\underline{\dot{\mathbf{e}}}}_p = (1-f)\sqrt{2}\mathbf{t}_{eq}\dot{\mathbf{g}}_{eq}^p \quad (10)$$

$\dot{\mathbf{g}}_{eq}^p$  est une fonction de t comme défini dans le modèle de Boyce c'est à dire (11) :

$$\dot{\mathbf{g}}_{eq}^p = \dot{\mathbf{g}}_0 \exp \left[ -\frac{As_0}{T} \left( 1 - \frac{\mathbf{t}_{eq}}{s_0} \right)^{\frac{5}{6}} \right] \quad (11)$$

Dans les métaux, la déformation élastique étant négligeable par rapport à la déformation plastique, le modèle initial de Gurson ne tient pas compte de son influence sur le potentiel d'écoulement. Cependant pour les polymères vitreux étudiés dans ce cas-ci, une modification de la contrainte moyenne est proposée par Steenbrink telle que (12) :

$$\Phi = \frac{1}{2} \frac{\underline{\underline{\mathbf{s}}}^{dev} : \underline{\underline{\mathbf{s}}}^{dev}}{\mathbf{t}_{eq}^2} + 2q_1 f \cosh \left( e \ln \left[ 1 + \frac{1}{e} \frac{\sqrt{3} \mathbf{s}_m}{2 \mathbf{t}_{eq}} \right] \right) - [1 + (q_{1f})^2] = 0 \quad (12)$$

La correction pour tenir compte de l'élasticité est prise en compte par le paramètre  $e$  défini par

$$e = \ln \left( \frac{\mathbf{t}_{eq}}{E} \right).$$

L'évolution de  $f$  due à la croissance des cavités durant la déformation est gouvernée par l'équation d'évolution suivante (13) :

$$\dot{f} = (1-f)tr\underline{\underline{\dot{\mathbf{e}}}}^p + \dot{f}^e \quad (13)$$

Ici la dilatation élastique  $f^e$  est estimée à partir des équations de Lamé. Sa dérivée s'exprime alors

$$\text{comme : } \dot{f}^e = f_0 \frac{3\dot{\mathbf{s}}_m}{4G} \text{ où } G \text{ est le module de cisaillement. } \mathbf{s}_m = \frac{1}{3}tr(\underline{\underline{\mathbf{s}}})$$

Par calculs de cellule, une comparaison entre les deux modèles est effectuée (cf. Figure I.32). Tout d'abord, la comparaison est faite en ne considérant ni l'adoucissement, ni le rhéo-durcissement mais uniquement les contraintes équivalentes d'écoulement. Les résultats indiquent que la meilleure correspondance entre les deux modèles se fait pour les plus grandes triaxialités. Une comparaison plus

complète est effectuée en tenant compte de la courbe totale  $\frac{\Sigma_e}{s_0} = f(E_e)$ .  $\Sigma_e$  est la contrainte de

Mises effective homogénéisée.



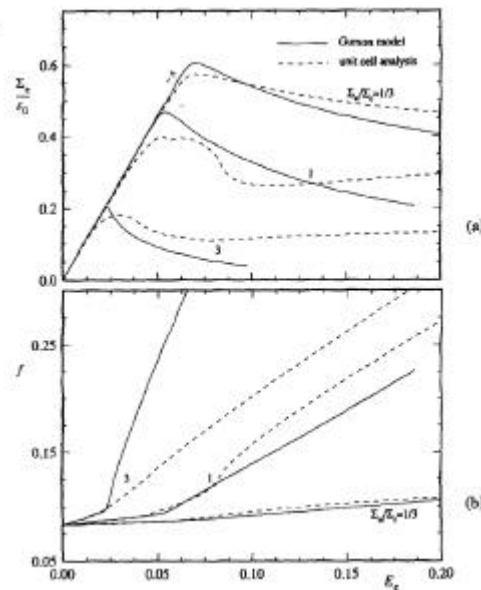


Figure I.32 Comparaison entre les prédictions basées sur le modèle de Gurson et les calculs de cellule pour différentes triaxialités

Les résultats indiquent que pour différents taux de triaxialité et différents taux de porosités, la contrainte d'écoulement est bien retranscrite. En revanche, pour les fortes triaxialités, l'adoucissement dû à la croissance de cavités est surestimé. Cela s'explique par le fait que la croissance de cavités se produit dans la zone de localisation de l'écoulement dans le ligament. Or dans le modèle de Gurson, le potentiel se base sur un écoulement symétrique tout autour de la cavité. Ici, la localisation forcée de l'écoulement augmente de façon excessive la croissance des cavités.

Ainsi la comparaison entre les deux modèles indique clairement que le modèle de Boyce tient bien compte de tous les mécanismes de déformation des polymères vitreux poreux. Le modèle modifié ici de Gurson a encore quelques lacunes, notamment par la non prise en compte de l'effet de la température. Cependant, il permet déjà d'approcher assez bien les mécanismes de localisation de la déformation pour les polymères vitreux. Le travail présenté dans cette thèse va montrer un autre type de modification apporté au modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman.

### Conclusion

A travers cette présentation non exhaustive des modèles, on met en évidence que diverses approches existent. La multitude des paramètres dont il faut tenir compte oblige à restreindre l'analyse à des conditions quelquefois restrictives, comme par exemple à une température et une vitesse données. A partir de ces modèles et de la réalité physique des processus de déformation du PVDF, on va choisir de se baser sur la bonne représentation de l'endommagement d'un polymère semi-cristallin au dessus de sa température de transition vitreuse. On verra la validité de notre modèle aux chapitres IV et V, ses limites également, ainsi que les paramètres pouvant expliquer la rupture.

- [**Abe et Kakizaki, 1985**] : Y. Abe, M. Kakizaki, Mechanical relaxation of poly (vinylidene fluoride) and copolymer of vinylidene fluoride and tetrafluoroethylene in  $\alpha$  and  $\beta$  relaxation regions, Japanese journal of applied physics, 1985, 24, n°2, p. 208-213
- [**Adam et Gibbs, 1965**] : G. Adam and J.H. Gibbs, On the temperature dependence of cooperative relaxation properties in glass-forming liquids, Journal of chemical physics, 1965, 43, p. 139-146
- [**Amodeo et Lee, 1992**] : J. Amodeo, D. Lee, Modelling the uniaxial rate temperature dependent behaviour of amorphous and semicrystalline polymers, Polymer engineering and science, 1992, 32, n°16, p.1055-1065
- [**Argon, 1973**] : A.S. Argon, A theory for the low-temperature plastic deformation of glassy polymers, Philosophical magazine, 1973, 28, p. 839-865
- [**Arias et al, 2003**] : M.L. Arias, P.M. Frontini, R.J.J. Williams, Analysis of the damage zone around the crack tip for two rubber modified epoxy matrices exhibiting different toughenability, Polymer, 2003, 44, p. 1537-1546
- [**Arruda et Boyce, 1993**] : E. M. Aruda, M.C. Boyce, Evolution of plastic anisotropy in amorphous polymers during finite straining, International journal of plasticity, 1993, 9, p 697-720
- [**ASTM, 1989**] : ASTM E813-89, Standard test method for JIC, a measure of fracture toughness, 1989 Annual Book of ASTM, Vol 03.01, American Society for Testing Materials
- [**Bahadur, 1973**] : S. Bahadur, Strain hardening equation and the prediction of tensile strength of rolled polymers, Polymer engineering and science, 1973, 13, p. 266-272
- [**Bakker, 1983**] : A. Bakker, Case studies on the determination of applied J-values, in : Elastic-plastic fracture mechanics, ed. L.H. Larsson, ISPRA, 1983, p. 55-83
- [**Barenblatt, 1959**] : G.I. Barenblatt, The formation of equilibrium cracks during brittle fracture : general ideas and hypothesis, axially symmetric cracks, Applied mathematics and mechanics, 1959, 23, p. 622-636
- [**Bassani et al, 1988**] : J.L. Bassani, N. Brown, X. Lu, J-integral correlation of the initiation of slow crack growth in linear PE, International journal of fracture, 1988, 38, p. 43-59
- [**Becker et Needleman, 1986**] : R. Becker, A. Needleman, Effect of yield surface curvature on necking and failure in porous plastic solids, Journal of applied mechanics, 1986, 53, p. 491-499
- [**Boyce, 1986**] : M.C. Boyce, PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, Mass, (1986)
- [**Boyce et al, 1988**] : M.C. Boyce, D.M. Parks, A.S. Argon, Large inelastic deformation of glassy polymers. Part I : rate dependent constitutive model, Mechanics of materials, 1988, 7, p. 15-33
- [**Brocks et al, 1991**] : W. Brocks, G. Künecke, T. Steiger, BAM research report N°1.01 91/3 (BAM, Berlin, 1991]
- [**Cangémi et Meimon, 2001**] : L. Cangémi, Y. Meimon, A two-phase model for the mechanical behavior of semi-crystalline polymers, Oil & gas science and technology – Rev. IFP, 2001, 56, 6, p. 555-580
- [**Castagnet, 1998**] : S. Castagnet, Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux, Thèse, Université de Poitiers, 1998

[**Chan et Williams, 1983**] : M.K.V. Chan, J.G. Williams, J-integral studies of crack initiation of a tough high density polyethylene, International journal of fracture, 1983, 23, p. 145-159

[**Crouch et Williams, 1987**] : B.A. Crouch, J.G. Williams, Application of a dynamic numerical solution to high speed fracture experiments –II. Results and a thermal blunting model, Engineering fracture mechanics, 1987, 26, p. 553-566

[**Dahoun, 1992**] : A. Dahoun, Comportement plastique et textures de déformation des polymères semi-cristallins en traction uniaxiale et en cisaillement simple, Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1992

[**Dahoun et G'Sell, 1994**] : A. Dahoun, C. G'Sell, Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic deformation, Materials science and engineering A, 1994, 175, p. 183-199

[**Danielsson et al, 2002**] : M. Danielsson, D.M. Parks, M.C. Boyce, Three dimensional micromechanical modeling of voided polymeric materials, Journal of the mechanics and physics of solids, 2002, 50, p. 351-379

[**Dawans et al, 1988**] : F. Dawans, J. Jarrin, J. Hardy, SPE Production engineering, 1988, 387

[**O'Dowd and Shih, 1991**] : N.P. O'Dowd, C.F. Shih, Family of crack-tip field characterized by a triaxiality parameter –I. Structure of field, Journal of the mechanics and physics of solids, 1991, 39, 8, p. 989-1015

[**Drozdov et Gupta, 2003**] : A.D. Drozdov, R. K. Gupta, Constitutive equations in finite viscoplasticity of semicrystalline polymers, International journal of solids and structures, 2003, 40, p. 6217-6243

[**Estevez et al, 2000**] : R. Estevez, M.G.A. Tijssens, E. Van Der Giessen, Modeling of the competition between shear yielding and crazing in glassy polymers, Journal of the mechanics and physics of solids, 2000, 48, p. 2585-2617

[**Eyring, 1936**] : H. Eyring, Viscosity, plasticity and diffusion as examples of absolute reaction rates, Journal of chemical physics, 1936, 4, p. 283-291

[**Ferreiro et al, 2000**] : V. Ferreiro, Y. Pennec, R. Séguéla, G. Coulon, Shear banding in polyamide 6 films as revealed by atomic force microscopy, Polymer, 2000, 41, p. 1561-1569

[**Fond et G'Sell, 2002**] : C. Fond, C. G'Sell, Localisation des déformations et mécanismes d'endommagements dans les polymères multiphasés, Mécanique & industries, 2002, 3, p. 431-438

[**François et al, 1993**] : D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux, Hermès, 1993

[**Friedrich, 1983**] : K. Friedrich, Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics, in : Crazing in polymers, ed. H.H. Kausch, Springer-verlag, 1983, p. 226-271

[**Gao et al, 1998**] : X. Gao, J. Faleskog, C. Fong Shih, Cell model for nonlinear fracture analysis – II. Fracture-process calibration and verification, International journal of fracture, 1998, 89, p. 375-398

[**Gaucher-Miri et Séguéla, 1997**] : V. Gaucher-Miri, R. Séguéla, Tensile yield of PE and related copolymers : mechanical and structural evidences of two thermally activated processes, Macromolecules, 1997, 30, p. 1158-1167

- [**Gearing et Anand, 2004a**] : B.P. Gearing, L. Anand, Notch-sensitive fracture of polycarbonate, International journal of solids and structures, 2004, 41, p. 827-845
- [**Gearing et Anand, 2004b**] : B.P. Gearing, L. Anand, On modeling the deformation and fracture response of glassy polymers due to shear-yielding and crazing, International journal of solids and structures, 2004, 41, p. 3125-3150
- [**Glennon et al, 1997**] : D. Glennon, J.R. Smith, R.T. Nevell, An atomic force microscopy study of the effect of tensile loading and elevated temperature on PVDF from flexible oil pipelines, Journal of materials science, 1997, 32, p. 6227-6234
- [**Glennon et al, 1998**] : D. Glennon, P.A. Cox, R.T. Nevell, T.G. Nevell, J.R. Smith, Molecular organisation in structural PVDF, Journal of materials science, 1998, 33, 14, p. 3511-3517
- [**Gregorio et Cestari, 1994**] : R.J. Gregorio, M. Cestari, Effect of crystallization temperature on the crystalline phase content and morphology of PVDF, Journal of polymer science, Part B, polymer physics, 1994, 32, p. 859-870
- [**Gregorio et Capitaio, 2000**] : R.J. Gregorio, R.C. Capitaio, Morphology and phase transition of high melt temperature crystallised PVDF, Journal of materials science, 2000, 35 (2), p. 299-306
- [**G'Sell et Jonas, 1981**] : C. G'Sell, J.J. Jonas, Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers, Journal of materials science, 1981, 16, p. 1956-1974
- [**Gurson, 1977**] : A.L. Gurson, 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, 1977, 99, p 215
- [**Hasegawa et al, 1972**] : R. Hasegawa, Y. Takahashi, Y. Chatani, H. Tadokoro, Crystal structures of three crystalline forms of PVDF, Polymer journal 1972, 3, n°5, p. 600-610
- [**Hashemi et Williams, 1991**] : S. Hashemi, J.G. Williams, Single and multi-specimen R-curve methods for  $J_{IC}$  determination of toughened nylons, Journal of materials science, 1991, 26, p. 621-630
- [**Haudin, 1982**] : J.M. Haudin, Plastic deformation of semi-crystalline polymers, in : Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline polymers, ed. Escaig B. and G'Sell C., Les Editions de physique, 1982, p. 291-311
- [**Haudin et G'Sell, 1995**] : J.M. Haudin, C. G'Sell, Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semi-cristallins, in : Introduction à la mécanique des polymères, ed. C. G'Sell et J.M. Haudin, INPL, 1995
- [**Haward et Owen, 1973**] : R.N. Haward, D.R.J. Owen, The yielding of a two dimensional void assembly in an organic glass, Journal of materials science, 1973, 8, p 1136-1144
- [**Hellinckx, 1995**] : S. Hellinckx, A quantitative model describing physical ageing in isostatic polypropylenes, Colloid & polymer science, 1995, 273, p. 130-137
- [**Hsu et Geil, 1989**] : T.C. Hsu, P.H. Geil, Deformation and transformation mechanisms of PVDF, Journal of materials science, 1989, 24, p. 1219-1232
- [**Hutchinson, 1968**] : J.W. Hutchinson, Singular behavior at the end of a tensile crack in a hardening material, Journal of the mechanics and physics of solids, 1968, 16, p. 13-31

- [**Ishikawa et al, 1977**] : M. Ishikawa, I. Narisawa, H. Ogawa, Criterion for craze nucleation in PC, Journal of polymer science, Polymer physics ed., 1977, 15, p.1791-1804
- [**Ivankovic et al, 2004**] : A. Ivankovic, K.C. Pandya, J.G. Williams, Crack growth predictions in PE using measured traction-separation curves, Engineering fracture mechanics, 2004, 71, p. 657-668
- [**Kambour, 1973**] : R.P. Kambour, A review of crazing and fracture in thermoplastics, Journal of polymer science, 1973, 7, p. 1-154
- [**Kausch, 1976**] : H.H. Kausch, Energy considerations relating to crack propagation in thermoplastics, Kunststoffe, 1976, 66, p. 538-544
- [**Kramer et Berger, 1990**] : E.J. Kramer, L.L. Berger, Craze growth and fracture, Advances in polymer science, 1990, vol. 91/92., p. 1-68
- [**Lach et al, 2004**] : R. Lach, R. Adhikari, R. Weidisch, T.A. Huy, G.H. Michler, W. Grellmann, K. Knoll, Crack toughness behavior of binary polystyrene-butadiene block copolymer blends, Journal of materials science, 2004, 39, p. 1283-1295
- [**Lai et Van der Giessen, 1997**] : J. Lai, E. Van der Giessen, A numerical study of crack-tip plasticity in glassy polymers, Mechanics of materials, 1997, 25, p. 183-197
- [**Lazzeri et Bucknall, 1993**] : A. Lazzeri, C.B. Bucknall, Dilatational bands in rubber-toughened polymers, Journal of materials science, 1993, 28, p. 6799-6808
- [**Lee et Williams, 1985**] : M.C.H. Lee, M.C. Williams, Application of a new structural theory to polymers, I. Uniaxial in crosslinked rubbers, Journal of polymer science, polymer physics ed., 1985, 23, p. 2243-2271
- [**Lovinger, 1980**] : A.J. Lovinger, Crystallisation and morphology of melt-solidified PVDF, Journal of polymer science : polymer physics ed., 1980, 18, p. 793-809
- [**McClintock, 1968**] : F.A. McClintock, A criterion for ductile fracture by the growth of holes, Journal. of applied mechanics, 1968, june
- [**Maccone et al, 2000**] : P. Maccone, G. Brinati, V. Arcella, Environmental stress cracking of PVDF in sodium hydroxide. Effect of chain regularity, Polymer engineering and science, 2000, 40, p. 761-767
- [**Mai et Cotterell, 1986**] : Y.W. Mai, B. Cotterell, On the essential work of ductile fracture in polymers, International journal of fracture, 1986, 32, p. 105-125
- [**Mai et Powell, 1991**] : Y.W. Mai, P. Powell, Essential work of fracture and J-Integral measurements for ductile polymers, Journal of polymer science, Part B : polymer physics, 1991, 29, p. 785-793
- [**Massa, 1995**] : F. Massa, Nocivité des défauts dans le polyéthylène : critères de rupture, Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995
- [**Nakagawa et Ishida, 1973**] : K. Nakagawa, Y. Ishida, Dielectric relaxations and molecular motions in PVDF with crystal form II, Journal of polymer science, polymer physics ed., 1973, 11, p 1503-1533
- [**Nitta et Takayanagi, 1999**] : K.H. Nitta, M. Takayanagi, Role of tie molecules in the yielding deformation of isostatic polypropylene, Journal of polymer science, Part B : polymer physics, 1999, 37, p. 357-368

- [Osaki et Kotaka, 1981] : S. Osaki, T. Kotaka, Electrical properties of form III poly(vinylidene fluoride), Ferroelectrics, 1981, 32, p. 1-10
- [Peterlin, 1971] : A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, Journal of materials science, 1971, 6, p. 490-508
- [Planas et Elices, 1986] : J. Planas, M. Elices, Towards a measure of  $G_f$  : An analysis of experimental results, in : Fracture toughness and fracture energy of concrete, ed. F.H. Wittman, 1986, p. 381-390
- [Ranaweera et Leckie, 1982] : M.P. Ranaweera, F.A Leckie, J integrals for some crack and notch geometries, International journal of fracture, 1982, 18, p. 3-18
- [Reis et Ferreira, 2003] : J.M.L. Reis, A.J.M. Ferreira, The influence of notch depth on the fracture mechanics properties of polymer concrete, International journal of fracture, 2003, 124, p. 33-42
- [Rice, 1968] : J.R. Rice, Mathematical analysis in the mechanics of fracture, in : Fracture, ed. H. Liebowitz, vol. 2, Academic press, 1968, p. 192-308
- [Rice et Rosengren, 1968] : J.R. Rice, G.F. Rosengren, Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material, Journal of the mechanics and physics of solids, 1968, 16, p. 1-12
- [Rice et Tracey, 1969] : J.R. Rice, D.M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, Journal of the mechanics and physics of solids, . Phys. Solids, 1969, 17, p 201-217
- [Schultz, 1984] : J.M. Schultz, Microstructural aspects of failure in semi-crystalline polymers, Polymer engineering and science, 1984, 24, p. 770-785
- [Siegmond et Brocks, 2000] : T. Siegmond, W. Brocks, A numerical study on the correlation between the work of separation and the dissipation rate in ductile fracture, Engineering fracture mechanics, 2000, 67, p. 139-154
- [Socrate et al, 2001] : S. Socrate, M.C. Boyce, A. Lazzeri, A micromechanical model for multiple crazing in high-impact polystyrene, Mechanics of materials, 2001, 33, p. 155-175
- [Steenbrink et al, 1997] : A.C. Steenbrink, E. Van der Giessen, P.D. Wu, Void growth in glassy polymers, Journal of the mechanics and physics of solids, 1997, 45, p. 405-437
- [Stirling et al, 1993] : C.D. Stirling, V.S.M. Van.Tilburg, N.A. Miller, Cracking of PVDF due to chemical attack, Polymers and polymer composites, 1993, 1, (3), p. 167-174
- [Tada et Paris, 1973] : H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin, The stress analysis of cracks handbook, Del Research Corporation, 1973
- [Tanguy, 2001] : B. Tanguy, Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de la transition, Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001
- [Tijssens et al, 2000a] : M.G.A. Tijssens, E. Van der Giessen, L.J. Sluys, Modelling of crazing using a cohesive surface methodology, Mechanics of materials, 2000, 32, p. 19-35
- [Tijssens et al, 2000b] : M.G.A. Tijssens, E. Van der Giessen, L.J. Sluys, Simulation of mode I crack growth in polymers by crazing, International journal of solids and structures, 2000, 37, p. 7307-7327
- [Tvergaard, 1981] : V. Tvergaard, Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions, International journal of fracture, 1981, 17, p. 389-407

[**Tvergaard, 1982**] : : V. Tvergaard, On localization in ductile materials containing spherical voids, International journal of fracture, 1982, 18, p. 237-252

[**van Dommelen et al, 2003**] : J.A.W. van Dommelen, D. M. Parks, M. C. Boyce, W. A. M. Brekelmans, F. P. T. Baaijens, Micromechanical modelling of the elasto-viscoplastic behavior of semi-crystalline polymers, Journal of the mechanics and physics of solids, 2003, 51, p. 519-541

[**Williams, 1984**] : J.G. Williams, Fracture mechanics of polymers, Ed. Ellis Horwood, 1984

[**Wu et Van der Giessen, 1994**] : P.D. Wu, E. Van der Giessen, Analysis of shear band propagation in amorphous glassy polymers, International Journal of solids and structures, 1994, 31, p 1493-1517

[**Wu et Van der Giessen, 1995**] : P.D. Wu, E. Van der Giessen, On neck propagation in amorphous glassy polymers under plane strain tension, International journal of plasticity, 1995, 11, 211-235

[**Yu et Ullman, 1962**] : Y.F. Yu, R. Ullman, Microscope investigations of extension and fracture in crystalline polymers, Journal of polymer science, 1962, 60, p. 55-64

---

## **Chapitre II**

### **Essais mécaniques sur éprouvettes lisses, entaillées et fissurées**

---

#### Sommaire

<b>Introduction .....</b>	<b>63</b>
<b>A. Matériau.....</b>	<b>63</b>
A.I Conditions d'extrusion des plaques et des tubes.....	63
A.II Géométries des éprouvettes.....	63
A.III Indice de cristallinité pour les différents lots extrudés .....	64
A.IV Mesure du module d'Young vrai à hautes fréquences.....	66
<b>B. Essais de traction sur éprouvettes lisses.....</b>	<b>68</b>
B.I Résultats des essais sur éprouvettes lisses à 20°C.....	68
B.II Résultats des essais sur éprouvettes lisses entre -100°C et 20°C.....	71
B.III Analyses des résultats de comportement.....	74
B.IV Mesure de la déformation volumique .....	78
<b>C. Essais sur éprouvettes entaillées .....</b>	<b>83</b>
C.I Conditions expérimentales.....	83
C.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes AE à 20°C.....	86
C.III Résultats des essais de traction sur AE à -10°C et -50°C.....	90
C.IV Observation macroscopique de l'endommagement lors des essais de traction sur AE.....	92
C.V Conclusion des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées.....	96
<b>D. Essais mécaniques sur éprouvettes fissurées .....</b>	<b>97</b>
D.I Choix de la géométrie d'éprouvettes fissurées en traction.....	97
D.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées.....	100
D.III Essais de flexion sur éprouvettes simplement fissurées.....	109
<b>Conclusion .....</b>	<b>113</b>





## **Introduction**

La mise en place et la réalisation des essais mécaniques sur le PVDF ont concerné une partie importante de la thèse. Le choix du type d'essais a été fait en fonction des sollicitations mécaniques subies en cours d'utilisation dans les gaines. Comme nous l'avons explicité auparavant dans le chapitre d'introduction, le matériau va subir des efforts de traction et des efforts de flexion. Les parties subissant ces efforts ne seront pas que des zones lisses, il y aura aussi des zones présentant des défauts comme les tétons de fluage (cf. défauts avec un rayon de courbure présentés au chapitre Introduction).

Après une présentation du matériau de l'étude seront exposés les essais sur éprouvettes lisses, ainsi que les essais sur éprouvettes plus ou moins entaillées. Les résultats des essais réalisés à 20°C seront d'abord présentés, suivis de ceux effectués à plus basse température, afin de montrer l'influence sur la rigidité du matériau. Les essais de mesure de déformation volumique permettront de montrer l'importance de l'endommagement. Enfin, les essais mécaniques de traction et de flexion sur éprouvettes fissurées seront détaillés pour montrer l'importance du type de géométrie sur le comportement du matériau et sur la rupture.

## **A. Matériau**

### **A.I Conditions d'extrusion des plaques et des tubes**

Le PVDF de l'étude a été fabriqué dans un premier temps sous forme de granulés par le centre Arkéma de Lyon. Il a ensuite été extrudé afin de fabriquer des plaques et des tubes, pour en extraire les éprouvettes. Les conditions d'extrusion sont déterminées afin de garantir un refroidissement le plus homogène possible dans les plaques et les tubes.

Les conditions d'extrusion limitent l'épaisseur maximale des plaques à environ 6 mm. Pour les tubes, l'épaisseur maximale possible est de 11 mm. Cette limite s'explique par l'absence de plastifiant dans le matériau qui rend l'extrusion plus difficile. De plus, une épaisseur plus importante ne permet pas de garantir une homogénéité de refroidissement sur toute l'épaisseur. Suivant la taille des sphérolites souhaitée, les refroidissements se feront plus ou moins lentement, en sachant que plus il sera rapide plus les sphérolites seront petits [Way et al, 1974]. Le choix se fera suivant l'application souhaitée, puisque des sphérolites plus petits permettent d'obtenir une grande ductilité.

### **A.II Géométries des éprouvettes**

Les éprouvettes lisses ont été prélevées dans un premier temps à partir des plaques et dans un second temps à partir des tubes. La géométrie correspond à la norme ASTM D638 M1A (cf. *Figure II.1*). L'épaisseur B est de 6 mm, la largeur W est de 8 mm et la longueur de la zone utile théorique  $L_0$  est de 65 mm. La section utile est ainsi de 48 mm<sup>2</sup>.

Les éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) ont été prélevées à partir des tubes. Etant donné les différences possibles de cristallisation entre la peau et le cœur du tube, on enlève de façon arbitraire 2 mm de chaque côté du tube (interne et externe). Il reste la zone dite de cœur, ayant une microstructure considérée comme homogène [cf. *Chapitre II, A.III*]. Le diamètre en fond d'entaille des éprouvettes est de 4 mm (cf. *Figure II.1*). Le diamètre nominal de la partie lisse est de 7.2 mm. La hauteur de la zone entaillée variera avec le rayon de courbure. La longueur entre congés de l'éprouvette est de 65 mm. Cette longueur est choisie assez grande afin de pouvoir placer un extensomètre dans l'entaille.

Les éprouvettes DENT (Double Edge Notched Tensile specimen), c'est à dire les éprouvettes de traction doublement fissurées, ont été extraites des tubes. La géométrie est identique à celle des éprouvettes lisses, sauf au niveau de la largeur qui passe de 8 mm à 12 mm.

Les éprouvettes de flexion trois points sont également issues des tubes. Leur longueur est de 76 mm, leur largeur de 14 mm et leur épaisseur de 7 mm. On verra en détails dans le paragraphe D.III les spécificités de cette géométrie.

Toutes les éprouvettes ont été prélevées dans la direction d'extrusion des plaques et des tubes.

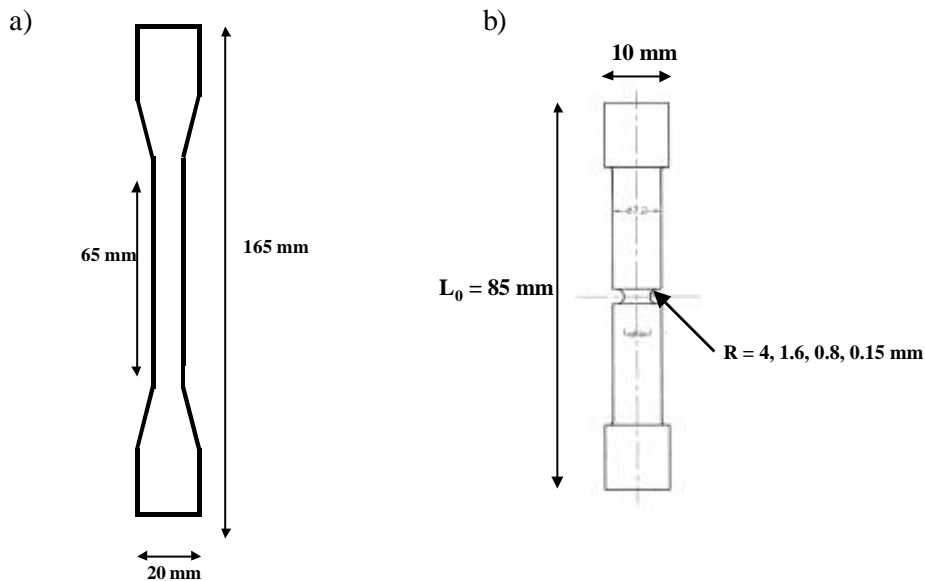


Figure II.1 Géométries des éprouvettes lisses (a) et entaillées (b)

### A.III Indice de cristallinité pour les différents lots extrudés

Dans le cas des éprouvettes extrudées, des conditions strictes de fabrication permettent d'obtenir une taille de sphérolites constante [Lovinger, 1980]. Les conditions de refroidissement sont adaptées pour permettre une vitesse de croissance sphérolitique uniforme dans l'épaisseur des plaques ou des tubes. On a souhaité vérifier par DSC (Differential Scanning Calorimetry) l'homogénéité de la microstructure. Cette méthode physico-chimique permet de mesurer entre autre la température de fusion de la phase cristalline, ainsi que le degré de cristallinité. La fusion est une transition endothermique qui au chauffage fait passer un matériau d'un état solide à un état liquide. L'énergie nécessaire à la fusion est calculée par intégration du pic de flux de chaleur en fonction du temps.

La DSC est un calorimètre qui mesure le flux de chaleur absorbé ou dégagé par un échantillon. Ainsi, un échantillon d'environ 15 mg est prélevé puis placé dans un creuset en aluminium. La mesure se fait par comparaison entre le creuset contenant le PVDF et un creuset vide (cf. Figure II.2a). On détermine ainsi la différence de chaleur à fournir entre les deux creusets (cf. Figure II.2b). L'essai se déroule en deux étapes : tout d'abord un refroidissement de l'échantillon jusqu'à une température prise ici arbitrairement à  $-70^{\circ}\text{C}$  et ensuite une montée en température suivant une rampe fixe. Le taux de cristallinité ainsi que la température de fusion déterminés par cette méthode sont dépendants de la vitesse de chauffe. Elle est prise égale à  $2^{\circ}\text{C}$  par minute, valeur moyenne des vitesses habituellement utilisées. L'étude de l'influence de la vitesse de chauffe n'a pas été réalisée, étant donné que le but de ces mesures était uniquement de montrer d'éventuelles différences entre les lots. Pour toutes les mesures effectuées, les conditions de refroidissement et de chauffe sont ainsi identiques.

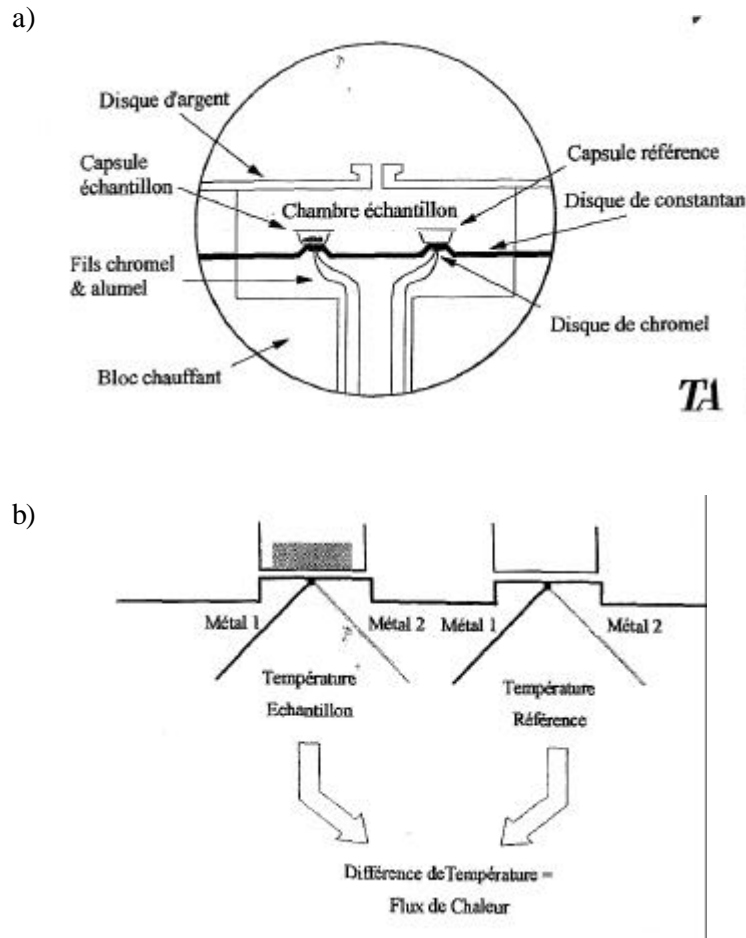


Figure II.2 Descriptif d'une chambre de DSC [Texas-Instrument]

Les mesures sont réalisées en DSC dite classique et en MDSC, c'est à dire en DSC modulée. Cette seconde méthode consiste en une rampe modulée de la montée en température. Cela permet de décomposer le flux de chaleur total en un flux réversible (composante capacité calorifique) et un flux irréversible (composante cinétique). Le flux de chaleur réversible permet de déterminer la température de transition vitreuse, ce qui n'est pas possible avec le flux de chaleur total seul.

On disposait de différents lots de plaques et d'un lot de tube dont on a vérifié l'homogénéité de cristallinité. La température de fusion moyenne obtenue est de 169°C (cf. Figure II.3). Le taux de cristallinité moyen se situe à 47%. Ce pourcentage se calcule de la façon suivante (1) :

$$\% \text{ cristallinité} = 100 \cdot \Delta H_f / \Delta H_{lit} \quad (1)$$

$\Delta H_{lit}$  l'enthalpie de fusion pour le matériau 100% cristallin,  $\Delta H_f$  correspond à l'enthalpie de fusion mesurée par le logiciel telle que (2) :

$$dH = C_p dT \text{ ou } dH / dt = C_p dT / dt \quad (2)$$

avec  $C_p$  la capacité calorifique (J/°C), T la température (°C), H la chaleur (J) et  $dH / dt$  le flux de chaleur (J/min). La valeur de  $\Delta H_{lit}$  est estimée dans la littérature à 104.5 J/g [Maccone et al, 2000].

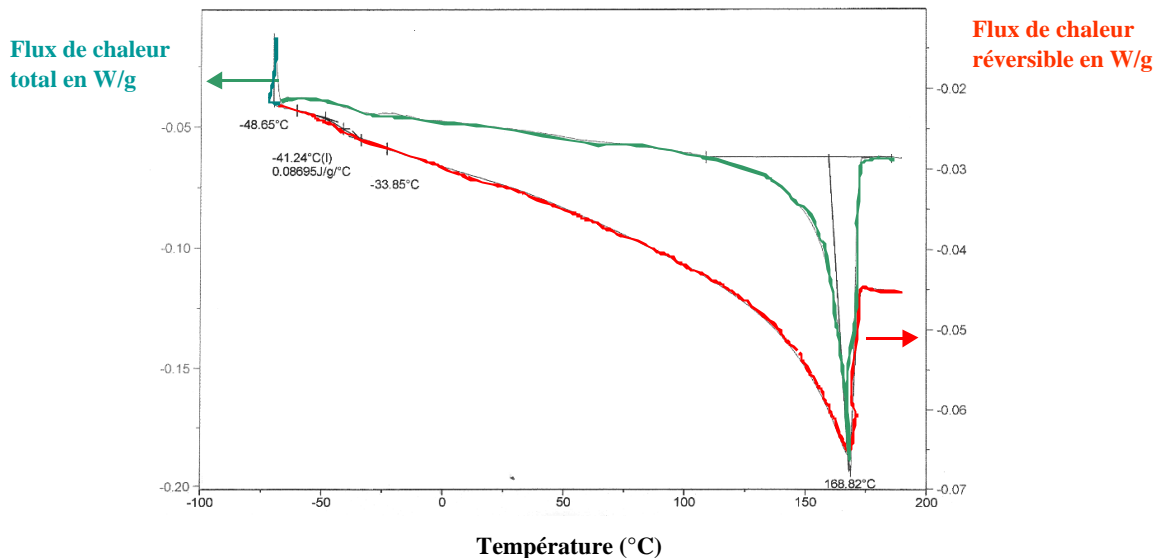


Figure II.3 Thermogramme obtenu en MDSC pour du PVDF non plastifié

Afin de vérifier d'éventuelles différences de cristallinité dans les plaques et tubes, deux autres séries de mesure ont été effectuées. La première série a consisté à vérifier des effets de bords sur les plaques. Ainsi des échantillons sont prélevés sur toute la largeur et les mesures indiquent que la cristallinité est plus faible d'environ 3-4 % sur les bords. Cette zone aurait de toute façon été exclue de l'étude car elle a été fortement compressée en comparaison de la zone centrale. Toutes les éprouvettes seront prélevées en évitant le bord des plaques.

Dans le cas des tubes, des prélèvements en surface externe sont réalisés, en surface interne et en cœur de tube. Une valeur similaire de 47% de cristallinité en cœur et en surface interne est obtenue. En revanche, sur la zone externe, c'est à dire là où le refroidissement est plus rapide, la cristallisation est plus faible, environ 43%. Ces valeurs justifient bien que lors du prélèvement des éprouvettes, il est nécessaire d'enlever 2 mm de chaque côté du tube, afin de prélever un matériau où la cristallisation a été la plus homogène.

La température de transition vitreuse représente la température moyenne de la plage de températures sur laquelle le phénomène de transition vitreuse se produit. Elle s'obtient à partir du flux réversible (cf. Figure II.3, courbe rouge). Un changement de pente caractérise cette transition. On détermine un point haut et un point bas et la température de transition vitreuse est prise comme étant le milieu du segment joignant ces deux points. Concernant le PVDF étudié, la température de transition vitreuse se situe vers -42°C.

#### A.IV Mesure du module d'Young vrai à hautes fréquences

Pour les polymères, la viscosité se manifeste dès les premiers pourcentages de déformation. Obtenir le module d'Young vrai à partir de la pente élastique d'une courbe de traction est alors une méthode discutable. Pour s'affranchir de la viscosité, il est possible de mesurer le module d'Young vrai par la méthode des ultra-sons. Cette technique utilise des sollicitations à hautes fréquences qui permettent de s'affranchir de l'effet de la viscosité. Les ultra-sons ont été précédemment utilisés avec succès sur du HDPE [Massa, 1995]. La méthode se base sur la détermination expérimentale des vitesses des ondes longitudinales et transversales, obtenues par transmission ou réflexion, dans le matériau étudié. Le principe de la méthode et la mise en place expérimentale sont présentés en annexe II.1. Les mesures ont été effectuées au laboratoire Ultra-sons de le SNECMA, Corbeil.

Dans une étuve en atmosphère sèche, des mesures sont réalisées entre 0°C et 55°C (cf. Tableau II.1). Pour les mesures à des températures inférieures à 20°C, de la glace pilée est utilisée pour refroidir l'échantillon. Les mesures débutent à 0°C et ensuite lors de la remontée de la température, le temps entre les deux échos de réflexion est mesuré. Pour les températures comprises entre l'ambiante et 55°C, une étuve est utilisée. La température limite du capteur est de 60°C (température de Curie). A l'aide de la vitesse longitudinale obtenue entre 0°C et 55°C, il est possible de calculer la valeur du module d'Young. Les valeurs suivantes sont obtenues:

T(°C)	0.2	3	7.3	8.6	11.1	15	17.9	21.3	22	30.9	35.4	46.1	50	55
V <sub>L</sub> (ms <sup>-1</sup> )	2171	2159	2105	2094	2060	2015	1981	1940	1922	1848	1831	1764	1731	1684
E (GPa)	4.21	4.17	3.96	3.92	3.79	3.63	3.51	3.36	3.30	3.05	3.00	2.78	2.68	2.53

Tableau II.1 Valeurs des vitesses d'ondes longitudinales et du module d'Young vrai en fonction de la température

Dans le cas par exemple des résultats obtenus à 20°C, les calculs du module d'Young, du coefficient de poisson et du module de cisaillement sont, sachant que  $\rho = 1751 \text{ kgm}^{-3}$  et  $V_T = 834 \text{ m/s}$  et  $V_L = 1943 \text{ m/s}$  :

$$E = \rho V_T^2 \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} = 3.4 \text{ GPa}, \quad \nu = \frac{1}{2} \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} = 0.387, \quad m = \rho V_T^2 = 1.22 \text{ GPa}$$

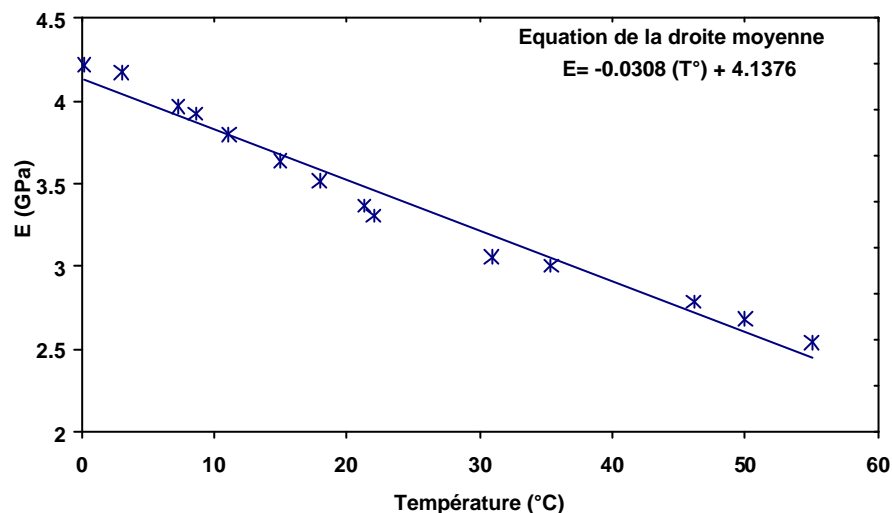


Figure II.4 Evolution du module d'Young du PVDF mesuré par ultra-sons en fonction de la température

Une évolution assez significative du module d'Young est obtenue entre les deux températures extrêmes (cf. Figure II.4). Il est évident que ces valeurs sont supérieures aux valeurs obtenues graphiquement à partir des courbes de traction, où dans ce cas E peut être qualifié de module élastique apparent. Les mesures à hautes fréquences permettent de montrer l'importance de la viscosité. Elles permettent également de rappeler l'importance de la température sur ce paramètre matériau. La valeur de E obtenue par ultra-sons n'a pas été conservée comme telle dans la partie modélisation du comportement, puisque les essais mécaniques sur le matériau seront réalisés à de faibles vitesses. Dans ce cas, le module élastique apparent a été déterminé graphiquement à partir des courbes de traction contrainte-déformation. La détermination du coefficient de Poisson est considérée comme plus

pertinente car il n'a pas été observé de variation significative ni avec la température, ni avec la valeur donnée par Castagnet, mesurée par un système de double extensomètre [Castagnet, 1998]. Ainsi, la valeur du coefficient de Poisson estimée ici à 0.38 sera prise telle que pour la modélisation du comportement.

## **B. Essais de traction sur éprouvettes lisses**

Le grade de PVDF a d'abord été étudié à partir d'essais de traction sur éprouvettes lisses (géométrie donnée en A.II). Les essais ont été effectués sur deux machines Instron, afin de travailler sur un large domaine de vitesse entre 0.0015 mm/s et 15 mm/s. Toutes les vitesses n'ont pas été effectuées pour toutes les températures. Les plus basses vitesses ont été employées pour les températures les plus faibles. Les essais à température ambiante vont être décrits dans un premier temps, pour ensuite regarder l'influence de la température sur les résultats de traction. Le dispositif expérimental relatif aux essais sur éprouvettes lisses est présenté en annexe II.2a.

### **B.I Résultats des essais sur éprouvettes lisses à 20°C**

#### **B.I.1 Détermination de la longueur de la zone utile**

D'après la norme ASTM [ASTM, 2003], la longueur de la zone utile des éprouvettes utilisées est de 65 mm. Afin de vérifier l'exactitude de cette valeur pour le calcul des vitesses de déformation, on utilise l'extensomètre laser. Deux papiers réfléchissants appelés drapeaux sont collés sur l'éprouvette dans la zone de plus faible largeur. Le laser est étalonné de telle façon que 100% corresponde à la distance initiale séparant les deux drapeaux. Ensuite, en cours de déformation, ce pourcentage augmente proportionnellement à cette distance. La déformation dans la zone entre drapeaux peut ainsi être déterminée. La distance entre drapeaux choisie est de 50 mm, pour s'affranchir de l'influence des congés. La longueur utile est ensuite déterminée en comparant la déformation issue du laser, avec celle issue du LVDT. Une longueur utile  $L_0 = 100$  mm permet d'égaliser les déformations issues du laser ( $L_0 = 50$  mm) de celles issues du LVDT. En prenant 100 mm, la déformation dans une partie des congés est prise en compte. Les rayons des congés étant assez grands, la déformation dans ces zones peut donc être considérée comme identique à celle de la zone lisse.

#### **B.I.2 Comparaison entre les éprouvettes usinées et les éprouvettes fabriquées par jet d'eau**

Deux procédures ont été employées parallèlement pour fabriquer les éprouvettes lisses. La première procédure est la technique par jet d'eau. La plaque de PVDF est placée sous un jet d'eau contenant des particules abrasives, sous une pression de 1450 bars. Le jet d'eau est contrôlé par commande numérique. L'avantage de cette méthode est sa rapidité. Le désavantage est de laisser une surface fortement striée. La principale conséquence est la présence de défauts de surfaces pouvant entraîner une rupture précoce des éprouvettes.

La seconde méthode de fabrication est l'usinage classique des éprouvettes par fraisage. L'état de surface est considérablement amélioré par rapport à la technique jet d'eau. Disposant d'éprouvettes fabriquées suivant les deux méthodes, les deux types d'éprouvettes sont employés ensuite pour les essais mécaniques. La figure II.5 indique que la seule différence obtenue porte sur la déformation

nominale à rupture. La déformation nominale est définie comme :  $e_{nom} = \frac{\Delta l}{L_0}$ .  $\Delta l$  est l'allongement de

l'éprouvette, et  $L_0$  est la longueur utile initiale.

A 20°C pour une même vitesse de déformation, la déformation nominale à rupture est en moyenne de 23% pour les éprouvettes usinées par jet d'eau et de 32% pour celles usinées par fraisage. La dispersion des déformations nominales à rupture sera présentée dans le paragraphe chapitre II, B.I.3.

La contrainte nominale sur les courbes se définit telle que :  $\sigma_{nom} = \frac{Force}{S_0}$ ,  $S_0$  étant la section initiale de l'éprouvette.

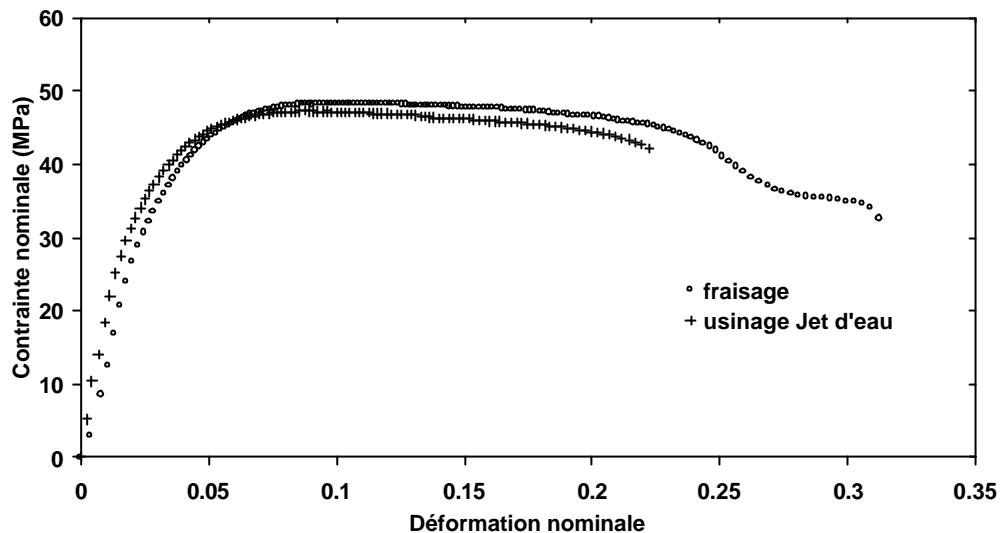


Figure II.5 Courbes de contrainte-déformation nominales obtenues en traction à 20°C et 0.15 mm/s, pour une éprouvette fraisée et une éprouvette usinée par jet d'eau

Les défauts présents sur la surface des éprouvettes usinées par jet d'eau induisent une rupture plus rapide. Les résultats des courbes contrainte-déformation nominales sont confirmés par les faciès de rupture. En effet, l'amorçage dans ce cas a lieu en surface, alors qu'il se déroule dans le cœur de l'éprouvette dans le cas d'un usinage par fraisage.

Hormis cette différence, les résultats sont similaires. Ainsi, exceptée sur la valeur de la déformation nominale à rupture, aucune différenciation ne sera faite entre les deux types d'éprouvette. A plus basses températures (-80°C et -100°C), les ruptures étant obtenues pour de très faibles déformations, les éprouvettes fraisées seront préférentiellement utilisées, afin d'avoir accès à toute la courbe de déformation.

### B.I.3 Dispersion des résultats

Le type d'usinage entraîne de la dispersion au niveau des déformations nominales à rupture. Pour un type d'usinage donné, une dispersion expérimentale moindre est observée, au niveau des déformations à rupture et au niveau des contraintes maximales. Dans l'exemple pris sur la figure II.6, les contraintes nominales maximales varient entre 43 MPa et 45 MPa, soit environ 5% d'écart. Pour les déformations à rupture, bien que l'écart soit faible comparé aux différences entre les deux types d'usinage, l'exemple de la figure II.6 montre néanmoins qu'elle varie entre 18% et 23%, soit environ 25% d'écart. Il faut cependant relativiser ce pourcentage. L'allure des différentes courbes est identique et les écarts de déformations nominales à rupture viennent de la microstructure interne ou externe de l'éprouvette. La présence d'impuretés internes notamment, comme on le verra sur l'observation des faciès de rupture, explique en grande partie ce résultat. Dans tous les cas, les valeurs de déformation nominale à rupture sont données en moyenne comme représentatives d'une vitesse et d'une température.



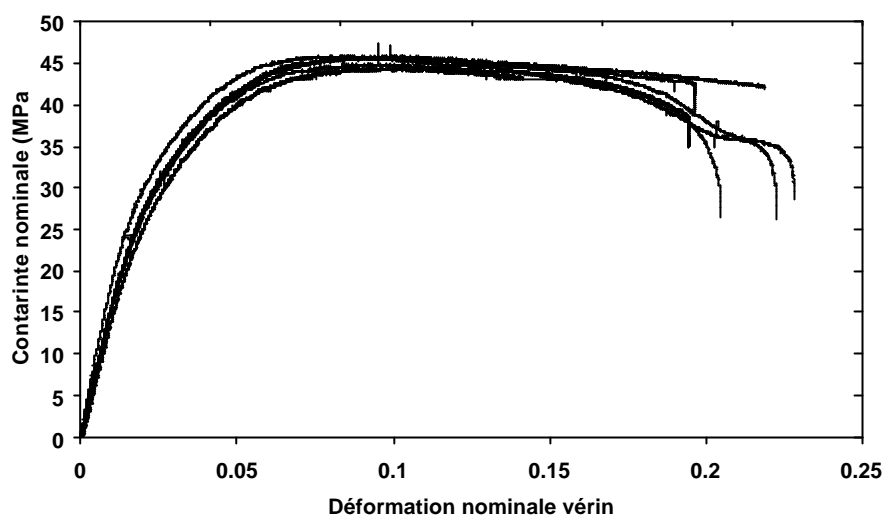


Figure II.6 Dispersion des résultats de contrainte-déformation nominales obtenues pour des essais de traction réalisés à 20°C et 0.015 mm/s

#### B.I.4 Résultats à 20°C pour différentes vitesses de déformation

Les essais de traction sur éprouvettes lisses ont été effectués à quatre vitesses de déformation allant de  $1.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $1.5 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , soit  $1.5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$  à  $15 \text{ mm/s}$ . Ces vitesses de déformation sont calculées à partir du déplacement du vérin, en considérant une longueur utile initiale de 100 mm. La mesure du déplacement par l'extensomètre confirme les valeurs de vitesses de déformation. Les résultats sont donnés sur la figure II.7. Les résultats de déformations nominales sont issus du déplacement de l'extensomètre. Aux petites vitesses, les déformations issues des mesures du vérin (ou LVDT) et issues de l'extensomètre sont identiques. En revanche, pour les vitesses élevées comme à 15 mm/s, il y a un léger décalage entre les deux mesures. La mesure de l'extensomètre est considérée comme plus fiable, car elle représente le déplacement mesuré directement sur l'éprouvette. Pour tous les résultats présentés dans la suite de l'étude, les déformations nominales sont celles issues des mesures de déplacement de l'extensomètre ( $L_0 = 25 \text{ mm}$ ).

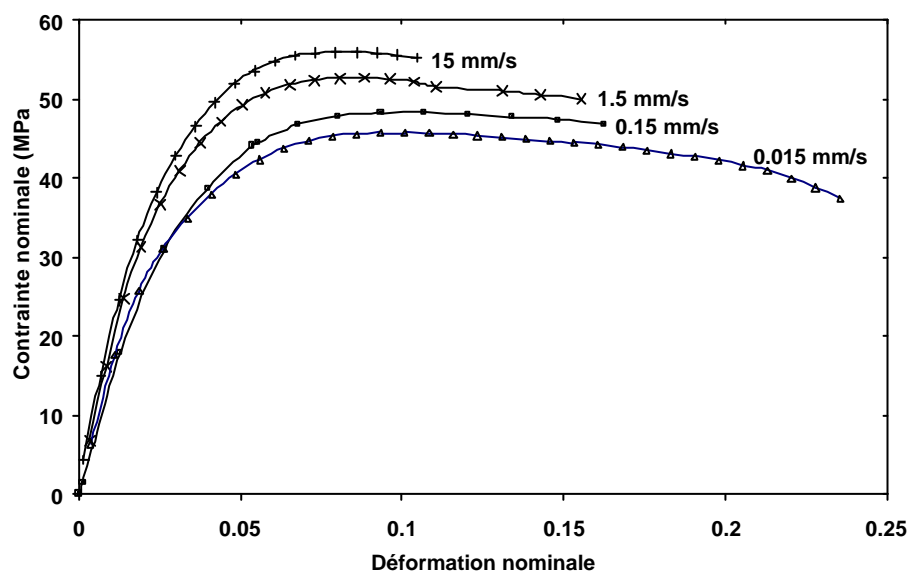


Figure II.7 Courbes contrainte-déformation nominales pour des essais de traction réalisés à 20°C, et à quatre vitesses de déplacement

L'augmentation de la vitesse de déformation permet une rigidification du matériau, avec une pente élastique qui augmente passant d'environ 1700 MPa pour l'essai à 0.015 mm/s à 2500 MPa pour celui à 15 mm/s. De même la contrainte nominale maximale augmente en moyenne de 3 MPa par décade de vitesse. La déformation nominale à rupture décroît avec l'augmentation de vitesse, mais la grande dispersion expérimentale des résultats de rupture empêche de donner une tendance. Suivant le type d'éprouvette et suivant également la géométrie (des éprouvettes plus larges ont également été testées), une variation assez significative des déformations à rupture est observée.

## B.II Résultats des essais sur éprouvettes lisses entre $-100^{\circ}\text{C}$ et $20^{\circ}\text{C}$

A  $20^{\circ}\text{C}$ , l'influence de la viscosité du PVDF a été mise en évidence par les résultats en traction. Le comportement du matériau est ensuite étudié sur une large gamme de température, afin de mettre en évidence le changement de comportement lié au passage de la transition vitreuse vers  $-40^{\circ}\text{C}$ . A  $20^{\circ}\text{C}$ , les essais mécaniques de traction, ainsi que l'observation des faciès indiquent que le matériau est ductile. Etant donné qu'on s'intéresse à la transition ductile-fragile, il ne paraît pas nécessaire de faire des essais à plus haute température. En revanche, les essais vont être réalisés à  $-10^{\circ}\text{C}$ ,  $-50^{\circ}\text{C}$ ,  $-80^{\circ}\text{C}$  et  $-100^{\circ}\text{C}$  afin d'explorer sur une large gamme de température, l'évolution des contraintes maximales et des déformations nominales à rupture. Ces essais sont effectués aux mêmes vitesses de déformation que celles utilisées à  $20^{\circ}\text{C}$ . Pour les plus basses températures, seules les petites vitesses de déformation sont étudiées puisque le matériau est très fragile. Les résultats pour chaque température sont donnés sur les figures II.8 à II.11 et un complément sur les conditions expérimentales est indiqué en annexe II.2.b.

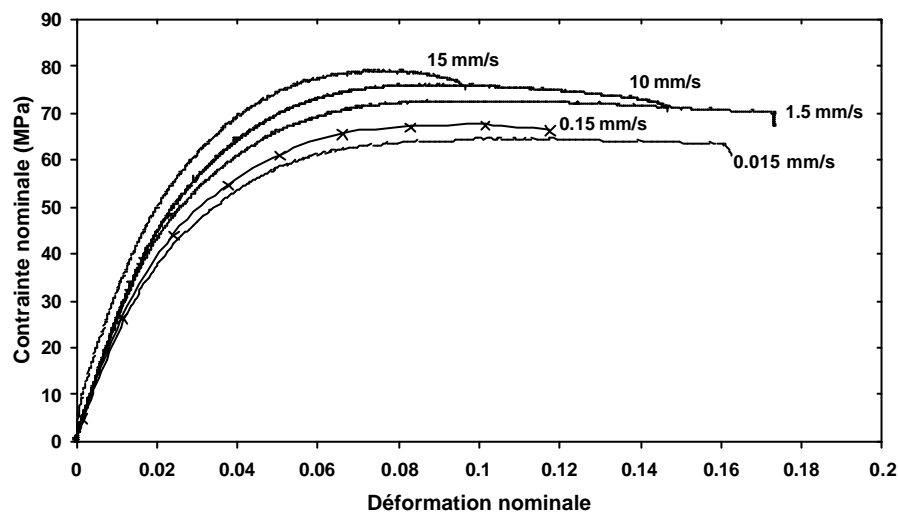


Figure II.8 Courbes contraintes-déformations nominales obtenues en traction à  $-10^{\circ}\text{C}$  entre  $1.5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$  et  $15 \text{ mm/s}$

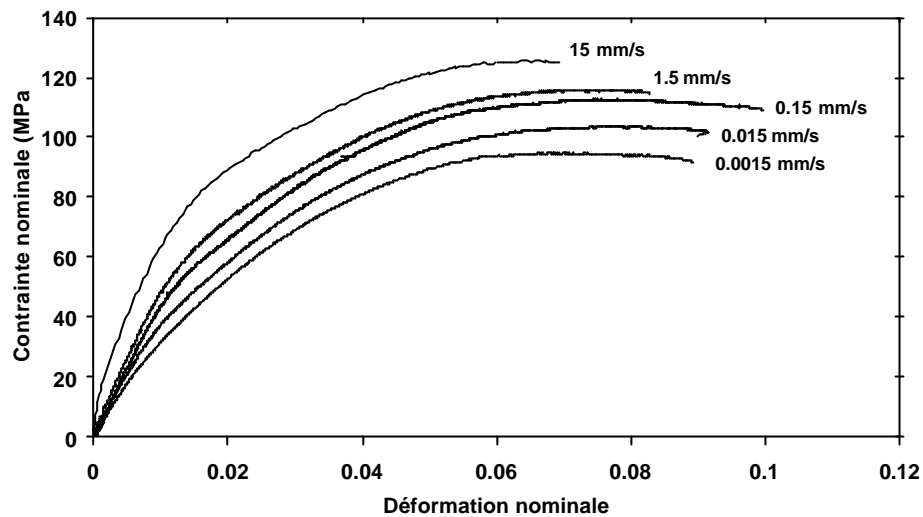


Figure II.9 Courbes contraintes-déformations nominales obtenues en traction à  $-50^{\circ}\text{C}$  entre  $1.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s et 15 mm/s

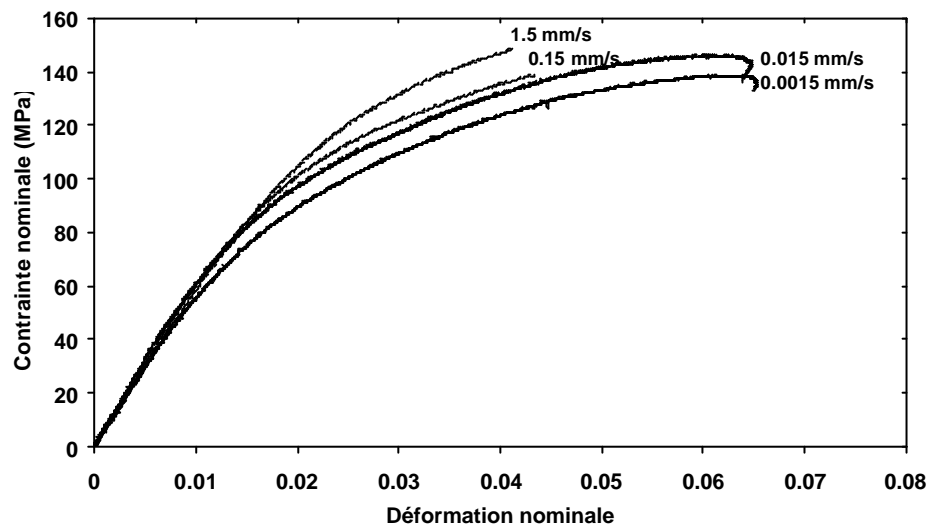


Figure II.10 Courbes contraintes-déformations nominales obtenues en traction à  $-80^{\circ}\text{C}$  entre  $1.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s et 1.5 mm/s

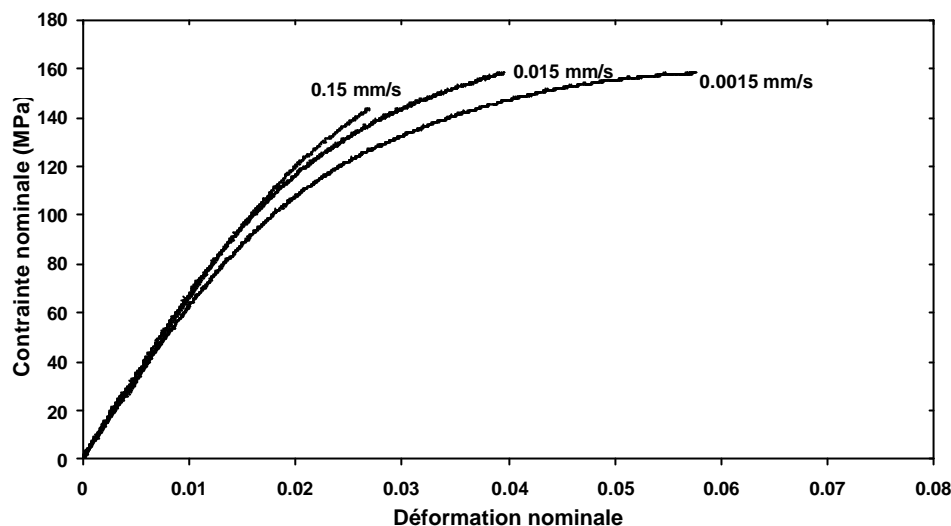


Figure II.11 Courbes contraintes-déformations nominales obtenues en traction à  $-100^{\circ}\text{C}$  entre  $1.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s et 0.15 mm/s

Ces essais montrent une rigidification du matériau avec la diminution de température. Pour mieux s'en rendre compte, une courbe de comparaison  $\sigma$ - $\varepsilon$  est proposée, pour une même vitesse de déformation (0.15 mm/s) entre les différentes températures (cf. Figure II.12). Entre  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$ , une augmentation de la contrainte nominale maximale d'environ 20 MPa est obtenue. Entre  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $-50^{\circ}\text{C}$ , par le passage de la température de transition vitreuse, l'écart de contrainte nominale maximale est beaucoup plus important (environ 50 MPa).

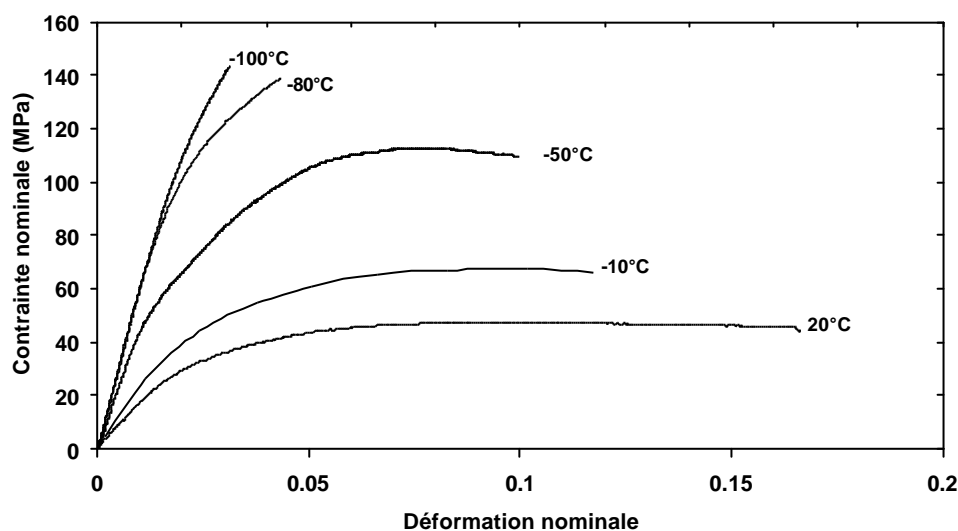


Figure II.12 Courbes contrainte-déformation nominales obtenues en traction à 0.15 mm/s pour différentes températures

Sur cette figure, l'effet de la température est très net et est d'une ampleur supérieure à l'effet de la vitesse, dans la gamme des essais réalisés. Une forte diminution de la déformation nominale à rupture, est constatée avec un changement complet de comportement au passage de la transition vitreuse. Pour les essais à  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ , un plateau de déformation est obtenu après la contrainte maximale, témoignant d'une localisation de la déformation dans l'éprouvette par striction, qui peut ensuite se propager au reste de l'éprouvette. En revanche, pour les essais à plus basses températures, une fois la contrainte maximale atteinte, l'éprouvette se casse immédiatement. Il n'y a pas de déformation

plastique supplémentaire à l'endroit de la localisation. A  $-50^{\circ}\text{C}$ , un changement de pente élastique-viscoélastique est observé vers 45 MPa. Cela témoigne par rapport aux températures supérieures du changement de comportement de la phase amorphe. A cette température, la phase amorphe libre est passée dans un état vitreux. Le comportement visqueux très lié à l'état physique de cette phase est alors beaucoup moins marqué aux faibles déformations. A  $-80^{\circ}\text{C}$ , la rigidification est très nette, on atteint une contrainte critique, pour des déformations nominales à rupture très faibles (environ 4%). A  $-100^{\circ}\text{C}$ , la pente est quasi élastique sur les trois-quarts de la courbe. Le matériau est complètement fragile, comme le montreront les observations de faciès de rupture (cf. chapitre III, C.IV.1). La contrainte nominale maximale correspond alors à la contrainte à rupture.

A ces températures, comme à  $20^{\circ}\text{C}$ , la dispersion des déformations à rupture suivant le type d'usinage est constatée. Les courbes fournies ci-dessus sont des moyennes des résultats obtenus.

### B.III Analyses des résultats de comportement

#### B.III.1 Evolution du module d'Young apparent

L'évolution du module d'Young a déjà été étudiée précédemment à l'aide des ondes ultra sonores. On a vu à cette occasion l'importance de la température sur la valeur de E. Ici, la mesure de E va être réalisée à partir des pentes initiales des courbes de traction, on parlera alors de module d'Young apparent. Bien que la viscosité soit présente dès les premiers moments de déformation, l'hypothèse d'une pente quasi-élastique est proposée. Par cette détermination graphique, on cherche simplement à montrer l'évolution de E cette fois ci vers les basses températures. L'évolution avec la vitesse de déformation sera également proposée. Sur la figure II.13 est représentée l'évolution de E en fonction de la température pour cinq vitesses de déplacement données. L'importance de la température sur la valeur de E est évidemment confirmée. Entre  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$  ainsi qu'entre  $-80^{\circ}\text{C}$  et  $-100^{\circ}\text{C}$ , l'augmentation de vitesse change assez peu la valeur du module élastique. En sachant que la détermination graphique de ce paramètre n'est pas complètement juste (difficulté de délimiter nettement le domaine élastique), on peut considérer que pour ces températures, la vitesse a peu d'effet. Signalons qu'à très basse température, le module semble se stabiliser autour de 6 GPa.

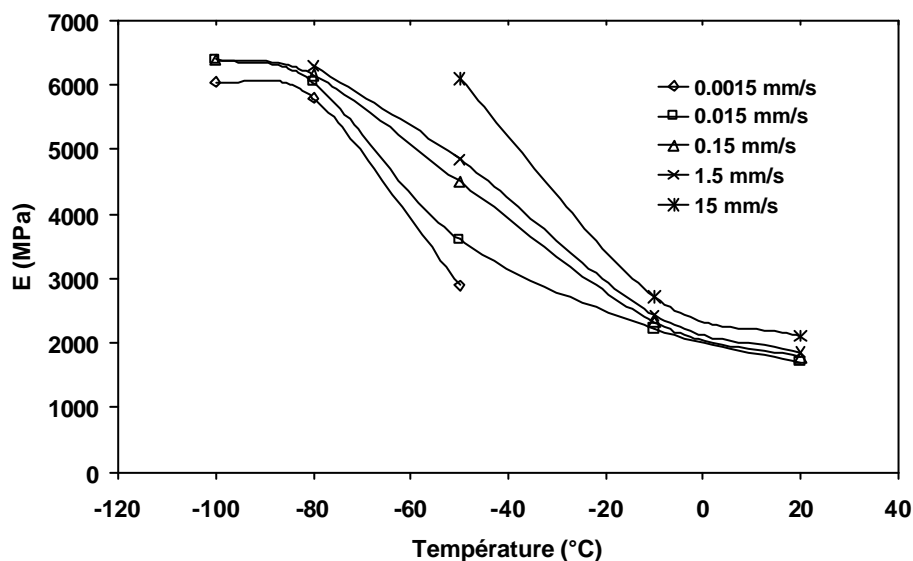


Figure II.13 Evolution du module d'Young apparent en fonction de la température (entre  $-100^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ ) et de la vitesse (entre  $0.0015\text{ mm/s}$  et  $15\text{ mm/s}$ )

Dans le domaine de transition, c'est à dire pour les essais réalisés à  $-50^{\circ}\text{C}$ , un fort effet de la vitesse sur la mesure de  $E$  est observé. En effet, la pente de la courbe  $E = f(t)$  augmente d'autant plus vite que la vitesse de déplacement est importante. Ainsi, le module à  $-50^{\circ}\text{C}$  est multiplié par deux entre les deux vitesses extrêmes. A  $20^{\circ}\text{C}$  dans le même domaine de vitesse, le module n'augmente que de 20%. Ainsi, dans le domaine de transition caractérisé par le passage de la phase amorphe caoutchoutique à son état vitreux, la température et la vitesse joueront un rôle important. Dans les autres domaines, soit à très basse température quand la phase amorphe est complètement vitreuse, soit vers  $-10^{\circ}\text{C}$  et au dessus quand la phase amorphe libre est totalement caoutchoutique, l'influence de la vitesse sera plus négligeable.

### B.III.2 Evolution de la contrainte maximale

Dans ce paragraphe, on va s'intéresser à l'évolution de la contrainte nominale maximale de la courbe de traction en fonction de la température et de la vitesse. L'avantage d'étudier la contrainte nominale maximale par rapport au module d'Young est que sa détermination est plus simple et sans équivoque, il suffit simplement de prendre la contrainte maximale de la courbe. De plus, des lois telles que la loi de Eyring ont été formulées depuis longtemps pour rendre compte de son évolution [Eyring, 1936]. Dans le cas du PVDF, l'évolution de la contrainte maximale en fonction de la température et de la vitesse est réalisée, et comparée à des mesures effectuées sur des PVDF équivalents [Hellinckx et Bauwens, 1995], [Castagnet et al, 2000].

Considérant que  $N$  processus sont impliqués dans l'écoulement visqueux et que chaque processus est associé à un temps de relaxation, le modèle visqueux Ree-Eyring suit la relation suivante (3) :

$$\frac{\mathbf{s}_{\max}}{T} = \sum_{i=1}^N A_i a \sinh \left( C_i \dot{\mathbf{e}} \exp \left( \frac{Q_i}{RT} \right) \right) \quad (3)$$

où  $\dot{\mathbf{e}}$ ,  $\mathbf{s}_{\max}$  et  $T$  sont le taux de déformation, la contrainte nominale maximale et la température en Kelvin. Une approximation de cette équation peut être faite telle que (4) :

$$\frac{\mathbf{s}_{\max}}{T} = \sum_{i=1}^N A_i \left( \ln(2C_i \dot{\mathbf{e}}) + \frac{Q_i}{RT} \right) \quad (4)$$

Le PVDF est un polymère semi-cristallin connu pour avoir deux transitions, reliées à la transition vitreuse à basse température ( $\approx -40^{\circ}\text{C}$ ) et celle à haute température ( $\approx 50^{\circ}\text{C}$ ). Le modèle de Ree-Eyring implique trois processus différents : les deux premiers processus sont liés aux passages des deux transitions vitreuses, la nature du 3<sup>ème</sup> processus n'ayant pas encore été précisément définie.

Deux changements de pente peuvent être clairement distingués : le passage du 1<sup>er</sup> au second processus vers  $50^{\circ}\text{C}$ , et le passage de second au troisième processus vers  $-40^{\circ}\text{C}$ . Pour le calcul de la contrainte maximale (3), suivant la température d'essai seuls certains processus sont considérés. Ainsi, au dessus de  $50^{\circ}\text{C}$ , seul le processus 1 est actif. Entre  $-40^{\circ}\text{C}$  et  $50^{\circ}\text{C}$ , les processus 1 et 2 sont actifs, et enfin à plus basses températures, les trois processus doivent être pris en compte (cf. Figure II.14).

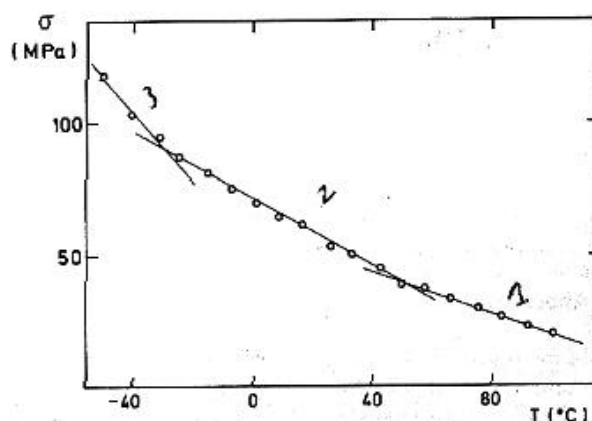


Figure II.14 Evolution de la contrainte nominale maximale en fonction de la température [Hellinckx et Bauwens, 1995]

Les constantes relatives aux trois processus sont données dans le tableau II.2 suivant :

Processus	A (MPa/K)	C <sub>i</sub> (s)	Q <sub>i</sub> (kJ/mole)
1	3.26.10 <sup>-3</sup>	4.10 <sup>-51</sup>	435 (apparent), 268 (vrai)
2	4.2.10 <sup>-5</sup>	3.3.10 <sup>-22</sup>	150
3	9.6.10 <sup>-5</sup>	2.8.10 <sup>-30</sup>	150

Tableau II.2 Récapitulatif des constantes matériau pour la loi de Ree-Eyring [Hellinckx et Bauwens, 1995]

Une expression plus générale de la loi de Eyring peut également être utilisée telle que (5) :

$$s_{\max} = \left( \frac{kT \ln 10}{V_a} \right) \log \dot{\epsilon} + \left( \frac{\Delta H_a - kT \ln \dot{\epsilon}_0}{V_a} \right) \tag{5}$$

avec  $k = \frac{R}{N_a}$ , et  $N_a$  le nombre d'Avogadro, c'est à dire  $6.023.10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ,  $V_a$  le volume d'activation qui peut être relié au paramètre A par l'expression (6) :

$$A = \frac{R}{e_0 V_a} \tag{6}$$

Le volume d'activation a été déterminé par Castagnet et al [Castagnet et al, 2000].  $e_0$  est la déformation élémentaire prise par convention à 1.

Le tableau II.3 ci-dessous donne les valeurs de volume d'activation en fonction de la température.

Température	23°C	40°C	65°C	80°C	100°C	120°C	140°C
Volume $V_a$ (Å <sup>3</sup> )	1770	2160	2900	3560	5840	9250	14580

Tableau II.3 Valeurs des volumes d'activation à différentes températures [Castagnet, 1998]

$S_{max}$  est calculée par les deux méthodes.

Dans notre cas entre 20°C et -30°C, l'équation s'écrit de la façon suivante :

$$\frac{S}{T} = 3.26.10^{-3} * (\ln(8.10^{-51} \dot{\epsilon})) + \frac{52321}{T(K)} + 4.2.10^{-3} * (\ln(6.6.10^{-22} \dot{\epsilon})) + \frac{18041}{T(K)}$$

En deçà de -30°C, un terme relatif au passage de la transition vitreuse est ajouté:

$$\frac{S}{T} = 3.26.10^{-3} * (\ln(8.10^{-51} \dot{\epsilon})) + \frac{52321}{T(K)} + 4.2.10^{-3} * (\ln(6.6.10^{-22} \dot{\epsilon})) + \frac{18041}{T(K)} + 9.6.10^{-3} * (\ln(5.6.10^{-30} \dot{\epsilon})) + \frac{18041}{T(K)}$$

Sur la figure II.15, les résultats expérimentaux de notre étude (croix) sont comparés aux résultats issus de la loi de Eyring (trait). Pour le processus 1, les auteurs proposent deux valeurs de Q, une valeur apparente et une valeur vraie. N'ayant pas plus de précision, on se base sur la valeur apparente telle qu'ils l'ont fait, en modifiant légèrement cette valeur afin de mieux correspondre aux courbes expérimentales. La loi permet de bien représenter l'évolution de la contrainte maximale. Ce modèle appliqué au polymère solide considère une barrière de potentiel d'amplitude égale à l'énergie d'activation, séparant les états avant et après glissement. Selon ce modèle, le processus de glissement est activé thermiquement et mécaniquement. L'activation mécanique est décrite par l'intermédiaire du volume d'activation qui décrit le volume contenant le plus petit nombre de molécules qu'il faut faire glisser simultanément pour entraîner le processus d'écoulement macroscopique.

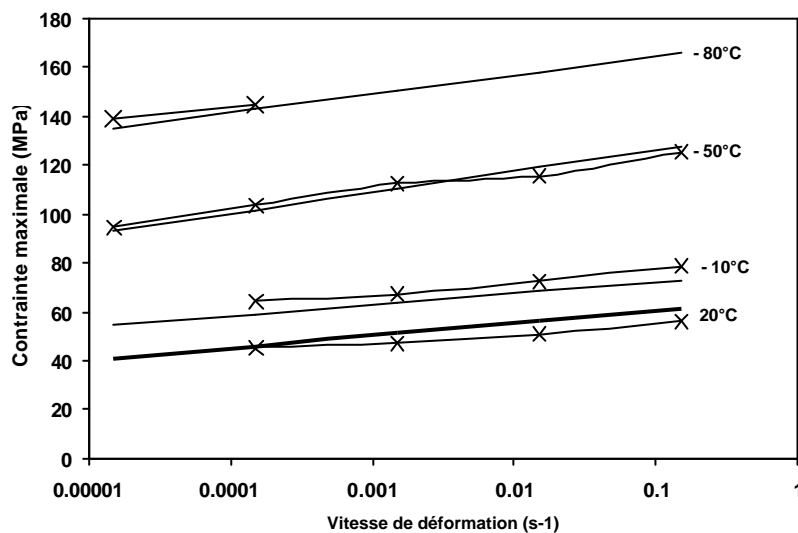


Figure II.15 Evolution de la contrainte nominale maximale en fonction de la température et de la vitesse, comparaison entre les résultats expérimentaux de la thèse (croix) avec les résultats issus de la loi de Eyring (trait)

La figure II.16 indique une comparaison entre les valeurs de contrainte maximale obtenues par Hellinckx [Hellinckx et Bauwens, 1995] et les valeurs expérimentales de notre étude. L'écart vient de la différence de grades étudiés. Cependant, la même évolution avec la vitesse est observée. Comme pour le module d'Young, une nette évolution au passage de la transition vitreuse est constatée. Ainsi,



il est possible de relier les propriétés mécaniques en traction des éprouvettes lisses aux paramètres physiques du matériau. Par la loi de Eyring, le rôle joué par les processus de relaxation des différentes phases sur le comportement global du matériau est ainsi montré. Les deux phases amorphes notamment et leur plus ou moins grande viscosité permettent au matériau de s'écouler plus facilement quand elles sont caoutchoutiques au dessus de 50°C, que quand elles sont vitreuses en dessous de -40°C.

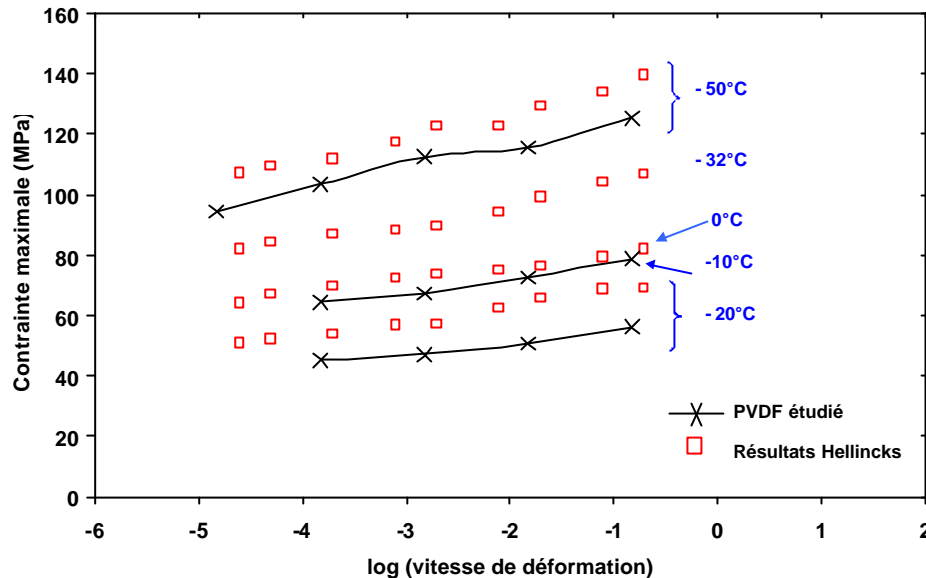


Figure II.16 Evolution de  $s_{max}$  en fonction de la température et de la vitesse de déformation, comparaison avec les valeurs d'Hellinckx et Bauwens, 1995

## B.IV Mesure de la déformation volumique

### B.IV.1 Présentation des essais

Les essais de traction, notamment ceux effectués à 20°C, ont révélé un fort blanchiment en cours de déformation, témoignant d'un phénomène de cavitation qui s'accompagne généralement d'une variation volumique de l'échantillon. De nombreuses publications récentes ont rapporté des mesures de déformation volumique sur différents grades de PVDF [Elkoun et al, 2002], [Castagnet et al, 2000], [Quatravaux et al, 2002]. Leur travaux se basent en général sur des essais sur éprouvettes lisses. Deux méthodes sont actuellement utilisées pour réaliser ces mesures : soit par un système de deux extensomètres (longitudinale et latéral) en supposant l'isotropie des déformations en largeur et en épaisseur, soit la méthode de vidéo-traction mise au point à l'Ecole des Mines de Nancy par l'équipe de C. G'Sell [G'Sell et al, 2002]. Mentionnons également plusieurs tentatives qui sont effectuées en utilisant l'extensométrie sans contact (corrélation d'images) [Layouni, 2004].

Pour l'étude, un système de double extensomètres est choisi. En sachant qu'il est difficile de travailler avec trois extensomètres pour mesurer la déformation dans les trois directions, l'hypothèse d'isotropie transverse est faite. La vérification de cette hypothèse est montrée sur les figures II.17 et II.18, en considérant les courbes avant l'apparition de la striction. La notation «sens largeur» correspond à l'extensomètre latéral mesurant la déformation suivant la largeur, le «sens épaisseur» correspondant à l'extensomètre placé suivant l'épaisseur. Dans le cas de la mesure suivant la largeur, la striction apparaît après 20% de déformation axiale. Dans le cas de la mesure suivant l'épaisseur, la striction est apparue pour environ 15% de déformation axiale. Dans tous les cas, les mesures de variation de volume se limitent à avant l'apparition de la striction.

Ainsi, on peut écrire (7) :

$$e_{vol} = e_{longueur} + e_{largeur} + e_{épaisseur} = e_{longueur} + 2.e_{largeur} \quad (7)$$

Il est considéré que les déformations élastiques, par cisaillement et par cavitation sont totalement additives dans le calcul de la déformation volumique. Etant donné que le processus de cisaillement se fait à volume constant, seules les contributions élastiques et la dilatation seront prises en compte dans le calcul.

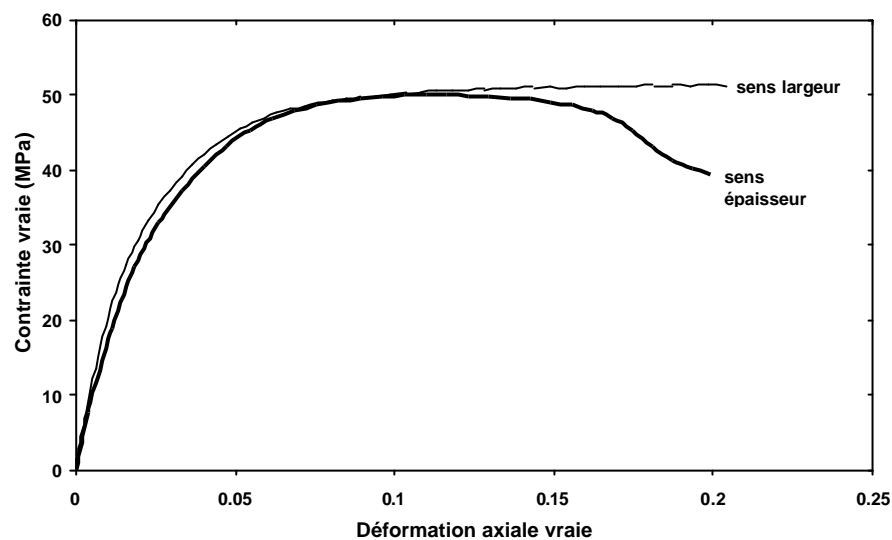


Figure II.17 Comparaison de résultats de contrainte vraie en fonction de la déformation axiale vraie pour une mesure de déformation latérale réalisée dans le sens de la largeur et dans le sens de l'épaisseur, 20°C, 0.015 mm/s

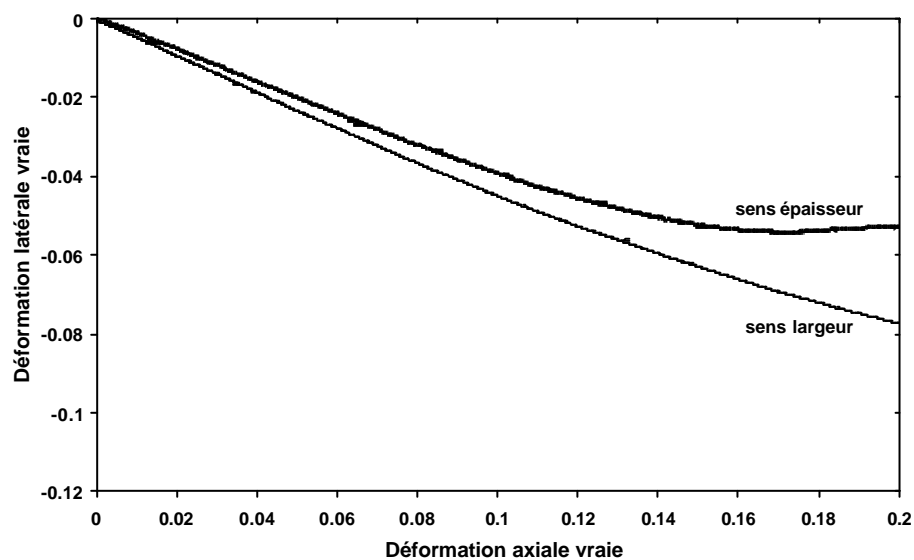


Figure II.18 Comparaison de résultats de déformations latérales vraies en fonction de la déformation axiale vraie pour une mesure de déformation latérale réalisée dans le sens de la largeur et de l'épaisseur, 20°C, 0.015 mm/s

L'allongement de l'éprouvette (base de mesure extensomètre  $L_0 = 25$  mm) et la réduction de la largeur ( $l_0 = 8$  mm) permettent le calcul des déformations axiale et latérale vraies tel que (8) :

$$\mathbf{e}_{axial} = \ln\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \text{ et } \mathbf{e}_{latéral} = \ln\left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right) \quad (8)$$

Les résultats sont présentés en terme de déformation vraie - contrainte vraie. Ainsi le calcul de la contrainte vraie se fait par la formule suivante en supposant l'isotropie transverse (9) :

$$\mathbf{s}_{vraie} = \frac{Force}{e.l} = \frac{Force}{e_0.l_0 \cdot \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)^2} \quad (9)$$

Ici, seule la valeur de déformation volumique totale est calculée. Cependant dans les publications énoncées précédemment travaillant sur le même sujet, les auteurs ont calculé également la déformation volumique par cavitation. Elle représente la déformation volumique mesurée à laquelle est retranchée la déformation due à l'élasticité. Elle se calcule alors de la façon suivante (10) :

$$(\mathbf{e}_{vol})_{cavitation} = \mathbf{e}_{vol} - (1 - 2\nu) \frac{\mathbf{s}_{vraie}}{E} \quad (10)$$

E étant le module d'Young et  $\nu$  le coefficient de poisson.

#### B.IV.2 Résultats sur éprouvettes lisses

La non-unicité de la déformation à rupture a déjà été mise en évidence sur les éprouvettes lisses testées précédemment. Il en est de même pour l'apparition de la striction. Suivant la présence de défauts en surface, la striction de l'éprouvette peut se former pour une plus ou moins grande déformation axiale. Bien que les essais aient été menés jusqu'à rupture, les mesures de déformation volumique ne sont correctes que quand l'éprouvette se déforme de manière homogène. Ainsi, les valeurs de déformations volumiques maximales seront prises avant l'apparition de la striction.

Sur l'éprouvette lisse sont placés un extensomètre axial et un extensomètre latéral. L'encombrement de chacun n'étant pas négligeable, l'un se situe en général plus vers le haut de l'éprouvette et le second vers le bas. Ainsi, quand il y aura striction dans une zone de l'éprouvette, elle ne sera enregistrée souvent que par un seul extensomètre. Sur les figures II.17 et II.18, l'effet de la striction qui se déroule dans l'extensomètre axial est indiqué. La figure II.18 est une illustration de la comparaison d'une mesure latérale suivant l'épaisseur E (trait plein) et d'une mesure latérale suivant la largeur L (trait fin). La striction s'est déroulée de manière précoce pour la courbe relative à l'épaisseur. Elle se localise dans l'extensomètre axial, mais pas dans l'extensomètre latéral. Ainsi, la déformation latérale ne varie plus, alors que la déformation axiale augmente ce qui implique par calcul une forte augmentation de la déformation volumique.

Pour tous les essais, la déformation volumique est déterminée à environ 20% de déformation axiale, ce qui correspond à la déformation axiale maximale avant striction. En comparant les essais suivant la largeur et l'épaisseur et en exceptant la zone de striction, les déformations suivant les deux directions sont considérées comme équivalentes. Compte tenu de la meilleure reproductibilité des essais avec la réduction de la largeur, on choisit de déterminer les déformations latérales suivant ce sens, et non suivant le sens de l'épaisseur.

Sur la figure II.19, sont présentés trois essais réalisés à 20°C et 0.015 mm/s. La déformation latérale correspond à celle enregistrée suivant la largeur. Une bonne reproductibilité des essais est observée, hormis dans la rupture comme il l'a déjà été signalé. L'essai qui s'arrête à 20% de déformation a été arrêté volontairement car la striction allait s'amorcer près d'un congé.

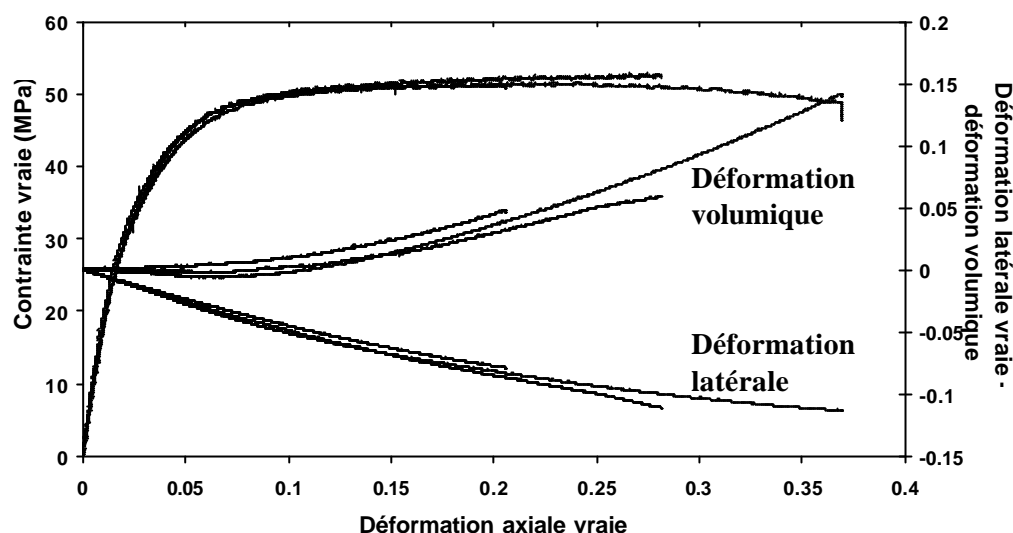


Figure II.19 Résultats de déformation volumique obtenue sur éprouvettes de traction lisses, à 20°C et 0.015 mm/s

Après 20% de déformation, la déformation latérale dévie de la linéarité. De plus, comme il a déjà été précisé, la striction débute pour cette valeur de déformation axiale. Ainsi, cette limite de 20% est définie pour calculer la déformation volumique maximale sur les courbes de traction monotone. D'après les courbes présentées sur la figure II.19, la déformation volumique varie entre 3 et 5%. Une grande similitude est constatée notamment avec les résultats de Quatravaux [Quatravaux et al, 2002] qui a également travaillé sur du PVDF en se limitant à la zone de déformation plastique homogène. A 25°C, ils obtiennent une déformation volumique de 4% pour une déformation axiale vraie de 20%. Leurs résultats permettent également de montrer qu'en dessous de 25°C, à -5°C, l'augmentation de la pente ( $\partial e_v / \partial e_{axial}$ ) indique une accélération de l'endommagement. En revanche, à plus haute température, l'augmentation est linéaire, il n'observe pas d'accélération du processus d'endommagement.

Des essais à -10°C ont également été réalisés afin de vérifier cette hypothèse d'accélération de l'endommagement avec la diminution de température (cf. Figure II.20). Ces essais ont été menés à 0.015 mm/s et on observe que l'augmentation de volume démarre plus tôt qu'à 20°C, et que pour une même déformation axiale sa valeur est plus élevée. Pour les deux températures, et surtout pour -10°C, on constate que la déformation volumique, due à la germination et la croissance de cavités, augmente avant la contrainte maximale. Ainsi, on postule que vue la forme de la pente des courbes, la croissance des cavités va s'accélérer avec la déformation.

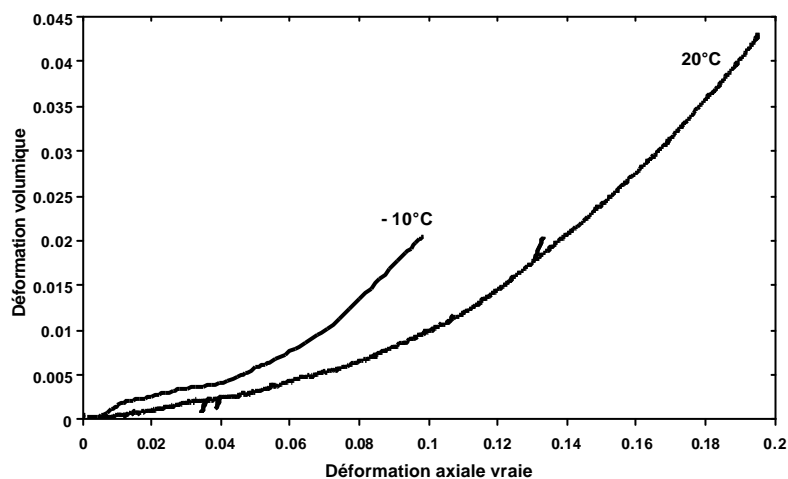


Figure II.20 Comparaison de mesures de déformations volumiques à 20°C et -10°C, à 0.015 mm/s

Des explications peuvent être fournies quant à la différence de mesure de déformation volumique entre 20°C et -10°C. On se base pour cela sur le schéma de Castagnet réalisé pour décrire les mécanismes de déformation de l'amorphe nécessaire pour accommoder la déformation lors de la séparation de cristallites voisins (cf. Figure II.21). Lors de ces essais réalisés à 20°C et 65°C, il est obtenu les mêmes résultats que ceux de cette étude c'est à dire un retard de déformation volumique avec l'augmentation de température. Ces résultats ainsi que les mesures RX indiquent que la germination des micro-vides est retardée à plus haute température. La cavitation est vue comme un processus accommodant la déformation. Compte-tenu de l'importance de l'écoulement de matière à haute température, pour une même déformation axiale, moins d'endommagement sera nécessaire à 20°C qu'à -10°C. Il serait également intéressant de connaître l'évolution du facteur de forme des cavités avec la température. Ici, on compare des déformations volumiques pour des déformations axiales faibles (< 20%) et pour des sollicitations uniquement uniaxiales. Ainsi, il semble difficile qu'une différence éventuelle de forme des cavités entre les deux températures puisse apporter plus d'explications sur les résultats de mesure de déformation volumique. En revanche, pour des déformations supérieures, l'anisotropie des cavités jouera certainement un rôle sur la valeur de déformation volumique mesurée.

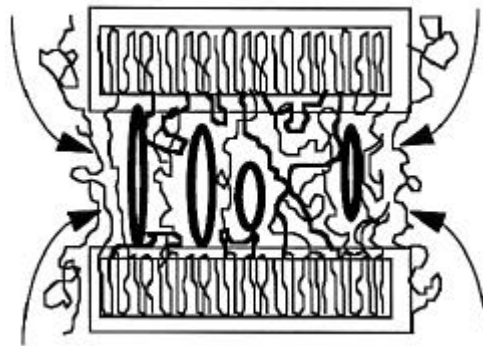


Figure II.21 Schématisation des mécanismes de déformations de l'amorphe dans un cristallite [Castagnet, 1998]

Les mesures de déformation volumique réalisées à 20°C dans les travaux de Castagnet [Castagnet, 1998] sont supérieures aux nôtres puisque pour 20% de déformation, la déformation volumique est d'environ 10%. Les essais sont réalisés à une vitesse dix fois supérieure, mais l'effet de vitesse seul ne peut expliquer la différence obtenue. En effet, il a été vérifié à -5°C pour deux vitesses séparées d'une décade que la variation de déformation volumique était faible, environ 0.3% [Quatravaux et al, 2002]. La différence provient certainement de la différence de grade étudié et de la présence ou non de plastifiant.

Pour notre étude, on considère qu'une éprouvette lisse déformée à 20°C à 20% de déformation vraie aura une augmentation de volume située entre 3 et 5%. Le même essai indique qu'à -10°C, pour une déformation axiale vraie de 10%, la déformation volumique est d'environ 2%. Il en sera tenu compte dans la modélisation de la loi de comportement.

## C. Essais sur éprouvettes entaillées

Les essais sur éprouvettes lisses ont permis de mettre en évidence l'influence de la température et de la vitesse sur le comportement du PVDF étudié. En introduction du mémoire, l'importance de la géométrie sur les possibilités de rupture de la gaine flexible a été montrée. Suivant la sévérité du défaut dans la structure, un endommagement puis une fissure peuvent se créer, impliquant un risque de rupture. Il est alors nécessaire de faire des essais sur des géométries plus sévères. Dans cette partie, les essais réalisés sur éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) pour trois rayons de courbure sont présentés. Les essais seront effectués à deux décades de vitesses et à 20°C, -10°C et -50°C.

### C.I Conditions expérimentales

#### C.I.1 Mécanique des éprouvettes entaillées [François et al, 1993]

En travaillant sur des éprouvettes axisymétriques entaillées (AE), il est possible d'étudier des sollicitations multiaxiales, uniquement en utilisant une machine de traction. Ces éprouvettes permettent de s'affranchir des conditions de contraintes planes/déformations planes.

Pour une éprouvette entaillée, tant que la limite d'élasticité n'est pas dépassée la contrainte est maximale en fond d'entaille par phénomène de concentration des contraintes. La limite d'élasticité est donc atteinte en premier à cet endroit. Si l'éprouvette continue à être déformée, la zone déformée plastiquement s'étend et finit par envahir toute la section entaillée. La charge atteint alors la charge limite de l'éprouvette, elle est très supérieure à ce qu'elle serait sans entaille. Considérons pour cela tout d'abord un cylindre de matière dans la partie entaillée de l'éprouvette : s'il était isolé, il s'allongerait selon son axe et se contracterait selon son diamètre de façon à conserver un volume constant. Inclus dans l'entaille, entre les deux parties non entaillées qui restent élastiques et se déforment peu, il ne peut que se contracter de la même façon et il apparaît donc des contraintes radiales de tension. Pour satisfaire le critère de plasticité (von Mises ou Tresca), il est nécessaire d'augmenter d'autant la contrainte axiale. Ainsi, la déformation plastique confinée élève le niveau

général des contraintes et le taux de triaxialité des contraintes  $t$ . Celui-ci est défini tel que  $t = \frac{\mathbf{s}_m}{\mathbf{s}_{eq}}$ .

$\mathbf{s}_m$  est la contrainte moyenne définie telle que  $\mathbf{s}_m = \left( \frac{1}{3} (\mathbf{s}_{11} + \mathbf{s}_{22} + \mathbf{s}_{33}) \right)$  et  $\mathbf{s}_{eq}$  est la contrainte équivalente de von Mises.

Pour une éprouvette cylindrique comportant une gorge de rayon à fond d'entaille  $R$  laissant subsister un col de rayon  $a$  dans la section minimale (cf. Figure II.22a), le calcul des répartitions de contraintes et des déformations est compliqué et non complètement résolu analytiquement. Des hypothèses simplificatrices sont nécessaires comme celle de l'égalité entre les déformations radiales et tangentielles dans la section minimale où  $z = 0$ . Il en résulte que les contraintes radiales et tangentielles sont égales et que le déviateur est indépendant de la coordonnée radiale  $r$  dans cette section. Avec ces hypothèses, les équations de l'équilibre et le critère de plasticité, il est démontré que

$$(11) : \quad \frac{d\mathbf{s}_{rr}}{dr} = -\frac{\mathbf{s}_{eq}}{r} \quad (11)$$

avec  $r$  le rayon de courbure des lignes isostatiques, là où elles interceptent le plan  $z = 0$ . Bridgman a supposé que les lignes isostatiques peuvent être assimilées à des cercles qui coupent à angle droit la surface de l'entaille qui est torique [Bridgman, 1944]. Le rayon de courbure  $r$  est donné par (12) :

$$\mathbf{r} = \frac{a^2 + 2aR - r^2}{2r} \quad (12)$$

L'intégration de l'équation différentielle (11) conduit à (13) :

$$s_{rr} = s_{\theta\theta} = s_{eq} \ln \left( 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \text{ et } s_{zz} = s_{eq} \left[ 1 + \ln \left( 1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \right] \quad (13)$$

La contrainte axiale moyenne  $\bar{s}_{zz}$  c'est à dire la charge appliquée à l'éprouvette est donnée par l'expression suivante (14) :

$$\bar{s}_{zz} = s_{eq} \left( 1 + \frac{2R}{a} \right) \ln \left( 1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (14)$$

Le taux de triaxialité des contraintes est maximal sur l'axe de l'éprouvette tel que (15) :

$$\frac{s_m}{s_{eq}} = \frac{1}{3} + \ln \left( 1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (15)$$

Le profil des contraintes (13) calculé par Bridgman est proche d'une parabole, représenté sur la figure II.22b.

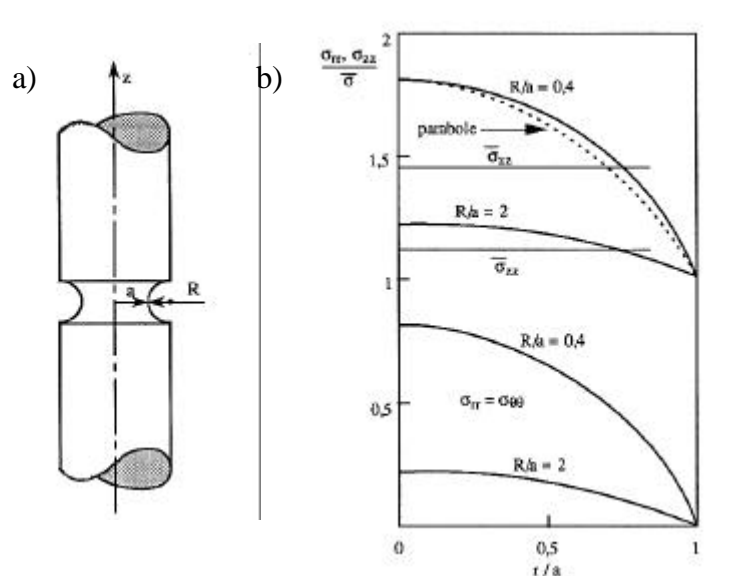


Figure II.22 (a) Schéma d'une éprouvette axisymétrique entaillée, (b) Répartition des contraintes axiales, radiales et tangentielles dans une éprouvette entaillée selon le calcul de Bridgman (trait plein) et de Davidenkov et Spiridononva en pointillé pour deux valeurs de R/a

Ainsi comme indiqué sur la figure II.22b, le profil de contraintes est une parabole, avec un maximum au centre de l'éprouvette. La contrainte axiale sera d'autant plus élevée que le rayon de courbure R sera faible.

### C.I.2 Choix des géométries

A partir de ces rappels, on choisit de travailler avec des AE de trois rayons de courbures différents afin d'étudier l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur le comportement et sur l'endommagement du matériau. Les trois rayons de courbures étudiés sont : R = 4 mm (AE4), 1.6 mm (AE1.6) et 0.8 mm (AE0.8). On a déjà évoqué dans le paragraphe A.II les précautions prises pour s'affranchir des effets cœur-peau des tubes dans lesquels sont prélevées les éprouvettes. La géométrie

des éprouvettes est telle que la longueur totale est de 65 mm, le diamètre du fût est de 7.2 mm, le diamètre en fond d'entaille est de 4 mm.

La longueur de l'éprouvette est proportionnellement élevée par rapport aux autres dimensions de l'éprouvette. Ce choix s'explique par l'encombrement de l'extensomètre et par le système de mors choisis (cf. *Annexe II.2c*).

Concernant l'extensomètre, il est utilisé pour mesurer la réduction diamétrale de l'entaille. Contrairement aux métaux où un système de couteaux est utilisé, l'extensomètre ici se compose de deux tiges en aluminium de diamètre 0.2 mm positionnées dans le fond de l'entaille. La raideur de l'extensomètre est suffisante pour maintenir les deux tiges en contact avec le fond de l'entaille durant tout l'essai. La forme cylindrique des tiges (cf. *Figure II.23*) permet d'éviter tout ré-entaillage de l'éprouvette. L'extensomètre a une hauteur d'environ 20 mm.

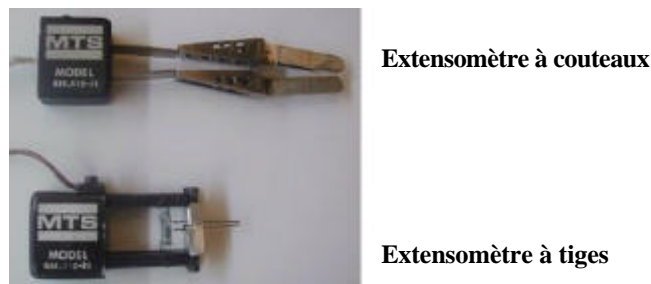


Figure II.23 Schéma d'un extensomètre à couteaux pour éprouvettes AE métalliques et d'un extensomètre à tiges pour éprouvettes AE polymères

### C.I.3 Choix des conditions d'essais

Les trois rayons de courbure choisis vont permettre de montrer l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur les résultats de comportement et d'endommagement. Dans un premier temps, les essais ont été réalisés à 20°C, et ensuite pour compléter les résultats de traction sur éprouvettes lisses, deux températures plus basses -10°C et -50°C ont été ajoutées.

Pour ce type d'éprouvettes, deux modes de pilotage sont possibles : soit un pilotage de déplacement global de l'éprouvette, c'est à dire le même type de pilotage que sur les éprouvettes lisses, soit un pilotage en vitesse de réduction diamétrale. Le premier mode de pilotage est très simple à mettre en place, il ne nécessite aucune modification par rapport aux essais précédents et il n'est pas limité en terme de vitesse.

Le second mode de pilotage est plus compliqué à réaliser. Il a cependant un intérêt particulier dans ce type d'éprouvette, surtout dans le cas où le matériau s'endommage par cavitation. Il a été montré, notamment dans la thèse de B. Tanguy [Tanguy, 2001], que ce mode de pilotage permettait d'accéder à une information supplémentaire par rapport au pilotage en déplacement global. En fin d'essais, quand le matériau a beaucoup cavité, il est possible de suivre la coalescence des cavités. Le pilotage par réduction diamétrale est moins brutal, il permet d'enregistrer la chute de charge liée à la coalescence des cavités, donc à la perte de surface portante. Le changement de pente en fin d'essai permet de quantifier la vitesse de coalescence, paramètre important quand on utilise le modèle GTN (Gurson-Tvergaard-Needleman, [Tvergaard, 1987]) pour tenir compte de l'endommagement par cavitation d'un matériau (cf. *Annexe II.3a*).

La difficulté de ce mode de pilotage réside dans le choix de la bonne vitesse de réduction diamétrale, et ensuite de garantir le positionnement de l'extensomètre en fond d'entaille durant tout l'essai.

On a choisi de travailler avec les deux modes de pilotage, c'est à dire un pilotage en déplacement de l'éprouvette (pilotage LVDT) et un pilotage en vitesse de réduction diamétrale. Ce dernier mode de pilotage a néanmoins été préféré au premier pour les basses températures. Les vitesses alors choisies



sont de  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s et  $2.5 \cdot 10^{-2}$  mm/s. Pour le pilotage en déplacement LVDT, on a choisi une vitesse de 0.15 mm/s.

## C.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes AE à 20°C

### C.II.1 Résultats pour le pilotage en vitesse de réduction diamétrale

La figure II.24 présente les courbes force-réduction diamétrale obtenues pour les essais de traction sur les trois rayons de courbure à 20°C et à  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s. Le calcul du taux de triaxialité des contraintes  $\tau$  initial, réalisé par éléments finis et pris au centre de l'éprouvette pour les trois rayons de courbures, indique une évolution croissante de sa valeur avec la diminution du rayon de courbure ( $\tau = 0.5$  pour AE4,  $\tau = 0.8$  pour AE1.6,  $\tau = 1.1$  pour AE0.8). Le calcul par éléments finis est basé sur la loi de comportement qui sera explicitée aux chapitres IV et V. Ainsi, pour un même déplacement, la contrainte dans l'éprouvette sera plus élevée pour un rayon de courbure plus faible. Entre l'éprouvette AE4 et l'éprouvette AE1.6, on observe une augmentation de la force maximale, ainsi qu'une diminution de la réduction diamétrale à rupture. En revanche, entre l'AE0.8 et l'AE1.6, aucune différence sur la force maximale n'est observée, alors qu'une diminution de la réduction diamétrale à rupture est obtenue. Ainsi il semble qu'en deçà d'une valeur de rayon limite, la force maximale « sature ». Seuls les essais réalisés pour la plus faible vitesse sont présentés, en sachant que les mêmes conclusions peuvent être faites pour la vitesse plus élevée.

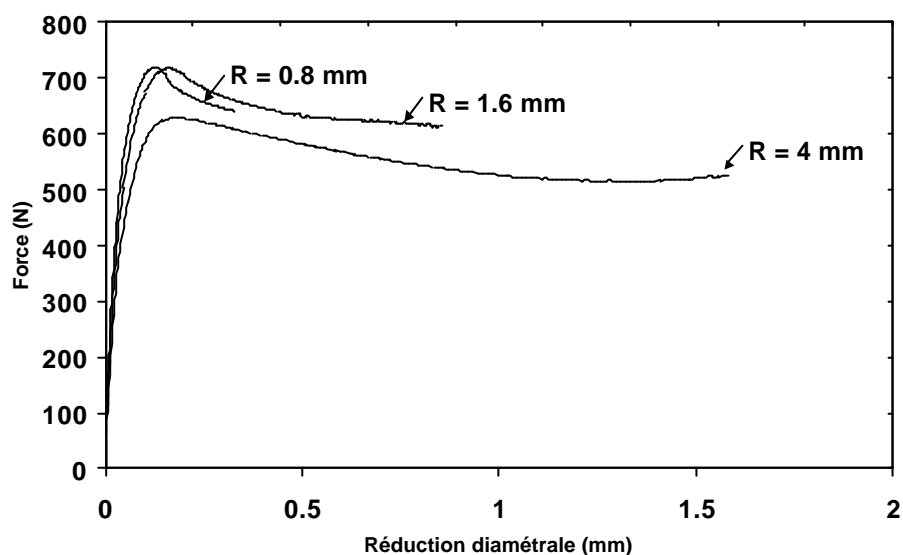


Figure II.24 Courbes force-réduction diamétrale à 20°C en pilotage de réduction diamétrale ( $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s) pour AE4, AE1.6 et AE0.8

Ces résultats ont été confrontés à des essais sur deux autres rayons de courbure, 3 mm (AE3) et 0.15 mm (AE0.15). Concernant le premier (AE3), les essais sont réalisés avec le même extensomètre que précédemment. Par contre, pour le rayon de 0.15 mm, la zone entaillée ressemble plus à une fissure qu'à une entaille. Les tiges de 0.2 mm de diamètre de l'extensomètre ne peuvent plus être utilisées pour la mesure de réduction diamétrale. On utilise alors à la place des plaques de clinquant dont le schéma est présenté sur la figure II.25. Ces plaques sont suffisamment fines pour s'insérer dans l'entaille. De plus, une encoche de 2 mm de profondeur et de 4 mm de diamètre est réalisée sur chaque plaque pour s'adapter parfaitement au fond de l'entaille. Le seul point délicat est un possible réentaillage de l'éprouvette en cours d'essai vue la finesse des plaques de clinquant.

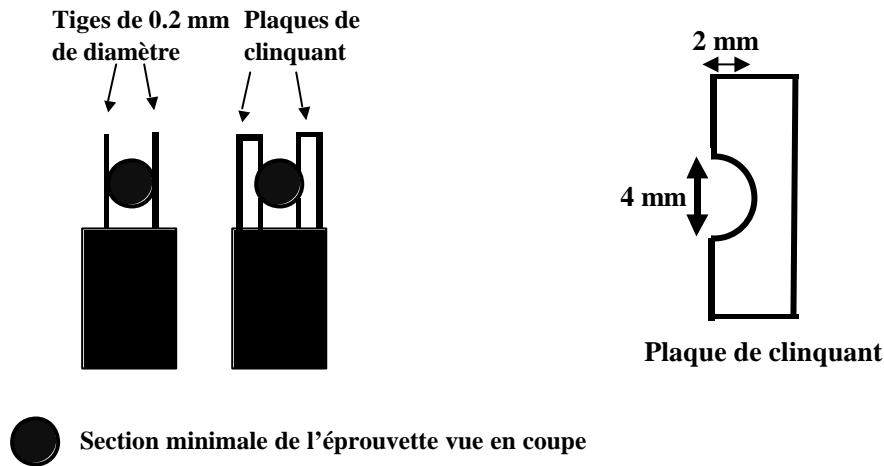


Figure II.25 Schéma des deux extensomètres utilisés pour la mesure de réduction diamétrale

La figure II.26 présente les résultats pour les deux nouveaux rayons de courbure, en plus des rayons 0.8 mm et 4 mm. Les résultats pour l'AE3 se situent assez logiquement entre AE4 et AE0.8. La force maximale de l'AE0.15 est la même que l'AE0.8. L'effet de saturation de la force maximale est ainsi confirmé. Aucune chute de charge n'est observée pour l'éprouvette AE0.15. Ce résultat s'explique par un fort entaillage de l'éprouvette par les plaques de clinquant. Ce résultat n'est pas considéré comme un résultat matériau. Dans le paragraphe suivant, des résultats similaires indiquant le même effet de force maximale saturante lors du pilotage par LVDT sont montrés, où cette fois-ci l'extensomètre est placé de part et d'autre de l'entaille afin de mesurer son ouverture.

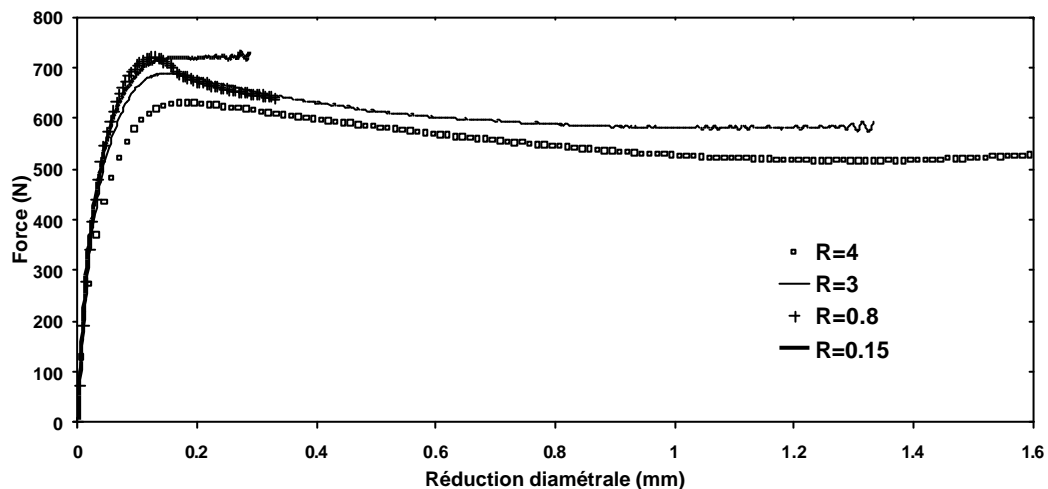


Figure II.26 Courbes force-réduction diamétrale à 20°C en pilotage de réduction diamétrale ( $2.5.10^{-3}$  mm/s) pour AE4, AE3, AE0.8 et AE0.15

Concernant l'aspect général des courbes (cf. Figure II.24), deux résultats intéressants sont à mentionner. Le premier concerne la présence d'un crochet de traction au niveau de la charge maximale. Ce crochet peut indiquer soit un effet de structure, soit un adoucissement du matériau. Dans le cas d'un effet de structure, le crochet de traction indique la formation rapide de la striction qui supporte la majorité de l'élongation et de l'effort. L'effet de structure peut être différencié de l'effet d'adoucissement en traçant les contraintes nettes à la place des contraintes nominales. A titre d'exemple, des travaux sur du polyéthylène sollicité en traction indiquent que les courbes contraintes-déformations nominales montrent un crochet de traction, qui n'est plus visible avec les courbes contraintes-déformations nettes (la contrainte nette est calculée comme étant le produit de la contrainte

de Kirchoff multipliée par un facteur de triaxialité  $F_T$  dépendant de la variation des dimensions de l'entaille en cours d'essai) [G'Sell et al, 1992]. Dans le cas du polyéthylène, il semble donc que ce soit l'effet structure qui prédomine.

En revanche, dans le cas du PVDF, même en passant en contrainte nette, le crochet de traction est toujours présent. Il s'explique alors par l'adoucissement attribué à la formation et à la croissance de cavités formées au moment de la localisation de la déformation dans la zone entaillée.

Le second point intéressant concerne le long plateau de déformation plastique obtenu après le crochet de traction. La charge reste à peu près constante au fur et à mesure de la réduction diamétrale et la fin de l'essai pour les AE4 se caractérise par un rhéodurcissement. Ce résultat indique un fort écoulement plastique associé à une orientation et un glissement des chaînes [G'Sell et al, 1992]. En fin d'essai, les fibrilles sont fortement étirées, elles créent alors une résistance supplémentaire.

### C.II.2 Résultats pour le pilotage en déplacement LVDT

Pour compléter ces résultats, des essais sur les mêmes éprouvettes sont réalisés en pilotant cette fois-ci l'essai en vitesse de déplacement de l'éprouvette. On travaille à 0.05 mm/s. Les mêmes conclusions sont obtenues quant à l'évolution du comportement en fonction de  $\tau$ , c'est à dire une augmentation de la force maximale avec l'augmentation de  $\tau$  (cf. Figure II.27).

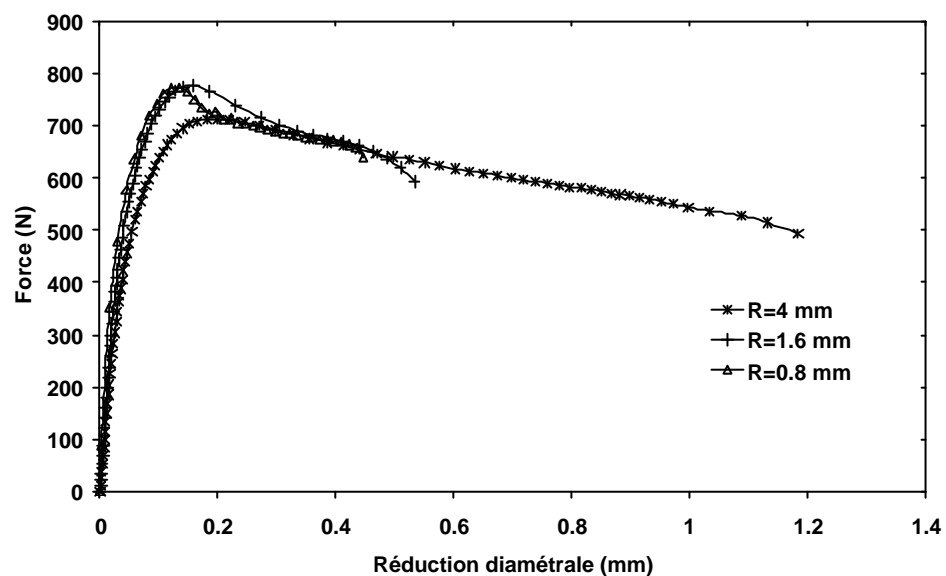


Figure II.27 Courbes force-réduction diamétrale en pilotage LVDT (0.05 mm/s) à 20°C pour différents rayons de courbure AE4, AE1.6 et AE0.8

Des résultats comparables entre AE1.6 et AE0.8 sont observés. En annexe II.3b sont présentés les résultats avec l'éprouvette AE0.15, où la saturation est confirmée. Ces essais permettent de travailler à une vitesse plus élevée, ce qui n'est pas réalisable en vitesse de réduction diamétrale pour des raisons de suivi d'asservissement de la machine Instron. L'influence de la vitesse sur la réduction diamétrale et sur la force enregistrée est ainsi démontrée (diminution de réduction diamétrale à rupture et augmentation de la force maximale avec l'augmentation de vitesse de sollicitation de l'éprouvette). Signalons aussi que la vitesse étant plus élevée pour ce type de pilotage, aucun rhéodurcissement final n'est observé, sans doute parce les chaînes et les fibrilles n'ont pas le temps de glisser les unes par rapport aux autres et se réorienter suffisamment.

La localisation de la déformation dans l'entaille provoque une forte contrainte triaxiale. La déformation peut soit se stabiliser signifiant que le chargement se transmet facilement au reste de l'éprouvette (ce serait le cas à 80°C par exemple, cf. [Castagnet, 1998]), soit provoquer une dilatation

importante dans la zone entaillée conduisant à la formation de cavités [Kramer, 1983]. Pour le PVDF non plastifié, à 20°C il semble qu'on se situe plutôt dans la seconde situation. Cette hypothèse sera confirmée par des mesures de déformation volumique dans ce chapitre au paragraphe C.IV.2.

En complément sont données en annexe II.3c deux courbes représentant les déplacements LVDT et extensométrique (réduction diamétrale) pour deux essais réalisés l'un en pilotage LVDT et le second en pilotage extensométrique. Dans les deux cas, une fois la localisation de la déformation faite dans l'entaille, les vitesses des deux capteurs sont identiques pour les deux modes de pilotage. Ainsi, il semble que la déformation longitudinale soit égale à la déformation radiale après localisation dans l'entaille.

### C.II.3 Dispersion des résultats

Les résultats qui ont été présentés ci-dessus sont à chaque fois des moyennes d'au moins trois essais réalisés dans les mêmes conditions. Au niveau des dimensions des éprouvettes, la seule dimension pouvant être la moins reproductible est le diamètre en fond d'entaille. Des variations de +/- 0.4 mm ont été notées pour un diamètre moyen de 4 mm. Ces faibles variations peuvent néanmoins entraîner des variations sur la valeur de force maximale.

Toutefois la dispersion expérimentale la plus importante porte sur la réduction diamétrale à rupture. Contrairement aux éprouvettes lisses, les défauts de surface n'engendrent pas des ruptures plus rapides. En effet, l'amorçage de la rupture se fait au centre de l'éprouvette. En revanche, des défauts en cœur d'éprouvette apparaissent comme pouvant amorcer des ruptures plus rapides. Dans la matière de nombreuses porosités sont présentes, ainsi que des particules d'impuretés. Elles sont souvent à l'origine de l'amorçage de la rupture.

Les figures II.28a et II.29 présentent différents essais de traction réalisés pour une même température (20°C), une même vitesse ( $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s), et en pilotage de réduction diamétrale, pour deux rayons de courbure, AE4 (cf. Figure II.28a), et AE1.6 (cf. Figure II.29). Pour les deux rayons de courbure, la rupture se fait en moyenne pour une réduction diamétrale à plus ou moins 15%. Dans la plupart des cas, la rupture est brutale, c'est à dire que pour un déplacement donné, l'éprouvette casse immédiatement. On a également observé (cf. Figure II.28a) que l'éprouvette pouvait continuer de se déformer sans qu'une rupture nette ne soit observée. Une analyse plus précise de l'éprouvette a indiqué que celle-ci était complètement rompue en son cœur, mais que le ligament extérieur n'était pas cassé (cf. Figure II.28b). Cette observation est une preuve macroscopique que l'amorçage de la rupture de ce type d'éprouvette se fait à cœur.

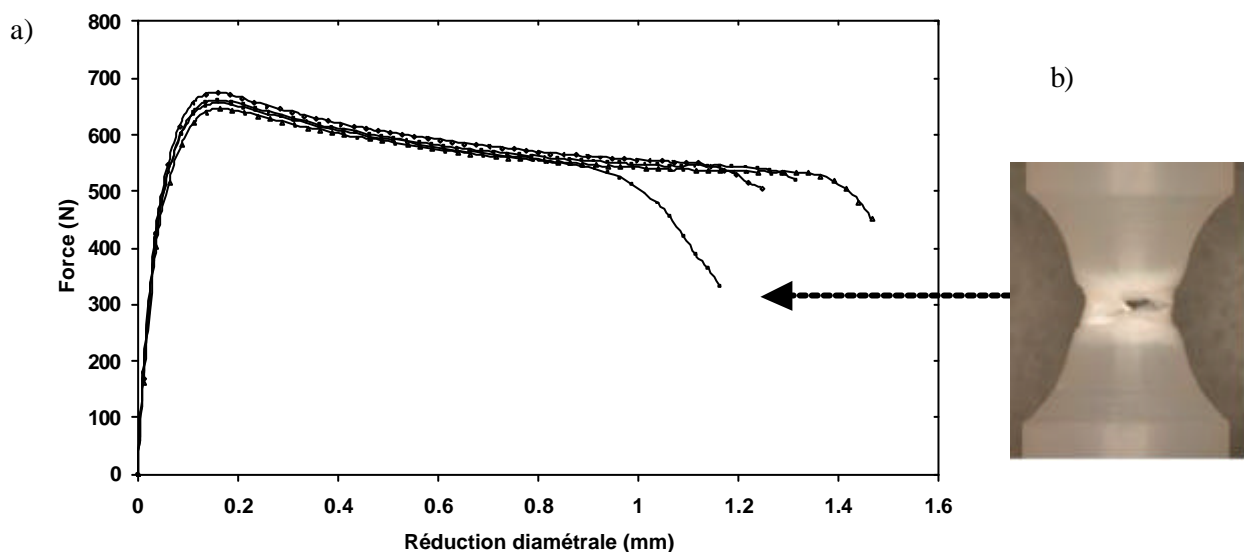


Figure II.28 a. Dispersion des courbes force-réduction diamétrale pour AE4 à 20°C et  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s, b. Eprouvette AE4 avec rupture au centre

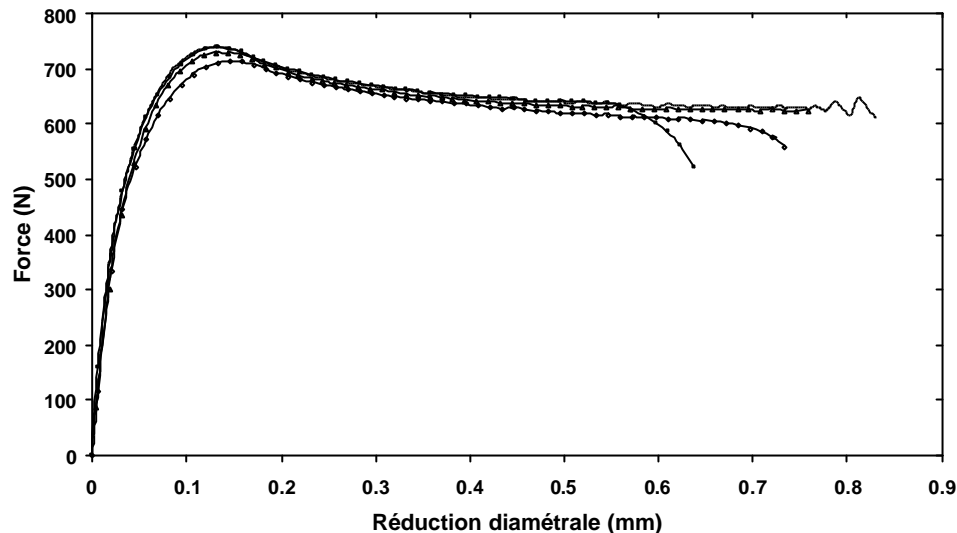


Figure II.29 Dispersion des courbes force-réduction diamétrale AE1.6 à 20°C et  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

Les résultats qui seront présentés dans la suite du travail, comme notamment pour la modélisation, seront des moyennes des différents essais réalisés. Pour les AE4, la réduction diamétrale est d'environ 30% et 17% pour les AE1.6.

#### C.II.4 Effet de la longueur de l'éprouvette

Afin de vérifier que la longueur de fût n'a pas une importance sur les résultats, des essais complémentaires aux précédents sont réalisés en travaillant sur des éprouvettes de deux autres longueurs. Les précédents essais ont été réalisés avec une longueur de fût de 65 mm, les deux longueurs choisies ici sont 100 mm et 45 mm. Notons que l'éprouvette de grande longueur a été difficile à usiner à cause des risques accrus de flambement de l'éprouvette. Pour les essais de traction, l'éprouvette de plus petites dimensions a été plus difficile à placer dans les mors dû au manque de place déjà évoqué précédemment. Mis à part ces problèmes expérimentaux, les résultats de traction force-réduction diamétrale sont identiques (cf. *Annexe II.3d*). Une différence éventuelle pourrait se voir sur les faciès de rupture en terme de rapport de zone de propagation stable/instable, mais pas suffisamment d'essais ont été réalisés pour en faire un résultat statistique fiable.

On retiendra de ces essais que dans le domaine de géométrie explorée, il n'y a pas de différences entre les trois longueurs. Ainsi le choix de départ qui permet un usinage facilité et une bonne mise en place de l'éprouvette avant essai était judicieux.

#### C.III Résultats des essais de traction sur AE à -10°C et -50°C

Afin de compléter les essais de traction sur éprouvettes lisses réalisés aux basses températures, des essais de traction sur les éprouvettes axisymétriques entaillées sont réalisés à -10°C et -50°C. La difficulté expérimentale dans ce cas est double. La première concerne la mise en place de l'éprouvette dans une enceinte refroidie où peu de place est disponible. Une fois cette difficulté contournée, il s'agit de garantir que l'extensomètre ne reste pas collé en fond d'entaille au début de l'essai. De part la présence de givre, les tiges d'aluminium de l'extensomètre peuvent rester figées et ne pas suivre la réduction diamétrale de l'éprouvette.

Malgré ces conditions quelquefois délicates, des essais ont été effectués à deux vitesses pour les deux températures, pour les AE4, AE1.6 et AE0.8. Sur la figure II.30 sont indiqués des résultats comparatifs

entre 20°C et -10°C pour  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s, pour les trois rayons de courbure. Sur la figure II.31, les résultats pour le rayon 1.6 mm sont donnés pour les différentes températures et les deux vitesses afin de montrer l'évolution de la force et de la réduction diamétrale avec la température. Les résultats pour les AE4 et AE0.8 sont donnés en annexe II.3e. Sur les courbes relatives aux AE4, un essai à -80°C a été réalisé.

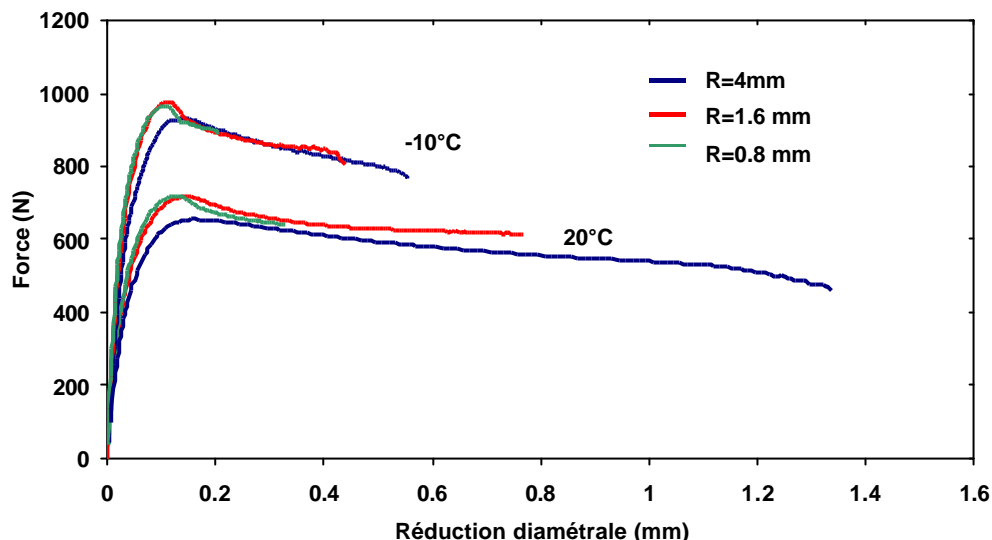
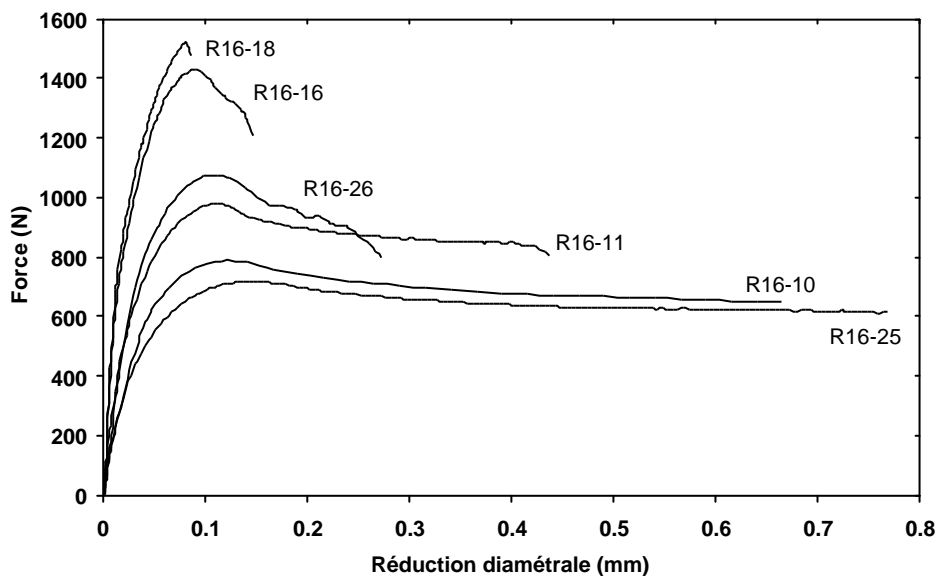


Figure II.30 Courbes de force-réduction diamétrale à 20°C et -10°C pour trois rayons de courbure AE4, AE1.6 et AE0.8, en vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s



T=20°C	vitesse (mm/s)	T=-10°C	vitesse (mm/s)	T=-50°C	vitesse (mm/s)
	$2.5 \cdot 10^{-3}$		$2.5 \cdot 10^{-3}$		$1 \cdot 10^{-3}$
					R16-16
	$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$
					R16-18
					R16-11
					R16-26
					R16-10
					R16-25

Figure II.31 Courbes force-réduction diamétrale pour une éprouvette AE1.6 à 20°C, -10°C et -50°C et deux vitesses de réduction diamétrale ( $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s et  $2.5 \cdot 10^{-2}$  mm/s)

Une augmentation de la force maximale avec la diminution de température est constatée. Pour les trois rayons de courbure, pour une même vitesse de réduction diamétrale, la force maximale augmente d'environ 37% entre 20°C et -10°C et de 55% entre -10°C et -50°C. Le changement le plus important avec la température concerne la déformation plastique après le crochet de traction. En effet, à 20°C, un

plateau de déformation est obtenu après la force maximale, qui se caractérise par une charge qui reste à peu près constante pendant la réduction de diamètre. A  $-10^{\circ}\text{C}$ , même si la longueur du plateau de déformation plastique a déjà beaucoup diminué, une certaine ductilité reste présente. En revanche, à  $-50^{\circ}\text{C}$ , une chute rapide de la force est observée dès que la charge maximale est atteinte. Ce changement de comportement indique très nettement le passage d'un processus de rupture ductile à fragile. L'essai mené à  $-80^{\circ}\text{C}$  pour une AE4 indique une rupture complètement fragile puisque l'éprouvette se casse dès la charge maximale atteinte (cf. Annexe II.3e).

Afin de compléter les résultats de dispersion obtenus à  $20^{\circ}\text{C}$  et présentés sur les figures II.28a et II.29, la figure II.32 présente la dispersion des réductions diamétrales à rupture pour les trois températures et les trois rayons de courbure.

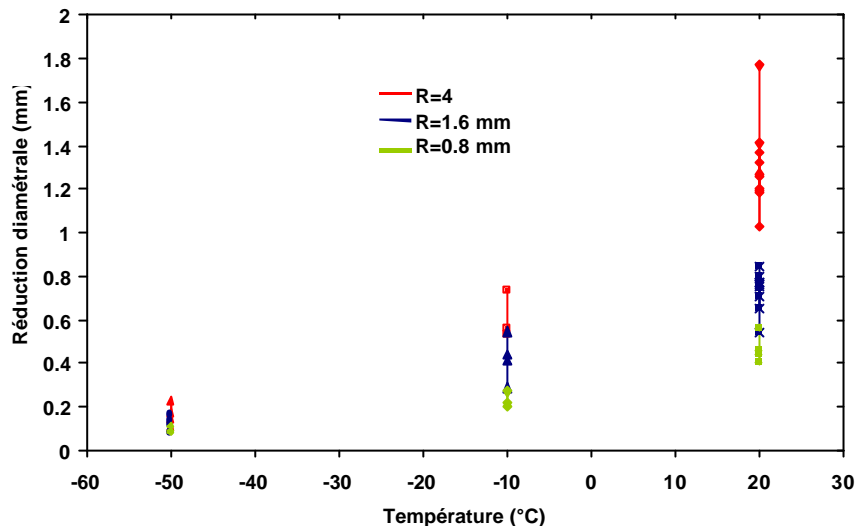


Figure II.32 Dispersion des réductions diamétrales à rupture pour AE4, AE1.6 et AE0.8 à  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $-50^{\circ}\text{C}$ , pour une vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$

Ce graphique permet de rappeler qu'à  $20^{\circ}\text{C}$ , la dispersion sur la réduction diamétrale à rupture n'est pas réglable, et en diminuant la température, la déformation plastique étant réduite, la dispersion l'est également. Si on souhaitait réaliser des essais à plus basses températures, il faudrait certainement accroître la précision extensométrique vu la faible valeur des déplacements mesurés.

#### C.IV Observation macroscopique de l'endommagement lors des essais de traction sur AE

##### C.IV.1 Analyse qualitative de l'apparition et de l'évolution de l'endommagement

Le PVDF, plastifié ou non, possède une particularité intéressante pour l'expérimentateur lors de sa déformation au cours d'un essai de traction : il blanchit dans la zone qui s'endommage, c'est à dire dans la zone où se forment les cavités. Ainsi, la zone où la rupture va se produire peut être facilement localisée dans une éprouvette lisse. Dans le cas d'une éprouvette entaillée, la zone est prédéfinie par la géométrie et il est possible de déterminer à quel moment précis cet endommagement débute.

Les éprouvettes AE0.8 ont été particulièrement intéressantes, pour expliquer la « saturation » de charge maximale. Pour observer l'apparition du blanchiment dans la zone entaillée, l'essai est piloté en déplacement (l'extensomètre n'est pas utilisé car il empêcherait toute observation). Un premier essai sur une AE0.8 à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $0.15 \text{ mm/s}$  est présenté sur la figure II.33, ainsi que les photos prises pendant la déformation. Différentes photos significatives de l'évolution sont données sur la figure II.33. Précisons que pour mieux mettre en évidence le blanchiment, l'éprouvette est éclairée de derrière. Ainsi, au début de l'essai (cf. Image 1), on observe l'éclairage dans la zone entaillée, grâce à

la diffusion partielle de la lumière à travers l'éprouvette. Dès l'image 3, la lumière n'est plus transmise, au contraire une opacité apparaît sur l'image, qui correspond à l'apparition du blanchiment. L'endommagement se produit ainsi avant d'atteindre la force maximale. Il se développe considérablement (cf. Image 4 et 5) pour concerner à la fin de l'essai toute la zone de plus petit diamètre.

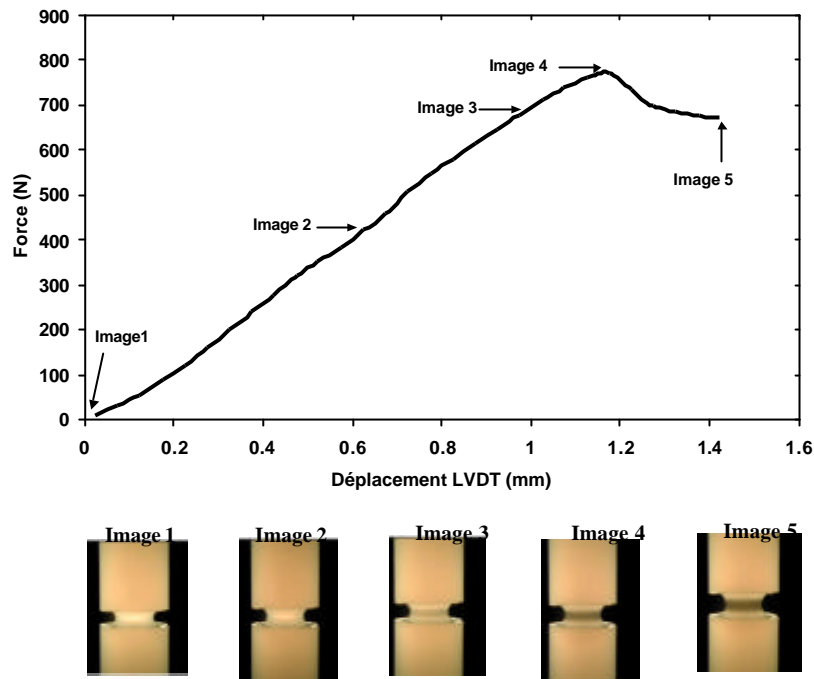


Figure II.33 Observation de l'apparition de l'endommagement dans l'entaille d'une AE0.8 au cours d'un essai de traction à 20°C, et 0.15 mm/s.

Aucune différence entre le cœur et les bords de l'éprouvette ne peut être décelée. La même analyse qualitative a été réalisée sur une éprouvette AE1.6 et AE4, elle révèle le même processus de blanchiment. Cependant dans le cas de AE4, l'endommagement se localise sur une zone entaillée plus large, il apparaît alors moins prononcé que dans le cas de l'AE0.8. Pour les trois rayons de courbure, il apparaît avant la force maximale sans pour autant que l'on puisse identifier précisément l'amorçage. Sa relative importance dans le cas des AE0.8 explique sans doute en grande partie l'effet saturant de la charge. En effet, bien que la triaxialité des AE0.8 soit plus grande que celle des AE1.6, l'endommagement des AE0.8 est tel qu'il limite la surface portante, limitant l'augmentation locale de contrainte. Ces observations mettent en évidence l'existence d'une compétition entre l'augmentation de contrainte ultime liée à l'augmentation de  $\tau$  et l'augmentation de la pression hydrostatique qui crée plus d'endommagement.

#### C.IV.2 Quantification de l'endommagement

Il a été montré pour les éprouvettes lisses une augmentation de volume d'environ 4% au cours d'un essai de traction réalisé à faible vitesse et à 20°C. Cette augmentation de volume était liée à la formation et à la croissance de cavités. La cavitation est un processus d'endommagement (en faisant l'hypothèse que la réversibilité est assez faible) qui sera d'autant plus important que la contrainte hydrostatique sera importante. Ceci a été montré par exemple dans les travaux de Ishikawa et al [Ishikawa et al, 1977] où la contrainte hydrostatique semble être le critère favorable à la germination de cavités.

Pour des éprouvettes entaillées, la déformation plastique est confinée ce qui élève le niveau général des contraintes et le taux de triaxialité peut atteindre des valeurs élevées ( $\tau = 1.1$  pour AE0.8 au cœur



de l'éprouvette avant essai). De ce fait, la contrainte hydrostatique est plus élevée que pour des éprouvettes lisses ( $\tau = 0.33$ ). La cavitation pourrait donc d'autant mieux se développer dans l'entaille, et ainsi la déformation volumique serait plus importante que dans le cas d'une éprouvette lisse.

La détermination de la déformation volumique sur éprouvettes entaillées peut se faire également à l'Ecole des Mines de Nancy sous la direction de C.G'Sell et de J.M. Hiver. Leur méthode appelée vidéo-traction a déjà démontré sur de nombreux polymères sa fiabilité et son exactitude sur les mesures de déformations vraies et de contraintes vraies permettant de calculer les variations de volume. La méthode se base sur sept tâches réparties horizontalement et verticalement dans la zone entaillée. A partir de l'évolution de position de ces tâches en cours d'essais, ils mesurent précisément les variations de volume [G'Sell et al, 2002], en supposant l'isotropie transverse.

Dans le cas de notre étude, les rayons étudiés sont trop faibles pour pouvoir utiliser cette méthode. Une méthode d'analyse d'images assez simple a alors été utilisée. On réalise dans un premier temps l'essai précédent c'est à dire un essai de traction sur AE4 et AE0.8. Les essais sont filmés afin de définir la zone dans l'entaille réellement concernée par l'endommagement, c'est à dire par le blanchiment. Cette méthode ne tient donc compte que de l'endommagement visible à l'œil de l'expérimentateur. Pour l'AE4, la hauteur dans l'entaille concernée par l'endommagement est estimée à 2 mm et à 0.9 mm pour l'AE0.8 (cf. Figure II.34).

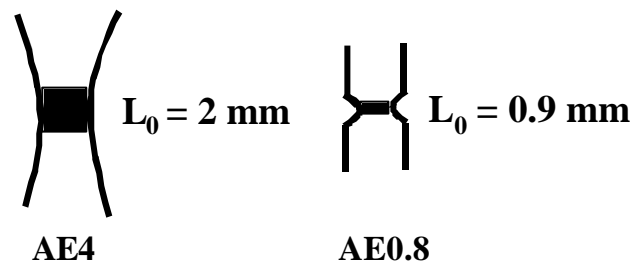


Figure II.34 Schéma des deux zones colorées en noir et représentant la hauteur dans l'entaille concernée par l'endommagement visible, AE4 et AE0.8

Afin de mettre en évidence l'évolution du profil (surface projetée) de cette zone, elle est peinte en noir sur la hauteur prédéfinie ci-dessus. Les mêmes essais de traction sont réalisés et filmés. En faisant l'hypothèse que la déformation surfacique est égale à la déformation volumique ( $\mathbf{e}_v = \mathbf{e}_{zz} + \mathbf{e}_{rr} + \mathbf{e}_{qq} = \mathbf{e}_{zz} + \mathbf{e}_{rr}$  avec  $\mathbf{e}_{qq} = 0$ ), l'évolution du volume des zones noircies est déterminée par analyse d'images.

La figure II.35 présente les résultats obtenus pour l'AE4. Six photos sont prises comme exemple de l'évolution de la zone noircie, la première photo correspondant à l'éprouvette avant essai et la dernière photo correspondant à l'instant de la rupture. La figure II.35 présente l'évolution de la force en fonction du temps, ainsi que l'évolution de la déformation volumique (considérée égale à la déformation surfacique) en fonction du temps.

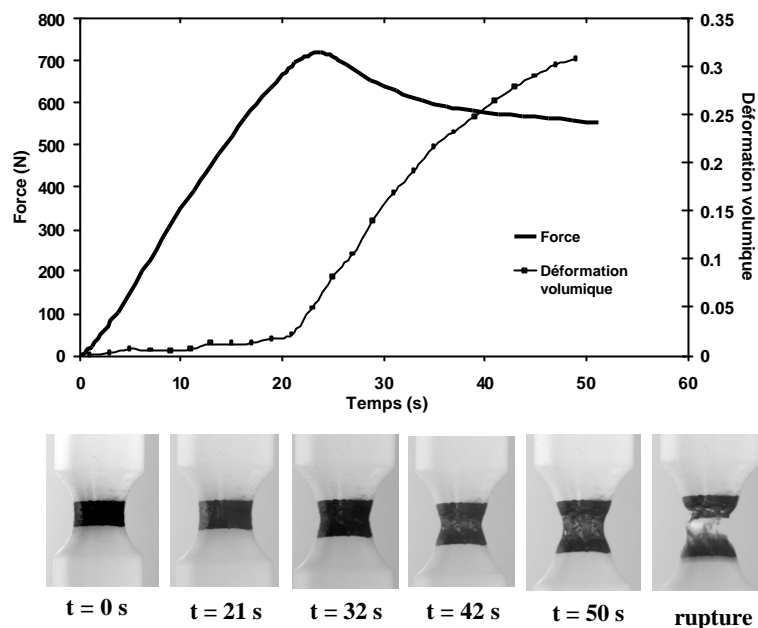


Figure II.35 Observation et mesure de la déformation volumique pour une AE4 à 20° et 0.15 mm/s

Les résultats indiquent que l'augmentation volumique est négligeable les vingt premières secondes de l'essai, c'est à dire le temps nécessaire pour atteindre de la charge maximale. L'augmentation de volume débute juste avant le crochet de traction, de façon très rapide puisqu'elle passe d'environ 2% à 30% à l'instant de la rupture. L'augmentation de volume a tendance à ralentir en fin d'essai (cf. diminution de la pente de la courbe déformation volumique en fonction du temps).

Le même essai sur une éprouvette AE0.8 est réalisé et les résultats sont donnés sur la figure II.36. On rappelle que la hauteur concernée par l'endommagement a été estimée à 0.9 mm.

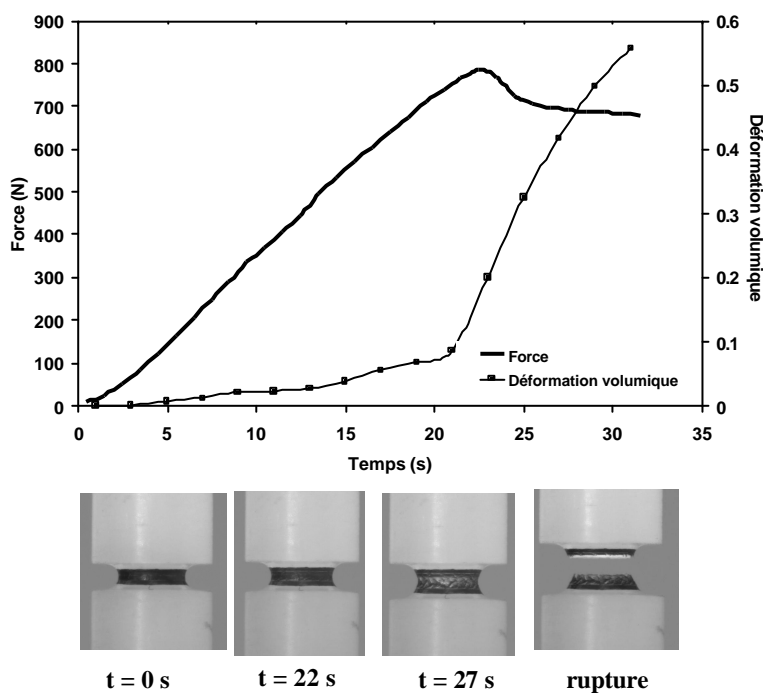


Figure II.36 Observation et mesure de la déformation volumique pour une AE0.8 à 20°C et 0.15 mm/s

Pour une même vitesse de sollicitation et une même température, la déformation volumique d'une AE0.8 juste avant la rupture atteint 55%, alors qu'elle n'est que de 30% pour une AE4 et de 3% pour une éprouvette lisse. Par ces résultats, l'importance du taux de triaxialité des contraintes  $\tau$  sur l'endommagement du matériau est démontrée.

Signalons que certaines hypothèses ont été faites dans ces mesures. Tout d'abord, comme on l'a mentionné, une équivalence entre la déformation surfacique et la déformation volumique est considérée. Or la triaxialité n'est pas équivalente suivant la section de l'éprouvette. La triaxialité sera plus importante en cœur d'éprouvette qu'en peau d'éprouvette c'est à dire en surface. On peut alors supposer que les déformations longitudinales mesurées en surface sur les éprouvettes sont plus importantes que les mêmes déformations à cœur. L'endommagement sera maximal au centre de l'éprouvette, à l'endroit du maximum de triaxialité. Les hypothèses seront infirmées ou confirmées par les simulations numériques dans le chapitre IV. La seconde hypothèse concerne la zone utilisée pour faire la mesure de déformation volumique. En effet, il est probable qu'en prenant une hauteur plus faible, la déformation volumique serait plus élevée. Simplement, lors de la modélisation, on fera les calculs de déformations volumiques sur les mêmes zones qu'expérimentalement. Ces mesures ne sont pas des mesures quantitatives précises de la déformation volumique, mais indiquent simplement l'importance de l'endommagement dans le PVDF suivant la géométrie utilisée.

### **C.V Conclusion des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées**

Les analyses physico-chimiques ont indiqué que le matériau était cristallisé à environ 45% et que sa température de transition vitreuse se situait vers  $-42^{\circ}\text{C}$ . L'analyse de l'évolution du module d'Young apparent a confirmé la nette rigidification au passage de cette transition.

Les essais de traction sur éprouvettes lisses et éprouvettes entaillées permettent de mettre en évidence plusieurs points importants concernant le comportement et l'endommagement du PVDF.

Tout d'abord, les essais réalisés à  $20^{\circ}\text{C}$  et à  $-10^{\circ}\text{C}$  indiquent que le matériau a un comportement ductile pour ces deux températures. Les essais aux différentes vitesses de déformation indiquent que l'effet de la vitesse est moindre par rapport à l'effet de la température. Pour  $T = -50^{\circ}\text{C}$  et en dessous le matériau est fragile, et les observations microscopiques présentées dans le Chapitre III permettront d'apporter des compléments aux résultats des essais mécaniques. Ainsi, une nette rigidification du matériau est constatée avec la diminution de température, symbolisée par l'augmentation du module d'Young, et par l'augmentation de la contrainte maximale. Cette rigidification entraîne également une forte diminution de la déformation à rupture, qui à  $-100^{\circ}\text{C}$  par exemple sur éprouvettes lisses se réduit à 2 ou 3%.

Ensuite, le PVDF se caractérise par un blanchiment dans la zone qui s'endommage. Ce blanchiment témoigne de la présence de cavités, ainsi que de la matière fortement étirée. Ces cavités sont soit initialement existantes, soit formées en cours d'essai. Nous ferons la distinction entre la germination et la croissance dans le chapitre microscopie et modélisation. Cette particularité a permis de quantifier l'augmentation de volume liée à la cavitation et permet ainsi d'expliquer certains comportements comme l'égalité de charge maximale entre deux éprouvettes axisymétriques de taux de triaxialité pourtant différents.

Enfin, l'étude de ces deux types de géométries a montré qu'il est nécessaire d'étudier des géométries uniaxiales et multiaxiales. Les géométries lisses permettent une identification simple et précise du comportement jusqu'à un certain niveau de chargement et les géométries entaillées ont permis d'étendre les résultats à des chargements de niveaux plus élevés mais aussi dans un état triaxial.

## D. Essais mécaniques sur éprouvettes fissurées

### Introduction

Les précédents résultats de comportement et d'endommagement vont être complétés par une étude de la propagation des fissures dans le PVDF non plastifié. Dans ce but, des éprouvettes DENT (Double Edge Notched in Tension) et des éprouvettes SENB (Single Edge Notched in Bending) vont être employées. Dans un premier paragraphe, nous allons expliciter le choix de travailler en traction sur des éprouvettes doublement entaillées et non simplement entaillées. Ensuite, les résultats de traction sur les DENT seront présentés, puis les résultats de flexion sur SENB.

### D.I Choix de la géométrie d'éprouvettes fissurées en traction

Dans la littérature, les éprouvettes SENT, c'est à dire simplement fissurées, semblent être plus utilisées par les expérimentateurs que les éprouvettes DENT (cf. Figure II.37). Elles ont en effet un avantage pour l'usinage qui est celui de n'avoir à réaliser qu'une seule fissure et de s'affranchir ainsi du risque que les deux fissures ne soient pas parfaitement alignées. Cet avantage expérimental mis à part, elle possède un problème majeur qui est de ne pas garantir un état de contrainte de traction pure dans tout le ligament non fissuré durant tout l'essai [Mai et Powell, 1991]. Il est possible en effet suivant la longueur de la fissure et les dimensions de l'éprouvette d'observer une rotation des deux moitiés de l'éprouvette.

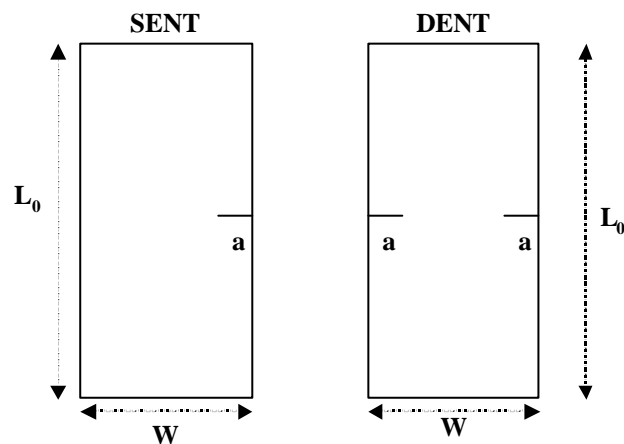


Figure II.37 Eprouvettes SENT et DENT

Afin de vérifier cette constatation expérimentale, on utilise le calcul par éléments finis pour montrer qu'une éprouvette SENT peut subir de la flexion en plus de la traction imposée. Par un calcul simple de type élastique, la réponse obtenue pour les deux types d'éprouvettes est comparée. Les conditions de chargement permettent d'imposer une vitesse de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'influence de la taille de l'éprouvette (plus précisément la longueur utile  $L_0$ ), ainsi que l'influence de la longueur de la fissure sont également étudiées.

Les calculs sont réalisés jusqu'à 8% de déformation globale ( $\Delta L / L_0$ ). Les seules données matériau sont le module d'Young  $E = 1800 \text{ MPa}$  et le coefficient de Poisson  $\nu = 0.38$ . Les calculs utilisent la méthode numérique de Parks qui consiste à calculer le taux de libération d'énergie engendré pour une avancée infinitésimale de fissure [Parks, 1974]. Concernant le maillage des éprouvettes, il est nécessaire de signaler que seul un quart de l'éprouvette DENT est maillé du fait de la symétrie, alors que la moitié de l'éprouvette SENT est maillée. Cette distinction liée à la géométrie a une

conséquence non négligeable. En effet, sur la zone maillée de l'éprouvette DENT (cf. Figure II.38, et annexe II.4), on constate que par symétrie, un déplacement nul suivant  $U_1$  est imposé pour l'axe de gauche. Par contre, pour l'éprouvette SENT, étant donné que l'éprouvette est maillée sur toute sa largeur, les deux axes sont libres de mouvement suivant cette même direction  $U_1$ .

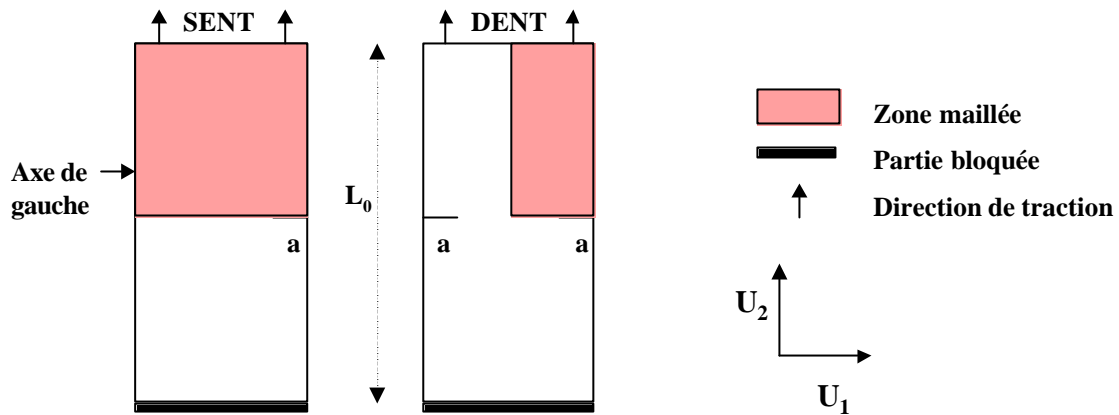


Figure II.38 Maillage des éprouvettes SENT et DENT

La conséquence de ce choix est présentée sur la figure II.39. Les deux maillages représentent une éprouvette SENT et DENT après 8% de déformation élastique. L'éprouvette SENT ne subit pas qu'un effort de traction (uniquement ouverture de l'entaille) mais également un effort de flexion.

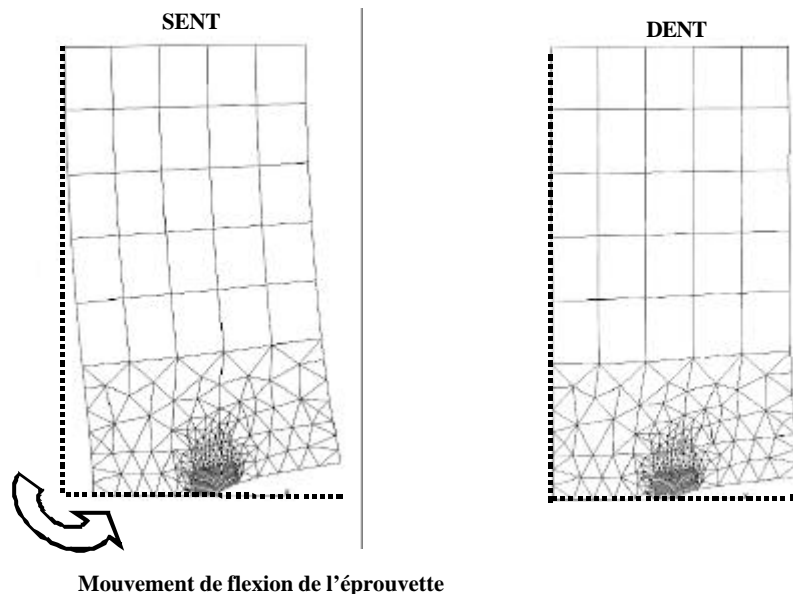


Figure II.39 Observation de la déformation de SENT et DENT soumises à un effort de traction

Pour le démontrer, il est possible de recalculer les facteurs géométriques établis par Tada et Paris (cf. Annexe I.2) pour des essais sur DENT et sur SENT en traction pure. La méthode numérique de Parks [Parks, 1974] permet le calcul de  $G$ , le taux de libération d'énergie, défini au chapitre I. Les valeurs sont données par unité d'épaisseur, puisque le calcul est réalisé en deux dimensions. On peut accéder aux valeurs de  $K$ , facteur d'intensité des contraintes, appelé ici  $K_{Parks}$ , calculé en conditions de déformations planes (16) :

$$K_{Parks} = \sqrt{\frac{2GE}{(1-\nu^2)}} \quad (16)$$

Signalons que le facteur 2 rajouté dans la formule (16) n'est valable ici que parce que le calcul de G numérique se fait sur une demi-structure.

Puis le facteur géométrique  $f_g$  peut être déterminé tel que définit par Tada et Paris [Tada et Paris,

$$1973] (17) : \quad K_{Tada} = \frac{P}{Wb} \sqrt{pa} f_g \quad (17)$$

avec  $P$  la charge,  $W$  la largeur,  $b$  l'épaisseur prise ici égale à 1, et  $a$  la longueur de la fissure.

L'étude a été menée pour différentes longueurs de fissure, mais il n'est présenté ici à titre d'exemple que les résultats pour  $a/W = 0.5$  pour les deux types d'éprouvettes, pour différentes longueurs utiles (cf. *Tableau II.4*).  $K_{Parks}$  est déterminé par le calcul par EF,  $K_{Tada}$  est calculé avec la formule (17) en prenant  $f_g = 1$ . En égalisant  $K_{Parks}$  et  $K_{Tada}$ , on obtient  $f_g$ , qu'il est possible de comparer par rapport à celui des tables de Tada et Paris. En annexe II.4 sont donnés tous les résultats de tous les calculs.

	SENT				DENT			
$L_0/2$	G (MPa.mm)	$K_{Tada}$ (MPa.mm <sup>-1/2</sup> )	$K_{Parks}$ (MPa.mm <sup>-1/2</sup> )	$f_g$	G (MPa.mm)	$K_{Tada}$ (MPa.mm <sup>-1/2</sup> )	$K_{Parks}$ (MPa.mm <sup>-1/2</sup> )	$f_g$
10	76	11.5	18.0	1.55	54	13.4	15.0	1.12
15	114	12.2	22.0	1.79	62	14.1	16.1	1.14
20	147	12.7	24.8	1.95	67	14.6	16.8	1.15
30	199	13.5	29.0	2.15	72	15.2	17.4	1.14
40	240	14.0	31.7	2.27	74	15.4	17.7	1.14
50	270	14.3	33.7	2.34	76	15.6	17.9	1.14

*Tableau II.4 Valeurs de G,  $K_{Parks}$ ,  $K_{Tada}$ , et de  $f_g$  obtenues par calculs éléments finis pour  $a/W = 0.5$  et différentes longueurs utiles*

D'après les normes de Tada et al,  $f_g = 1.18$  pour une éprouvette DENT avec  $a/W = 0.5$ . Les valeurs  $K_{Parks}$  comparées aux valeurs de  $K_{Tada}$ , pour un même rapport  $a/W = 0.5$ , donnent une valeur de  $f_g$  proche, entre 1.12 et 1.15. Ainsi, les calculs élastiques effectués ici donnent la même valeur que les tables généralement utilisées. Bien qu'en général les valeurs données dans les tables soient établies pour une longueur utile, ici la variation de  $L_0$  ne semble pas avoir de grande influence.

En revanche, pour les éprouvettes SENT,  $f_g$  varie beaucoup suivant la longueur utile : il est compris entre 1.55 et 2.34, pour les deux longueurs utiles extrêmes. Cette première remarque indique déjà une première limitation de la validité de ce type d'éprouvette. De plus, d'après les tables de Tada,  $f_g$  pour les éprouvettes SENT est normalement de 3.05. Cette valeur est très supérieure à celles obtenues, quelle que soit la longueur utile. Or, la valeur de  $f_g$  pour ce type d'éprouvette en flexion pure est de 1.49 pour  $a/W = 0.5$ . Ainsi, la comparaison des valeurs des calculs et des valeurs théoriques indique qu'une éprouvette SENT subira simultanément des efforts de traction et des efforts de flexion. Découpler les deux états de contraintes est illusoire dans la mesure où ils dépendent de la longueur utile, comme on l'a vu. De même qu'il paraît difficile ensuite d'élaborer des théories de propagation. Ainsi, on choisira de ne travailler que sur des éprouvettes DENT, pour garantir le chargement de traction pure.

## D.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées

### D.II.1 Présentation des conditions expérimentales

Dans le paragraphe matériau de ce chapitre, on a déjà évoqué que les éprouvettes de traction doublement fissurées ont été prélevées dans l'épaisseur des tubes. Ainsi, les dimensions des éprouvettes sont en mm de 165x12x6, en sachant que la zone entre congés fait 110 mm. Pour mesurer le déplacement global des éprouvettes DENT, on dispose d'un LVDT. En complément, un capteur extensométrique type MTS est utilisé de part et d'autre de l'entaille, afin d'avoir une mesure plus précise du déplacement, c'est à dire de l'ouverture de l'entaille. La base de mesure du capteur extensométrique est de 6.2 mm (cf. Figure II.40). Le capteur est maintenu sur l'éprouvette à l'aide de deux ressorts ou de deux caoutchoucs. L'extensomètre sera également utilisé pour réaliser des essais en pilotage de vitesse d'ouverture. On pourra asservir la ligne du montage à une vitesse constante d'ouverture de fissure. En annexe II.2d sont données les conditions de fissuration.

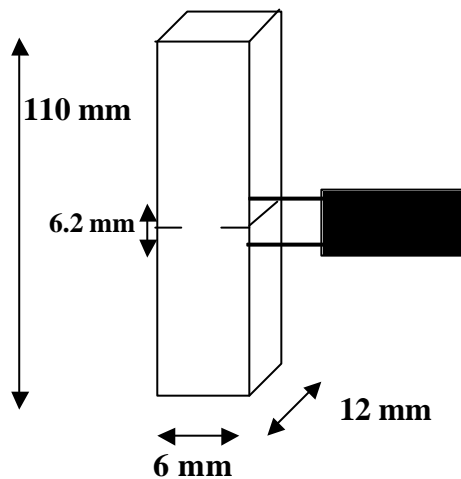


Figure II.40 Schéma d'une éprouvette DENT avec l'extensomètre de base de mesure 6.2 mm

Les essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées ont été réalisés à trois températures, 20°C, 0°C et -20°C. Des essais en complément ont été réalisés à 35°C afin d'étudier plus en détails l'influence de la température sur le type de propagation obtenue. Nous reviendrons dans le chapitre microscopie sur les différents types de faciès en fonction de la température.

La vitesse de déplacement traverse choisie est de 0.15 mm/s. D'autres essais seront également réalisés en imposant la vitesse d'ouverture d'entaille à 0.01 mm/s. Cette vitesse correspond à la vitesse d'ouverture moyenne enregistrée par l'extensomètre avant la propagation au cours d'un essai réalisé à la vitesse LVDT de 0.15 mm/s (les courbes déplacement en fonction du temps pour le LVDT et l'extensomètre sont données en annexe II.5).

Les essais sont réalisés pour différentes profondeurs d'entaille  $a$ . Ainsi, les rapports  $a/B$  (c'est à dire profondeur de fissure sur épaisseur) seront en général entre 0.1 et 0.5. Le tableau II.5 suivant donne les différents essais réalisés avec les températures, les longueurs de fissure et les rapport  $a/B$ .

Essais	Température	2*a (mm)	B-a (mm)	a/B
AG28	35°C	2*0.5	4.84	0.17
AG29	35°C	2*0.82	4.3	0.28
AG31	35°C	2*1.3	3.15	0.45
AG4	20°C	2*0.2	5.6	0.07
AG5	20°C	2*0.75	4.5	0.25
AG6	20°C	2*1.125	3.75	0.38
AG12	20°C	2*1.375	3.25	0.46
AG20	20°C	2*0.3	5.4	0.07
AG30	20°C	2*0.7	4.55	0.25
AG32	20°C	2*1.3	3.17	0.455
AG 35	20°C	2*1.3	2.97	0.49
AG 36	20°C	2*0.55	4.53	0.19
AG 37	20°C	2*0.7	4.3	0.25
AG7	0°C	2*0.2	5.6	0.07
AG8	0°C	2*0.85	4.3	0.27
AG9	0°C	2*1.38	3.16	0.47
AG10	0°C	2*0.2	5.6	0.07
AG26	0°C	2*1.5	3	0.5
AG21	-20°C	2*1.2	3.35	0.41
AG22	-20°C	2*0.4	5.11	0.135
AG23	-20°C	2*0.8	4.31	0.27
AG24	-20°C	2*1.1	3.55	0.38
AG25	-20°C	2*1.38	3.20	0.46

Tableau II.5 Récapitulatif des essais sur DENT, les cellules grisées indiquent les essais réalisés en pilotage de déplacement de l'extensomètre

## D.II.2 Résultats des essais de traction sur DENT

### D.II.2.a Essais en pilotage de déplacement LVDT

Les résultats sur les différents graphiques vont être exprimés en terme de contrainte nette en fonction de la déformation nominale issue de la mesure de déplacement de l'extensomètre ( $\Delta L / L_0$  avec  $\Delta L$  l'ouverture et  $L_0 = 6.2$  mm). La contrainte nette est définie comme (18) :

$$s_{nette} = \frac{Force}{W.(B - a)} \quad (18)$$



Dans un but de simplification, l'expression «ouverture de fissure» sera employée pour parler de déplacement extensométrique, même si l'expression peut paraître abusive. Le déplacement mesuré par l'extensomètre donne néanmoins une bonne approximation de l'ouverture de l'entaille en cours d'essai.

La figure II.41 présente les résultats des essais effectués à 20°C. Aux essais sur DENT est ajouté un essai sur éprouvette lisse afin de mieux voir l'évolution de la contrainte nette (égale à la contrainte nominale puisque  $a = 0$ ) avec la profondeur d'une fissure. Pour un rapport  $a/B$  supérieur à 0.25, la contrainte nette maximale augmente peu.

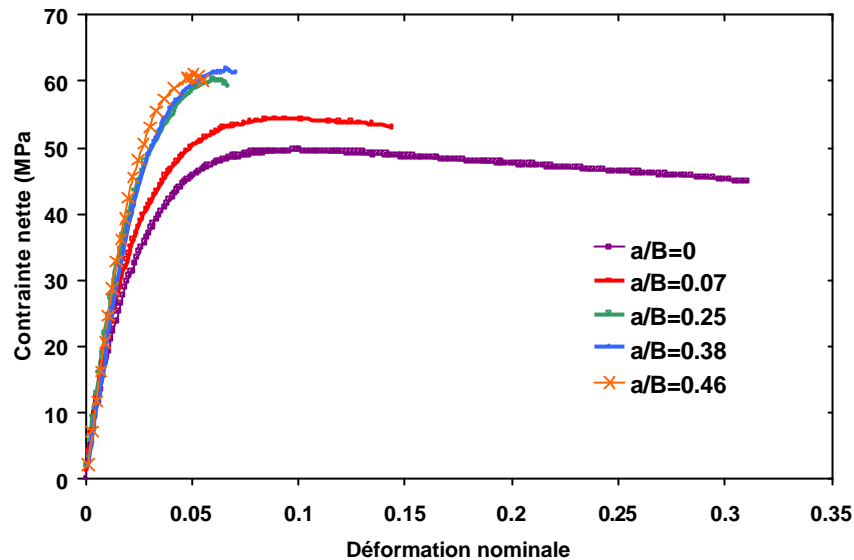


Figure II.41 Résultats des essais sur DENT à 20°C pour différents  $a/B$ , à 0.15 mm/s.

Les résultats à 35°C, 0°C et -20°C sont présentés en annexe II.5b. Dans certains cas, comme par exemple à -20°C pour l'essai noté AG22, l'extensomètre est resté collé sur l'éprouvette à cause du givre. Cet essai ne peut donc pas figurer sur les courbes puisque la déformation nominale présentée sur les graphiques est issue des mesures du capteur extensométrique. Dans ce cas pour la modélisation, seul le déplacement LVDT sera utilisé.

Les résultats suivants représentent pour une même longueur de fissure l'effet de la température (cf. Figure II.42). Comme précédemment l'influence de la température sur la rigidité du matériau est constatée. Sur cette même courbe, les résultats obtenus à 35°C ne sont pas présentés car aucun essai n'a été réalisé pour un rapport  $a/B = 0.5$ . À -20°C, la pente de la courbe est quasi linéaire ce qui témoigne de très peu de ductilité. Rappelons alors que dans le cas des éprouvettes lisses, cette perte de ductilité intervenait plutôt vers -50°C. L'influence de la présence d'une fissure sur le comportement du matériau est donc mise en évidence.

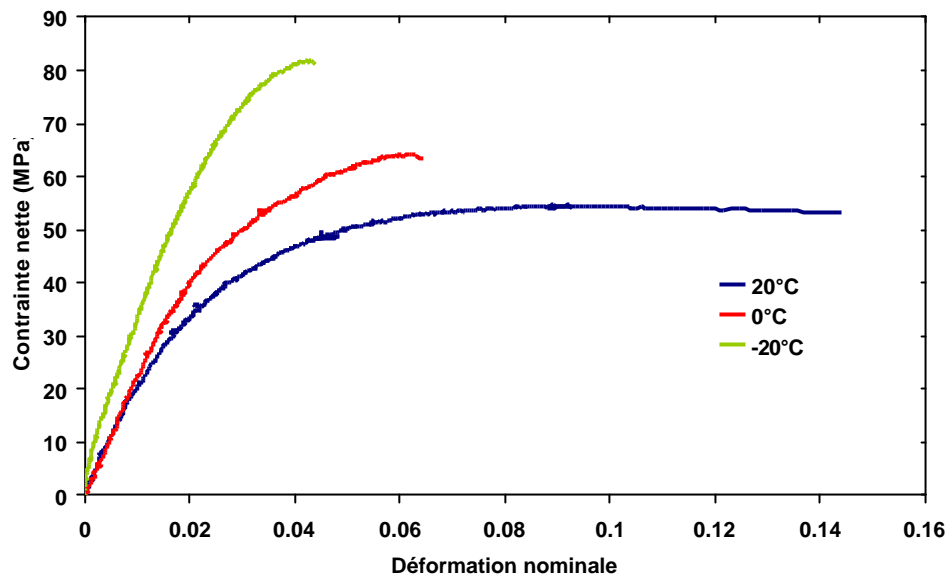


Figure II.42 Influence de la température (entre -20°C et 20°C) sur les résultats d’essais de traction sur éprouvettes DENT,  $a/B = 0.5$ , à 0.15 mm/s

Afin de mieux voir l’influence de la longueur de fissure, la figure II.43 présente une carte de triaxialité pour trois DENT ayant trois longueurs de fissure différentes. Ces cartes représentent une vue en coupe de l’éprouvette sur une demi-épaisseur et une demi-largeur, l’éprouvette étant symétrique suivant ces deux directions. Plus la longueur de fissure est importante, c’est à dire plus le rapport  $a/B$  est élevé, et plus le taux de triaxialité des contraintes en avant du front de fissure est grand. Pour  $a/B = 0.1$ , sur une grande partie du ligament non fissuré,  $\tau = 0.33$ , c’est à dire la valeur de  $\tau$  pour une éprouvette lisse. Ainsi, pour ce type d’éprouvette, le ligament non fissuré se rapproche des conditions de contraintes planes, alors que pour des valeurs de  $a/B > 0.3$ , en avant de la fissure notamment dans l’épaisseur, l’éprouvette est en conditions de déformations planes. Il est évident que cette différence explique que la contrainte nette principale soit plus élevée pour les éprouvettes plus profondément fissurées. Pourtant sur la figure II.41, la contrainte nette sature pour des triaxialités croissantes. Ce résultat confirme les saturations observées sur les éprouvettes axisymétriques entaillées, dues à l’endommagement.

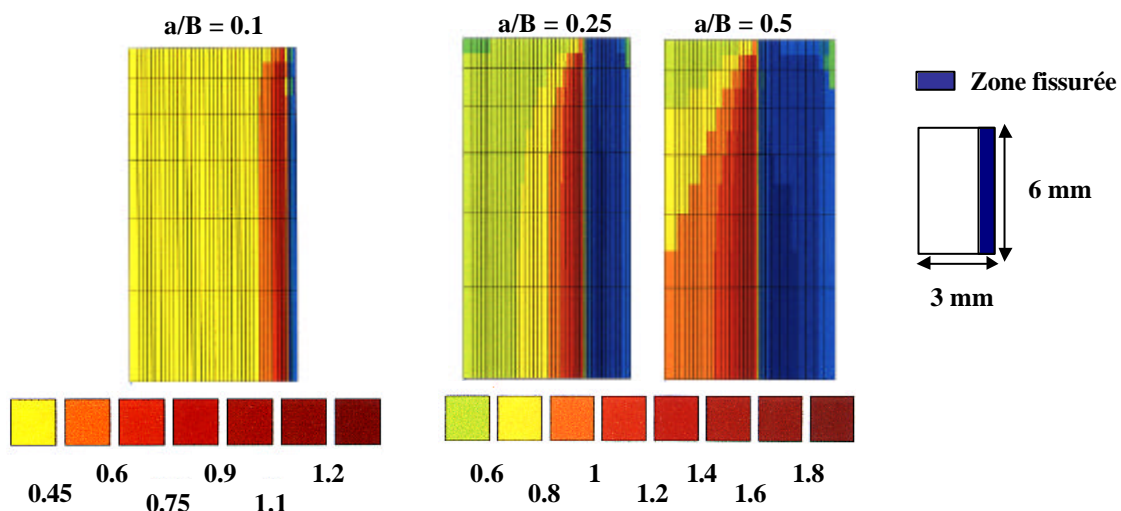


Figure II.43 Carte d’un essai de traction sur DENT indiquant la répartition des iso-valeurs de triaxialité avant sollicitation

## D.II.2.b Essais en pilotage d'ouverture

Des essais réalisés en vitesse d'ouverture de fissure sont présentés sur la figure II.44. Ces essais ont été réalisés afin de voir l'influence de la vitesse d'ouverture sur les résultats de propagation des fissures. En effet, la comparaison des vitesses d'ouverture par rapport aux vitesses de déplacement de l'éprouvette indique que suivant la longueur de la fissure, ces deux vitesses peuvent être proportionnelles (cf. *Annexe II.5a*). Les résultats des essais de traction indiquent que la propagation peut être stable, comme pour les essais AG32, AG35 et AG36. Pour AG32 et AG36, il est possible d'obtenir une rupture complètement ductile de l'éprouvette fissurée.

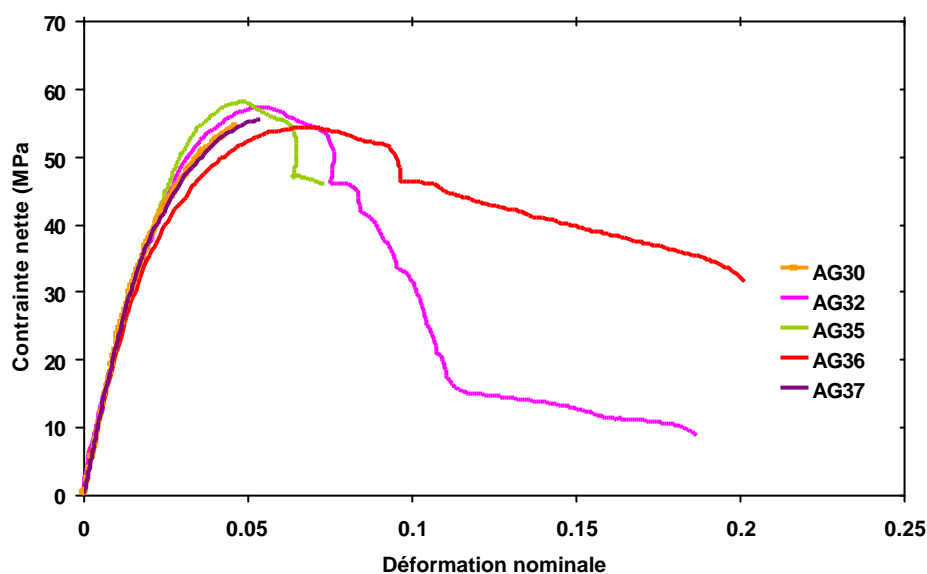


Figure II.44 Essais de traction sur DENT à 20°C en vitesse d'ouverture de fissure, 0.01 mm/s

La figure II.45 présente les déplacements LVDT et extensométrique (c'est à dire d'ouverture) pour un essai réalisé en pilotage LVDT (trait gras) et pour un essai réalisé en pilotage d'ouverture (trait fin). Si les vitesses entre les deux types de pilotage sont comparées en fin d'essai en pilotage LVDT, au moment où la propagation commence, on observe une nette accélération de l'ouverture. Cette accélération peut être contrôlée en pilotant l'ouverture à une vitesse fixe, comme réalisée sur la figure II.44.

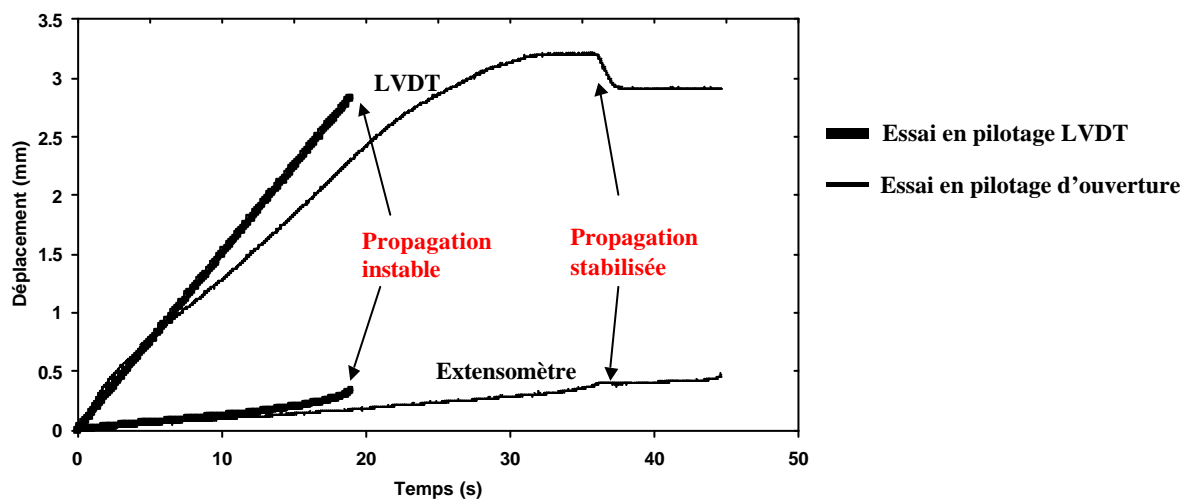


Figure II.45 Comparaison de déplacements LVDT et extensométrique pour deux essais à 20°C pilotés en vitesse de déplacement global 0.15 mm/s (trait épais) et en vitesse d'ouverture 0.01 mm/s (trait fin),  $a/B = 0.5$

Avant la propagation, les vitesses entre les deux essais sont équivalentes. Ensuite, en pilotage LVDT, la vitesse d'ouverture augmente témoignant d'une propagation proche. En pilotage d'ouverture en revanche, cette augmentation de vitesse est empêchée, à tel point que l'asservissement indique même un retour du LVDT. La principale conséquence est que la rupture rapide et instable qui était obtenue en pilotage LVDT peut parfois être évitée en pilotage d'ouverture (courbe AG32 et AG36). Ainsi, comme il sera discuté plus abondamment dans le chapitre III, à 20°C on se situe dans un domaine de transition entre la propagation de fissure stable et la propagation instable. Le contrôle de la vitesse d'ouverture peut induire un changement de mode de rupture.

#### D.II.2.c Observation macroscopique d'un essai de traction sur DENT

Afin de pouvoir identifier à quel moment précis débute la propagation, chaque essai est filmé. La fissure n'étant quasiment pas visible à l'œil nu, il est assez difficile de la voir se propager. Sur les photos présentées ci-dessous est visible l'extensomètre dont les couteaux sont situés de part et d'autre des entailles. Deux caoutchoucs sont utilisés pour maintenir l'extensomètre sur l'éprouvette (cf. Figure II.46).

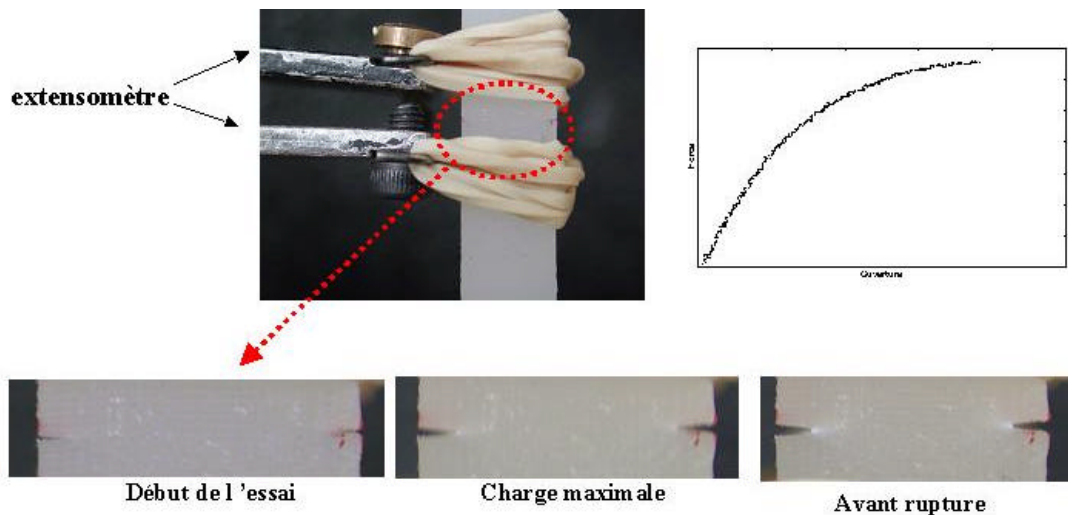


Figure II.46 Observations macroscopiques d'un essai sur DENT à 20°C

Trois photos sont présentées à trois moments importants de l'essai AG5, c'est à dire réalisé en pilotage LVDT à 20°C pour une taille de fissure de 0.75 mm de chaque côté. Tout d'abord, au début de l'essai, même en agrandissant la photo, il est assez difficile de discerner la fissure, et il est impossible de mesurer précisément par ce moyen sa longueur initiale. La seconde photo est prise juste avant d'atteindre la force maximale : l'endommagement apparaît en fond de fissure. La dernière photo est prise juste avant rupture et indique la présence de deux lobes blancs en pointe de fissure. Ces deux lobes témoignent de la présence de cavités et de fibrilles étirées. La forme de ces lobes fait penser intuitivement au schéma d'un craze présenté au Chapitre I (cf. Figure I.14) [Kausch, 1976].

En effet, Kausch a mentionné qu'une rupture macroscopiquement fragile était précédée dans les polymères semi-cristallins par la formation et/ou la croissance d'une zone de défauts stable, comme un craze. Ainsi par identification avec le schéma présenté au chapitre 1, la zone blanche notée C est identifiée comme étant une zone de croissance du craze par extension des fibrilles et des cavités. La zone B en avant de la zone C est une zone de germination de cavités et de fibrilles. Enfin la zone A plus en avant est une zone déformée élastiquement. La zone D est la fissure initiale. A cette occasion, un fort émoussement en pointe de fissure est constaté.

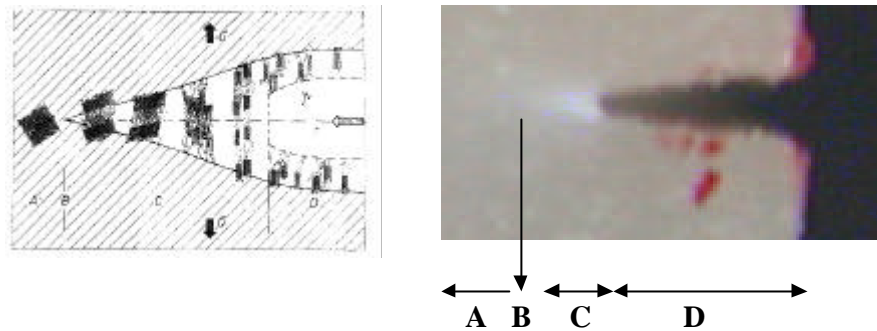


Figure II.47 Identification des différentes zones formant un craze : A : Zone déformée élastiquement, B : Zone de germination de cavités et de fibrilles, C : Croissance de craze par extension de fibrilles, D : Transformation du craze en fissure, ici fissure initiale, [Kausch, 1976]

De manière générale, les entailles ou fissures sont plus défavorables aux polymères ductiles comme le PVDF à 20°C qu'aux polymères fragiles comme les polymères vitreux. Les résultats de Takano et Nielsen qui indiquent que les polymères semi-cristallins ductiles peuvent avoir un comportement macroscopique fragile en présence d'une fissure sont ainsi confirmés [Takano et Nielsen, 1976].

### D.II.3 Effets de la longueur de l'éprouvette sur le type de rupture

Tout comme les éprouvettes axisymétriques entaillées, la longueur de fût des éprouvettes DENT est relativement élevée par rapport aux autres dimensions de l'éprouvette. Pour rappel, la longueur de fût est de 110 mm, la largeur 12 mm et l'épaisseur 6 mm.

Des essais menés en parallèle chez Arkéma sur un autre grade de PVDF, plastifié cette fois-ci, ont indiqué que pour une longueur de 110 mm, la rupture était instable, c'est à dire que le début de propagation de la fissure provoquait la rupture immédiate de l'éprouvette. Cette rupture sera qualifiée ici de fragile. Les éprouvettes de plus petites longueurs utiles, c'est à dire inférieure à 40 mm ont un comportement plus ductile et une propagation stable de la fissure est obtenue (on a également observé ce phénomène avec un pilotage en ouverture, essais AG32 et AG36).

Ici, quatre longueurs de fissure ont été étudiées : 110 mm noté L4 (des essais complémentaires à ceux du tableau II.5 ont été réalisés pour respecter les mêmes conditions expérimentales), 90 mm noté L3, 70 mm noté L2 et 50 mm noté L1. En deçà de cette valeur limite, il n'est plus possible de positionner un extensomètre de mesure d'ouverture. Nous rappelons que ces valeurs sont les longueurs prises entre les mors de serrage. Les essais sont pilotés en déplacement LVDT à 0.05 mm/s. Ainsi, les vitesses de déformation nominale seront d'autant plus élevées que l'éprouvette sera courte (entre  $4.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Cependant dans le cas des éprouvettes lisses, il a déjà été observé que multiplier la vitesse de déformation par un facteur deux ne modifiait que de façon négligeable les résultats.

Les résultats sont présentés cette fois-ci en force en fonction de l'ouverture, puisque les éprouvettes qui vont être présentées ont à peu près la même surface portante. Ainsi, sur la figure II.48 sont présentés les résultats pour trois longueurs différentes (L4 = 110 mm, L3 = 90 mm, L2 = 70 mm) pour un rapport a/B de 0.5.

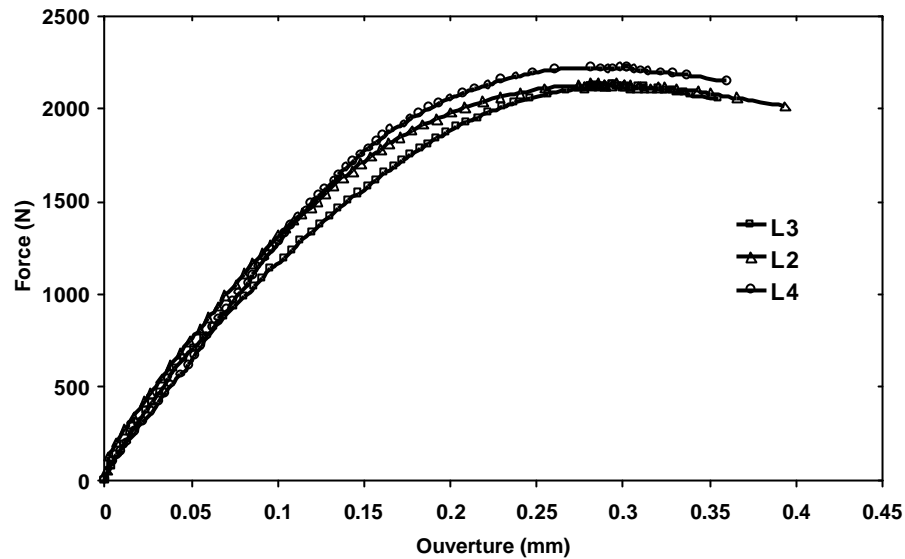


Figure II.48 Résultats de traction pour DENT de trois longueurs utiles différentes à 20°C et 0.05 mm/s

A la dispersion expérimentale près, aucune différence entre les trois longueurs d'éprouvettes n'est observée. Pour un même rapport  $a/B = 0.44$ , l'éprouvette de plus petite longueur L1 semble avoir un comportement plus ductile (cf. Figure II.49) (charge maximale moins grande et ouverture plus marquée témoignant d'une propagation plus stable), mais en aucun cas l'éprouvette de petite taille indique une propagation stable durant tout l'essai. Sans doute faudrait-il encore diminuer la longueur de l'éprouvette pour noter plus de différences.

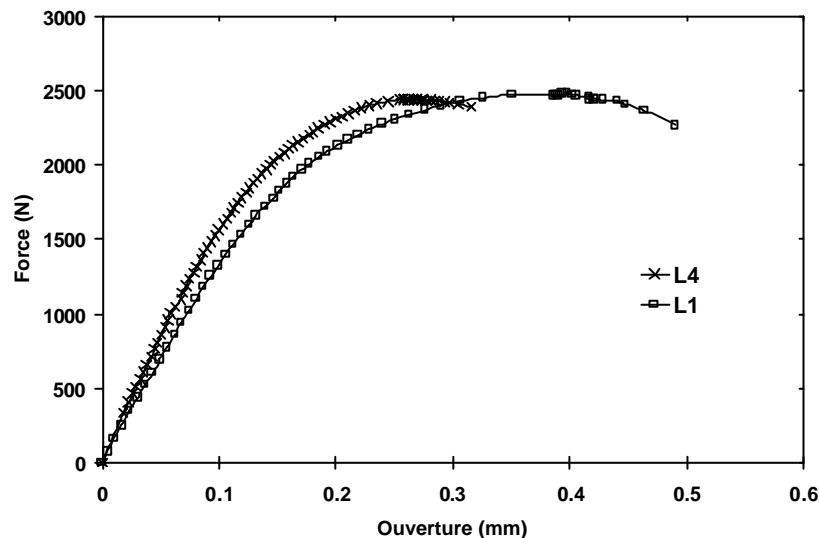


Figure II.49 Comparaison de résultats de traction pour deux éprouvettes L4 et L1 à 20°C et 0.05 mm/s

L'effet de la longueur d'éprouvette sur le type de propagation a été étudié par Paris et al [Paris et al, 1979], [Paris et Hutchinson, 1979], et mérite d'être exposé car il servira plus tard à justifier des différences de propagation de fissure suivant le type de géométrie.

Paris et al formulent une approche sur la stabilité de la propagation de fissure, en se basant sur le concept de l'intégrale J. Un matériau aura un déchirement ductile stable si la pente de la courbe  $J = f(\Delta a)$  est constante. Afin d'avoir une équation valable pour toutes les températures, il est écrit

que la propagation sera stable pour  $\frac{dJ}{da} * \frac{1}{\mathbf{s}_0} = \text{constante}$ ,  $\mathbf{s}_0$  étant la contrainte d'écoulement. Il propose le paramètre T comme étant le module de déchirement du matériau et dont l'expression est (19) :

$$T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{\mathbf{s}_0^2} \quad (19)$$

pour une éprouvette DENT telle que représentée sur la figure II.50, le chargement limite s'exprime de la façon suivante (20) :

$$P_L = \mathbf{s}_f (W - 2a)B \quad (20)$$

où  $\mathbf{s}_f$  la contrainte de référence d'une éprouvette DENT est égale à trois fois la contrainte de chargement limite d'une éprouvette lisse [Ritchie et al, 1973], c'est à dire ici  $\mathbf{s}_f = 3\mathbf{s}_0$ .

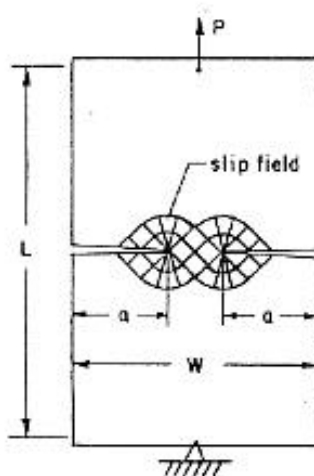


Figure II.50 Eprouvette DENT [Paris et al, 1979]

Le CTOD (Crack Tip Opening Displacement) noté ici  $\delta$  est proportionnel à l'allongement plastique tel que  $d\delta = 2d(\Delta L_p)$ , ce qui correspond à une augmentation de J telle que :  $d = \frac{J}{\mathbf{s}_0}$  et  $dd = \frac{dJ}{\mathbf{s}_0}$ .

Ainsi l'allongement plastique de l'éprouvette est tel que (21) :

$$d(\Delta L_p) = \frac{d(J)}{2\mathbf{s}_0} \quad (21)$$

L'incrément de  $d(J)$  induit un incrément de  $da$ , donc le chargement limite sera réduit de :  $dP_L = -2\mathbf{s}_f daB$ . Cela implique une réduction de la longueur élastique telle que (22) :

$$d(\Delta L_e) = \frac{dP_L L}{BWE} = -\frac{2\mathbf{s}_f daL}{WE} \quad (22)$$

Dans le cas d'une machine rigide, l'instabilité aura lieu dès que la valeur de diminution de longueur élastique excèdera la valeur de longueur plastique nécessaire à la propagation. Ainsi :

$$\text{Si } \frac{6s_0 daL}{WE} - \frac{dJ}{2s_0} \geq 0, \quad \text{alors} \quad T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{s_0^2} \leq \frac{12L}{W} \quad (23)$$

Pour que la propagation soit stable, il faut que le module de déchirement intrinsèque au matériau soit toujours supérieur à la partie droite de l'équation (23). Ainsi, plus la longueur de l'éprouvette sera élevée, plus il y aura un risque que  $T$  soit inférieur à ce critère. Une longueur plus importante d'éprouvette tend à favoriser l'instabilité de propagation, de la même manière que l'utilisation d'une machine souple. Ainsi, il semble raisonnable de penser qu'une très petite longueur d'éprouvette permettra de limiter les risques d'instabilité et donc de favoriser la ductilité des matériaux.

### D.III Essais de flexion sur éprouvettes simplement fissurées

#### D.III.1 Normes et conditions expérimentales

Les essais de flexion sur éprouvettes fissurées nécessitent le respect de normes précises pour ensuite réaliser des calculs de  $J$ . Afin de pouvoir éventuellement faire ces calculs, les normes l'ASTM E813-89 [ASTM, 1989] relatives aux essais de flexion trois points et au calcul de  $J_{Ic}$  sont choisies. La longueur des éprouvettes est de 76 mm (c'est à dire  $4 \cdot W + 20$  mm), la largeur  $W$  est 14 mm et l'épaisseur  $B$  est de 7 mm. L'extensomètre utilisé est suffisamment mou pour ne pas induire une ouverture de la fissure avant essai, mais suffisamment rigide pour suivre correctement l'ouverture tout au long de l'essai (cf. Figure II.51).

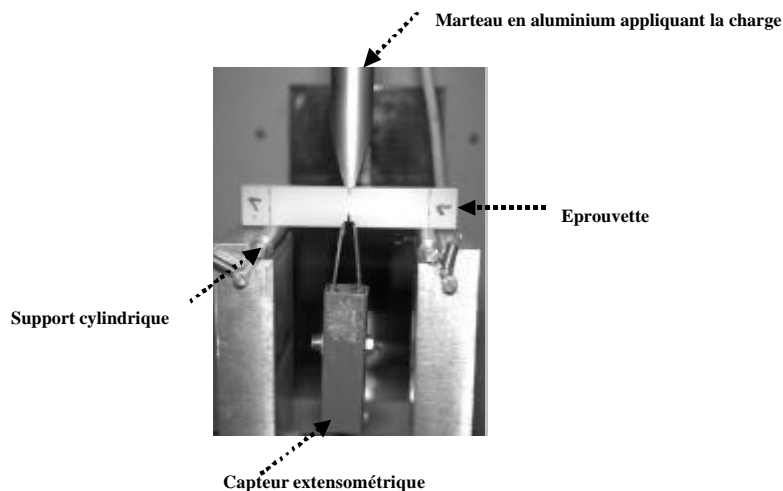


Figure II.51 Montage de flexion trois points avant essai

Les essais sont réalisés en vitesse de déplacement du marteau à 0.15 mm/s, à trois températures 20°C, -10°C et -30°C. Cette limite en température est fixée par la limite d'utilisation de l'extensomètre. Le tableau II.6 résume les essais réalisés pour des rapports  $a/W$  se rapprochant au maximum de 0.5.



Essai	Température	Longueur de pré-fissure (mm)	a/W	W-a (mm)
F11	20°C	1.56	0.46	7.54
F12	20°C	2.07	0.497	7.03
F13	20°C	2.05	0.496	7.05
F15	20°C	1.7	0.471	7.4
F16	-10°C	1.07	0.419	8.03
F17	-10°C	1.1	0.428	8
F18	-10°C	1.75	0.475	7.35
F19	-10°C	1.9	0.485	7.2
F110	-30°C	2	0.492	7.1
F111	-30°C	1.94	0.488	7.16

Tableau II.6 Récapitulatif des essais de flexion pour différentes températures (-30°C, -10°C, 20°C) et différentes longueurs de pré-fissure

La pré-fissure fait en général 7 mm : 5 mm sont réalisés par usinage, afin de permettre notamment la création des deux encoches nécessaires pour placer l'extensomètre. Les deux millimètres restants sont faits à la lame de microtome sur le même montage de fissuration que celui présenté pour les éprouvettes DENT (cf. Annexe II.2d).

En plus de la mesure d'ouverture, on dispose comme précédemment du déplacement du marteau enregistré par le LVDT.

### D.III.2 Résultats des essais de flexion

Des photos ont été prises en cours d'essai afin de relier le début de la propagation macroscopique avec les courbes force-ouverture. A titre d'exemple, l'essai noté FL5 est présenté sur la figure II.52. Le trait bleu sur les éprouvettes est un trait de crayon utilisé au moment du montage pour s'assurer que la pointe de la fissure est correctement alignée avec le marteau (cf. Figure II.53). Le moment où les photos sont prises est indiqué sur la courbe.

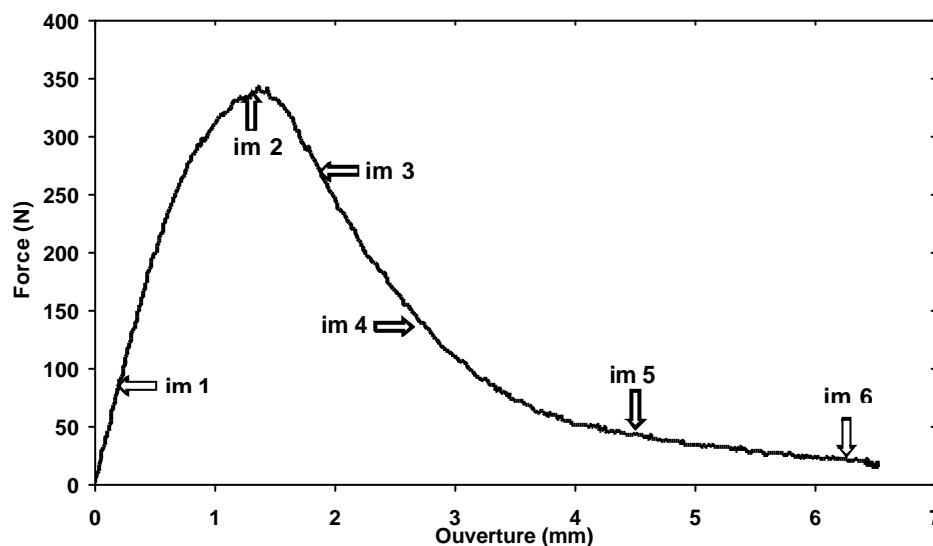


Figure II.52 Force-ouverture pour un essai de flexion trois points, à 20°C et 0.15 mm/s

L'apparition du blanchiment est visible sur la photo Im2 prise au moment de la force maximale. La propagation de la fissure commence à ce moment et durant toute la fissuration, la pointe de la fissure est concernée par un endommagement important. De même, de part et d'autre du ligament fissuré, le

matériau reste blanc, indiquant que l'endommagement n'est pas optiquement réversible. Les fibrilles étirées ainsi que les cavités formées restent donc présentes en surface et pourront être observées au microscope électronique à balayage dans le chapitre III. Un émoussement important est également visible en pointe de fissure avant le début de propagation.

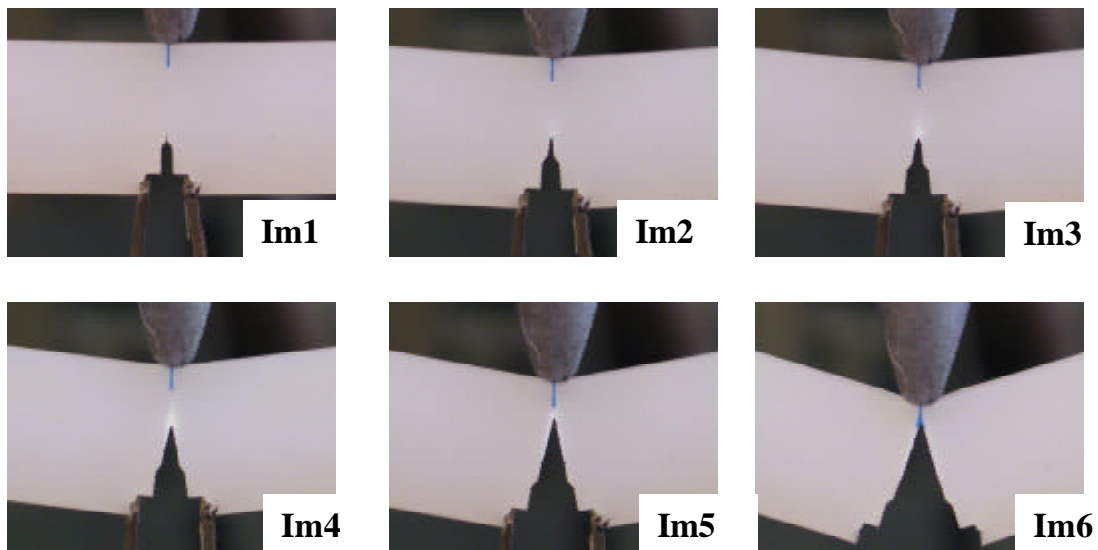


Figure II.53 Observations d'une éprouvette de flexion à 20°C et 0.15 mm/s

L'évolution de la courbe force-ouverture est présentée en fonction de la température en comparant les résultats obtenus à 20°C et à -30°C (cf. Figure II.54). Bien que les longueurs de fissure ne soient pas exactement identiques, la diminution de température a augmenté la force maximale du matériau. Néanmoins, même à -30°C, la propagation reste stable.

Une différence fondamentale est alors observée avec les essais de traction sur DENT. En effet, alors que pour ces dernières mêmes à 20°C, la propagation était rapidement instable, en flexion même à -30°C, il y a suffisamment de ductilité pour permettre à la fissure de propager de manière stable. Si on regarde plus attentivement les photos prises en cours de propagation, des différences existent néanmoins entre un essai réalisé à 20°C et un essai réalisé à -30°C (cf. Figure II.55). La couleur plus sombre de la photo pour l'essai à -30°C est due à la présence de la vitre de l'enceinte climatique entre l'appareil photo et l'éprouvette.

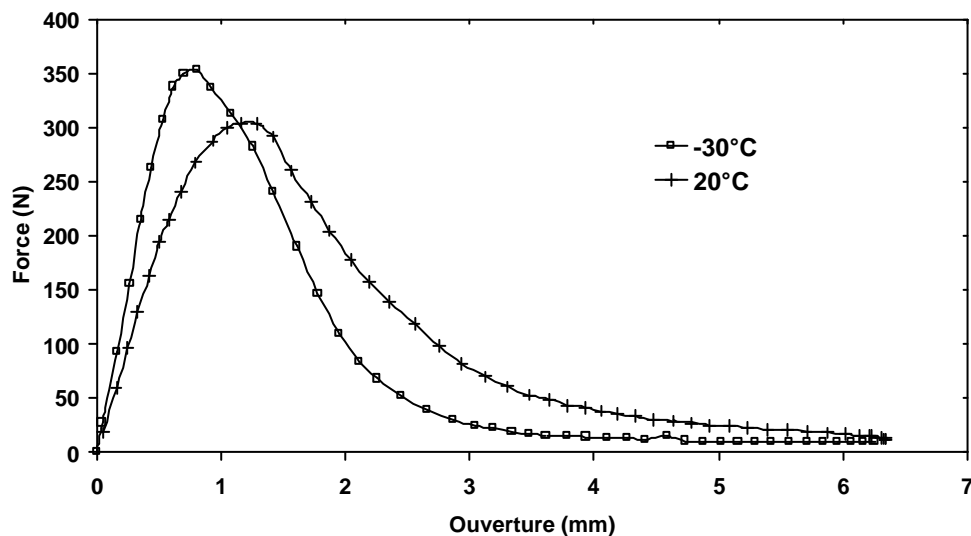


Figure II.54 Courbes force-ouverture à 20°C et -30°C, éprouvettes SENB, vitesse de déflexion 0.15 mm/s

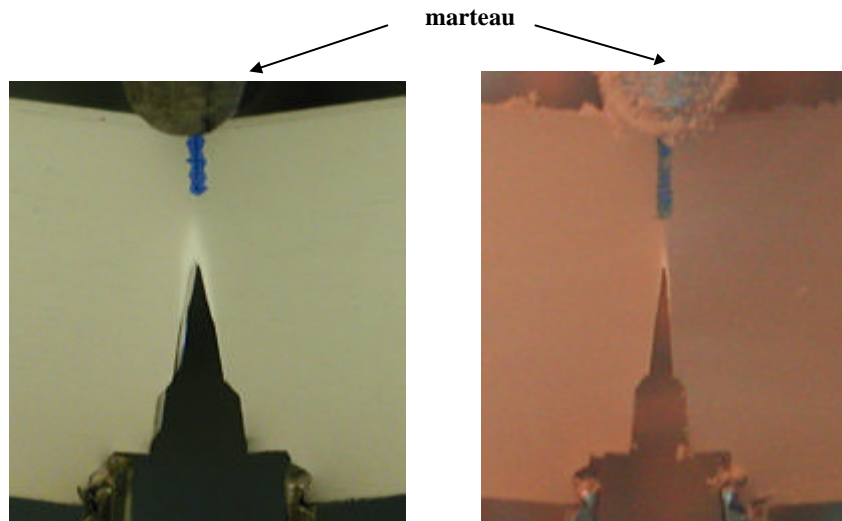


Figure II.55 Comparaison de l'importance de la zone endommagée à 20°C à gauche et à -30°C à droite

Comme indiquée sur les courbes, l'ouverture à -30°C est plus faible pour une même distance de propagation par rapport au même essai réalisé à 20°C. La zone endommagée en pointe de fissure est plus restreinte à -30°C. On confirme ainsi le lien direct entre la formation d'un endommagement par cavitation et la ductilité du matériau.

## Conclusion

Le comportement et l'endommagement du PVDF ont été étudiés sur quatre géométries différentes. Les essais de traction sur éprouvettes lisses ont permis de révéler qu'entre  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$  le matériau était ductile. A partir de  $-50^{\circ}\text{C}$  et en dessous, la rupture peut être qualifiée de fragile. Cette limite en température a également été déterminée en DSC et par l'étude de l'évolution du module E. Elle indique le passage de la phase amorphe libre de son état caoutchoutique à son état vitreux. L'étude de l'effet de la vitesse a également été réalisée et indique une augmentation de la rigidité du matériau avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Des mesures de variation volumique sur éprouvettes lisses ont indiqué qu'avant striction (c'est à dire avant 20% de déformation axiale), l'augmentation de volume était d'environ 4%. Elle est liée à de la cavitation qui apparaît optiquement par le blanchiment des éprouvettes. Les essais comparatifs entre  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$  ont révélé un endommagement qui démarre pour une déformation axiale plus faible à basse température.

Les essais sur éprouvettes entaillées ont permis de s'intéresser aux résultats pour des sollicitations multiaxiales. La diminution du rayon de courbure R induit une augmentation de la triaxialité dans l'éprouvette, une diminution du cisaillement, une diminution de la déformation inélastique, d'où une augmentation de la rigidité. Ainsi, une diminution de R induit une augmentation de la force maximale. Pourtant, les essais menés sur le PVDF montrent qu'à partir du rayon  $R = 1.6 \text{ mm}$  et en dessous, la force maximale n'augmente plus : elle sature. Il existe alors une compétition entre l'augmentation de rigidité liée aux dimensions de l'entaille et l'endommagement. Ce dernier conduit à une forte cavitation qui limite la surface portante dans la section minimale, d'où une diminution de la charge maximale nécessaire. La prise en compte de l'endommagement pour modéliser le comportement du PVDF est donc essentielle. Des mesures de déformations volumiques sur ce type d'éprouvettes ont confirmé les hypothèses avec une augmentation de volume de 30% pour les AE4 et 55% pour les AE0.8. L'endommagement est donc une fonction croissante de la triaxialité. Les essais mécaniques ont également révélé un rhéodurcissement de la matière en fin d'essai, indiquant une orientation certaine des chaînes amorphes et des groupements cristallins.

Enfin des essais sur éprouvettes fissurées ont été réalisés en sachant que les polymères sont sensibles à l'introduction de ce type de défaut qui confère au matériau un caractère fragilisant. En traction d'abord, sur éprouvettes doublement entaillées, on a montré que la propagation était instable et que même à  $20^{\circ}\text{C}$  la rupture pouvait être qualifiée de fragile. Les essais réalisés suivant différents modes de pilotage ont également révélé que le contrôle de la vitesse d'ouverture de l'entaille permettait de limiter l'instabilité de la fissure. En flexion, en revanche entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ , la déchirure est complètement ductile et aucune instabilité de propagation n'est observée. Dans les deux cas, le blanchiment apparaît intensément en pointe de fissure et suivant les conditions de chargement (traction ou flexion), la fissure reste stable ou non. L'influence de la géométrie sera décrite au chapitre V pour expliquer les différences de résultats, à partir d'abord d'un raisonnement en approche globale et ensuite en utilisant la loi GTN modifiée pour le PVDF.

Tous ces essais et résultats vont être maintenant corrélés aux observations microscopiques afin de montrer les différences de mécanismes observés sur les faciès. L'étude micromécanique sera utilisée pour expliquer les mécanismes d'endommagement, les différences de propagation et les différents types de rupture.



[ASTM, 1989] : ASTM E813-89, Standard test method for  $J_{IC}$ , a measure of fracture toughness, 1989, Annual Book of ASTM, Vol 03.01, American Society for Testing Materials

[ASTM, 2003] : ASTM D638 M1, Standard test method for tensile properties of plastic, 2003, Annual Book of ASTM, American Society for Testing Materials

[Bridgman, 1944] : P.W. Bridgman, The stress distribution at the neck of a tension specimen, Transactions ASM, 1944, 32, p. 553-574

[Castagnet, 1998] : S. Castagnet, Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux, Thèse, Université de Poitiers, 1998

[Castagnet et al, 2000] : S. Castagnet, J.L. Gacougnolle, P. Dang, Correlation between macroscopical viscoelastic behavior and micromechanisms in strained alpha PVDF, Materials science and engineering A, 2000, 276 (1-2), p. 152-159

[Elkoun et al, 2002] : S. Elkoun, C. G'Sell, L. Cangemi, Y. Meimon, Characterization of volume strain of PVDF under creep test Journal of polymer science Part B: polymer physics, 2002, 40, p. 1754-1759

[Eyring, 1936] : H. Eyring, Viscosity, plasticity and diffusion as examples of absolute reaction rates, Journal of chemical physics, 1936, 4, p. 283-291

[François et al, 1993] : D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux, Hermes, 1993

[G'Sell et al, 2002] : C. G'Sell, J.M. Hiver, A. Dahoun, Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking, International journal of solids and structures, 2002, 39, p. 3857-3872

[G'Sell et al, 1992] : C. G'Sell, J.M. Hiver, A. Dahoun, A. Souahi, Video-controlled tensile testing of polymers and metals beyond the necking point, Journal of materials science, 1992, 27, p. 5031-5039

[Hashemi et Williams, 1991] : S. Hashemi, J.G. Williams, Single and multi-specimen R-curve methods for JIC determination of toughened nylons, Journal of materials science, 1991, 26, p. 621-630

[Hellinckx et Bauwens, 1995] : S. Hellinckx, J.C. Bauwens, The yield behavior of PVDF and the deformation process at high temperature, Colloid and polymer science, 1995, p. 219-226

[Ishikawa et al, 1977] : M. Ishikawa, I. Narisawa, H. Ogawa, Criterion for craze nucleation in PC, Journal of polymer science, polymer physics ed., 1977, 15, p.1791-1804

[Kausch, 1976] : H.H. Kausch, Energy considerations relating to crack propagation in thermoplastics, Kunststoffe, 1976, 66, p. 538-544

[Kramer, 1983] : E.J. Kramer, Microscopic and molecular fundamentals of crazing, in : Advances in polymer science, 1983, 52/53, p.1-56

[Layouni, 2004] : K. Layouni, Comportement et fatigue multiaxiale d'un élastomère chargé (NR-CB), Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004

[Mai et Powell, 1991] : Y.W. Mai, P. Powell, Essential work of fracture and J-Integral measurements for ductile polymers, Journal of polymer science, Part B : polymer physics, 1991, 29, p. 785-793

- [**Massa, 1995**] : F. Massa, Nocivité des défauts dans le polyéthylène : critères de rupture, Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995
- [**Paris et al, 1979**] : P.C. Paris, H. Tada, A. Zahoor, H. Ernst, The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth, in : Elastic-plastic fracture, ed. J. D. Landes, J. A. Begley and G. A. Clarke, ASTM STP 668, American Society for Testing and Materials, 1979, p. 5-36
- [**Paris et Hutchinson, 1979**] : P.C. Paris, J.W. Hutchinson, Stability analysis of J-controlled crack growth, in : Elastic-plastic fracture, ed. J. D. Landes, J. A. Begley and G. A. Clarke, ASTM STP 668, American Society for Testing and Materials, 1979, p. 37-64
- [**Parks, 1974**] : D.M. Parks, A stiffness derivative finite element technique for determination of crack tip stress intensity factors, International journal of fracture, 1974, 10, p. 487-502
- [**Quatravaux et al, 2002**] : T. Quatravaux, S. Elkoun, C. G'Sell, L. Cangemi, Y. Meimon, Experimental characterization of the volume strain of PVDF in the region of the homogeneous plastic deformation, Journal of polymer science Part B: polymer physics, 2002, 40, p. 2516-2522
- [**Ritchie et al, 1973**] : R.O. Ritchie, J.F. Knott, J.R. Rice, On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel, Journal of the mechanics and physics of solids, 1973, 21, p. 395-410
- [**Tada et Paris, 1973**] : H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin, The stress analysis of cracks handbook, Del Research Corporation, 1973
- [**Tanguy, 2001**] : B. Tanguy, Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de la transition, Ph.D. thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001
- [**Takano et Nielsen, 1976**] : M. Takano, L. E. Nielsen, The notch sensitivity of polymeric materials, Journal of applied polymer science, 1976, 20, p. 2193-2207
- [**Tvergaard, 1987**] : V. Tvergaard, Mechanical modelling of failure, in : Constitutive relations and their physical basis, ed. S.I. Andersen, 8<sup>th</sup> Riso international symposium on metallurgy and materials science, 1987, p. 173-189
- [**Way et al, 1974**] : J.L. Way, J.R. Atkinson, J. Nutting, The effect of spherulite size on the fracture morphology of PP, Journal of materials science, 1974, 9, p. 293-299

---

## **Chapitre III :** **Microscopies et mécanismes de déformation**

---

### **Sommaire**

<b>Introduction .....</b>	<b>119</b>
<b>A. Le matériau.....</b>	<b>119</b>
A.I Observations de la structure sphérolitique .....	119
A.II Mise en évidence de la porosité initiale par cryofractographie .....	121
<b>B. Mécanismes d'endommagement du PVDF.....</b>	<b>124</b>
B.I Le blanchiment.....	124
B.II Endommagement du PVDF observé sur éprouvettes axisymétriques entaillées.....	125
B.III Observations de la fibrillation et de la croissance des cavités.....	129
<b>C. Mécanismes de rupture du PVDF .....</b>	<b>137</b>
C.I Rappels des principaux types de rupture obtenus sur éprouvettes fissurées de traction et de flexion.....	137
C.II Différents modes de rupture suivant la température.....	137
C.III La rupture ductile.....	139
C.IV La rupture ductile/fragile .....	144
C.V Influence de la triaxialité .....	148
<b>Conclusion .....</b>	<b>151</b>





## **Introduction**

Les essais mécaniques réalisés et présentés précédemment ont permis de mettre en évidence le comportement du PVDF en fonction de nombreux paramètres comme la température, la vitesse, le type de chargement, la triaxialité... Suivant le choix de ces paramètres, la rupture du PVDF peut être soit ductile quand la propagation est stable, soit fragile quand la propagation est instable. Les essais ont également montré que le matériau s'endommageait avant rupture, révélé notamment par un fort blanchiment des zones déformées.

Dans ce chapitre, les résultats mécaniques vont être reliés aux observations microscopiques. Dans un premier temps, la microstructure initiale du matériau va être observée. Ensuite, seront présentés en détails les mécanismes d'endommagement du PVDF pour différents types d'éprouvettes sous différents chargements. Dans un troisième temps, les différences microstructurales entre un faciès de rupture ductile et un faciès de rupture fragile seront décrites. Enfin, les différents types de propagation de fissures seront reliés aux conditions de chargement et au taux de triaxialité des contraintes  $t$ .

### **A. Le matériau**

L'utilisation de la microscopie électronique à balayage sur un polymère nécessite tout d'abord un dépôt de laque d'argent sur tout l'échantillon excepté sur la zone à observer. Ce dépôt permet d'éviter tout dégazage de l'échantillon dans l'enceinte du microscope lors de la mise sous vide de l'échantillon. Afin d'éviter les accumulations d'électrons à la surface, les échantillons sont ensuite métallisés sur une hauteur d'environ 2.5 nm avec un mélange or-palladium. Cela permet la conduction des électrons, sans nuire à l'observation de la surface. La tension d'accélération choisie est de 4 kV et le détecteur utilisé est à électrons secondaires. Cette technique permet la mise en évidence des reliefs de surface. Une zone sombre représentera un creux et une zone claire sera plutôt une bosse.

Dans ces conditions, il est possible de travailler jusqu'à des grossissements de 100000 fois. Dans ces situations même avec une métallisation correcte, il faut une mise au point rapide sur l'échantillon pour éviter toute accumulation d'électrons sur la surface.

#### **A.I Observations de la structure sphérolitique**

Comme il a été rappelé dans le premier chapitre au paragraphe A.II.3, la microstructure sphérolitique du PVDF est difficilement observable. Le matériau est résistant par rapport à de nombreux composés chimiques, il est alors assez difficile de trouver une attaque chimique permettant de dissoudre préférentiellement la phase amorphe par rapport à la phase cristalline. Les travaux de Glennon et al [Glennon et al, 1997, 1998] ont déjà été mentionnés dans le premier chapitre, où l'utilisation de l'acide nitrique fumant sur du PVDF plastifié permet de dissoudre préférentiellement le plastifiant localisé dans la phase amorphe. Ainsi, sur la surface, seule la phase cristalline reste ensuite visible. Sans être spécifique au PVDF, l'acide nitrique permet de dissoudre la phase amorphe du PVDF par le biais de la présence du plastifiant.

Nous disposons d'un grade de PVDF identique au nôtre, extrudé cette fois-ci en présence de plastifiant. En se basant sur la même procédure que Glennon et al, on a attaqué plusieurs échantillons par de l'acide nitrique fumant. La figure III.1 présente deux micrographies après attaque chimique de surface de PVDF plastifié.

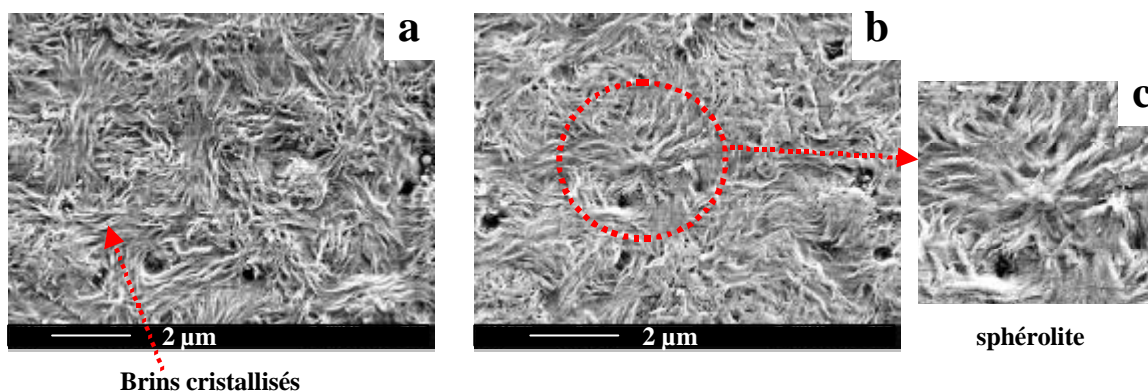


Figure III.1 Micrographies de surface de PVDF plastifié après attaque à l'acide nitrique fumant

Les micrographies révèlent une structure sphérolitique plus ou moins ordonnée. Des brins cristallisés (ou fibrilles) forment de manière plus ou moins classique des structures circulaires comme sur la figure III.1.c. Le diamètre sphérolitique du matériau plastifié est d'environ  $2\ \mu\text{m}$  et la largeur des fibrilles est d'environ  $200\ \text{nm}$ . Des résultats similaires ont été obtenus sur du PVDF de différentes longueurs de chaînes moléculaires [Ludwig et Urban, 1998].

La même attaque est réalisée sur le matériau de l'étude sans plastifiant en suivant exactement les mêmes recommandations. Ces attaques sont menées sur des échantillons issus des plaques ou des tubes en face interne ou externe. L'examen surfacique de ces échantillons avant attaque indique que seule la surface interne des tubes est suffisamment lisse pour permettre une observation directe. Pour les autres surfaces, il faut réaliser un surfaçage par microtomie pour enlever notamment les marques laissées par l'extrusion. Ces surfaçages par microtomie ont été réalisés à l'aide d'un couteau en carbure de tungstène ou d'un couteau en verre à  $-50^\circ\text{C}$ . L'avantage des couteaux en verre est d'être jetables garantissant une surface de découpe sans défauts. Seules les observations faites après attaque sur la surface interne des tubes sont présentées (cf. Figure III.2).

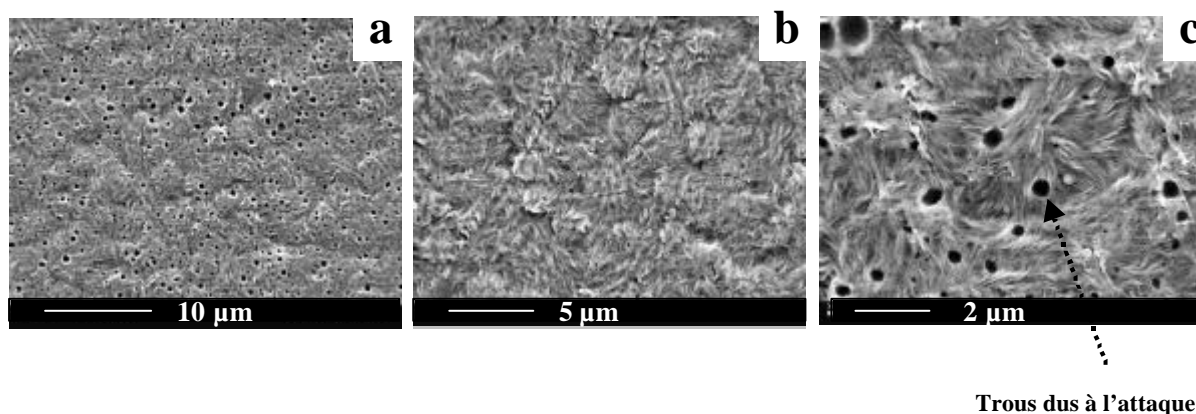


Figure III.2 Micrographies de la surface interne des tubes après attaque à l'acide nitrique fumant

Au plus faible grandissement (cf. Figure III.2.a), l'attaque a été assez virulente puisque de nombreux trous sont présents sur la surface. Il semble pourtant que l'attaque ait permis de mettre en évidence une structure assez ordonnée puisqu'il est possible d'observer une succession d'îlots circulaires juxtaposés les uns contre les autres. A plus fort grandissement (cf. Figure III.2.b) et malgré la présence de trous dus à l'attaque, on observe des brins cristallisés. Bien que les observations soient moins convaincantes que celles du matériau plastifié, le diamètre sphérolitique peut être estimé entre  $1$  et  $2\ \mu\text{m}$  (cf. Figure III.2.c).

Néanmoins, il sera difficile d'utiliser cette attaque pour révéler par exemple un chemin de fissuration inter ou intrasphérolitique. Seul le surfaçage par microtomie paraît être la méthode à adopter pour étudier microscopiquement les mécanismes de déformation et d'endommagement du PVDF. Il faut signaler que les trous observés sur les figures précédentes sont dus uniquement à l'attaque chimique. La porosité dont il va être question par la suite n'a aucun lien avec les trous créés par l'acide nitrique.

### A.II Mise en évidence de la porosité initiale par cryofractographie

Bien que le PVDF soit connu pour présenter quelques défauts de cristallisation [Maccone et al, 2000], il n'a jamais été montré auparavant que le matériau pouvait contenir des défauts tels que des porosités. Pourtant, des micrographies de surface de rupture d'essais de traction réalisés à  $-100^{\circ}\text{C}$  semblent indiquer le contraire (cf. Figure III.3). Or, à cette température, on est proche d'une rupture sans déformation plastique préalable, comme l'indique la courbe contrainte-déformation avec un comportement fragile presque exclusivement élastique. L'hypothèse peut donc être faite que le faciès de rupture obtenu est très proche de celui qui serait obtenu par cryofractographie.

La cryofractographie est une méthode permettant de révéler une microstructure interne sans au préalable déformer le matériau ni l'attaquer chimiquement. Elle consiste à laisser un échantillon dans l'azote liquide pendant plusieurs heures pour garantir un refroidissement complet. Dans le cas de l'étude, une lame de rasoir a été préalablement implantée dans l'échantillon avant refroidissement, pour permettre de fissurer plus rapidement le matériau dès qu'il est refroidi suffisamment. La microstructure obtenue est alors considérée comme représentative de la microstructure initiale.

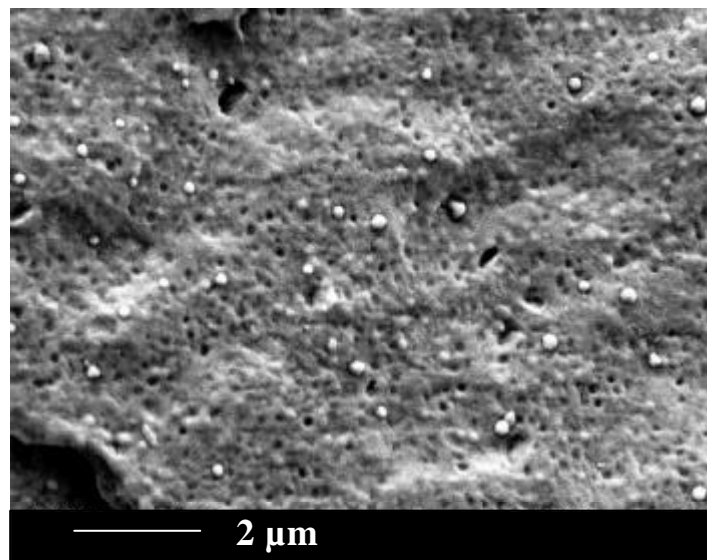


Figure III.3 Micrographie d'un faciès de rupture suite à un essai de traction réalisé à  $-100^{\circ}\text{C}$  et  $1,5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Sur le faciès de rupture de la figure III.3, de nombreuses cavités sont présentes. Comme la matière ne s'est pratiquement pas déformée plastiquement au cours de cet essai, il est postulé que ces cavités sont présentes dans le matériau avant essai.

Afin de vérifier cette hypothèse, différentes cryofractographies sur le matériau neuf sont réalisées, à la fois sur les tubes ou sur les plaques. Les pré-fissurations initiales sont faites suivant différentes directions : dans le sens de refroidissement (cf. Figure III.4) et dans le sens de l'extrusion (cf. Figure III.5). La vitesse de refroidissement au moment de la cristallisation joue très souvent un rôle dans la formation de cavités dans la structure [Friedrich, 1979] et la vitesse d'extrusion peut donner une orientation préférentielle à la matière.

La figure III.4 indique les résultats sur plaque et la figure III.5 les résultats sur tube.

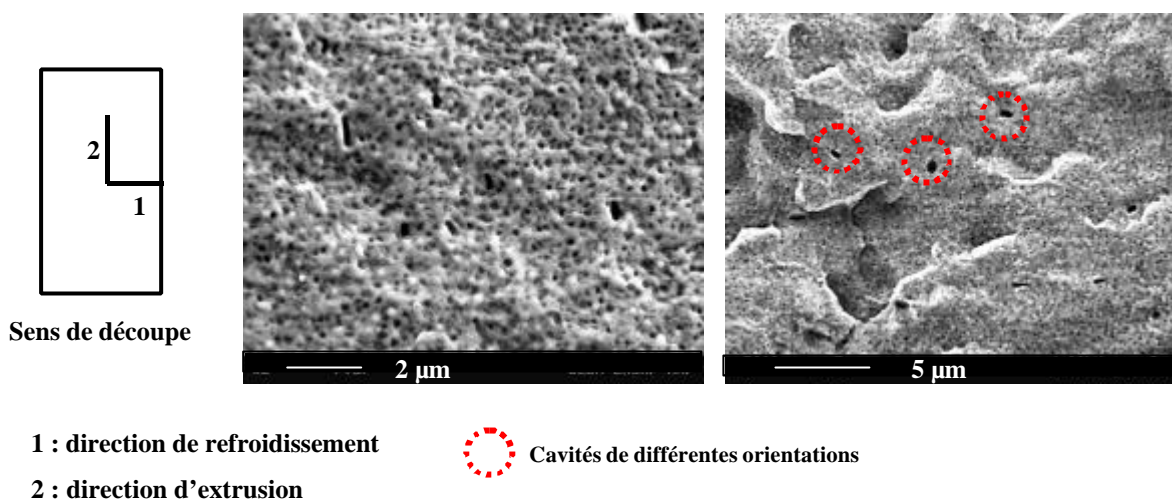


Figure III.4 Micrographies de surfaces cryofractographiées, échantillon plaque, coupe dans le plan de refroidissement

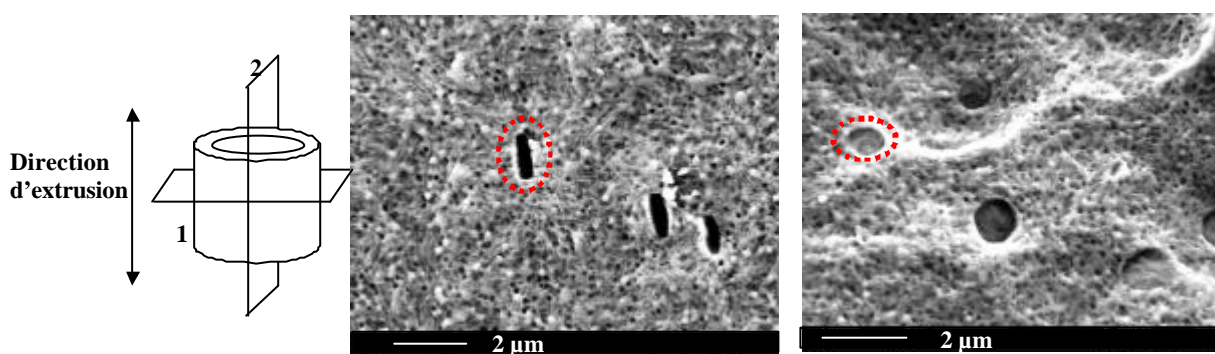


Figure III.5 Micrographies de surfaces cryofractographiées, échantillon tube, coupe dans le plan de l'extrusion

Pour les deux directions étudiées, on obtient exactement les mêmes micrographies. Des cavités très orientées sont observées dans les deux directions, en même temps que des cavités parfaitement sphériques. Ainsi, il semble difficile de donner une direction privilégiée d'orientation des cavités. Cependant, les deux conditions (refroidissement et extrusion) semblent leur conférer une orientation.

Deux types de cavités sont présentes : des cavités plus ou moins orientées dont la taille varie entre 1 et 2  $\mu\text{m}$  et des cavités beaucoup plus petites (200 nm) parfaitement sphériques réparties sur toute la surface de manière quasi homogène. On rappelle que ces cavités sont décorellées des trous observés par attaque chimique. Le premier type de cavités a déjà été observé sur le PVDF plastifié [Castagnet, 1998] et a été relié aux conditions d'extrusion et de cristallisation. Le second type de porosités, c'est à dire celle en plus grand nombre, n'a jamais été mentionné dans la littérature. Il semblerait alors qu'elles soient liées à l'absence de plastifiant. Au moment de l'extrusion et du refroidissement, l'absence de plastifiant dans la phase amorphe limite la mobilité des chaînes. La cristallisation est alors moins parfaite que pour le matériau plastifié. Les petites cavités seraient le résultat de ces imperfections de cristallisation et seraient situées entre les sphérolites, et/ou entre les lamelles. Elles seraient ainsi formées au moment de la densification de la matière induite par la cristallisation.

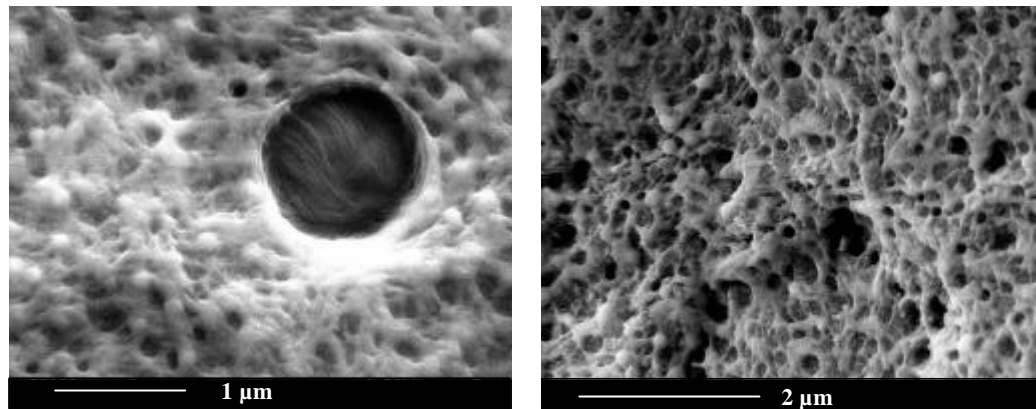


Figure III.6 Observations des deux types de cavités après cryofractographie

Concernant les cavités de petites tailles, étant donné qu'elles ne sont généralement pas observées, il est possible de mettre en doute leur présence bien qu'elles semblent occuper une surface importante. A l'aide d'un calcul par analyse d'images, on estime qu'elles occupent environ 10% de la surface. Considérant ces cavités comme sphériques, elles occupent alors 10% du volume. Pour lever le doute sur leur existence dans le matériau, les faciès réciproques sont étudiés afin de montrer qu'à une cavité sur un faciès correspond également une cavité sur le faciès réciproque. Il semble de toute façon assez improbable qu'à  $-196^{\circ}\text{C}$  (température de l'azote liquide) il y ait suffisamment de ductilité pour déformer la matière et créer ces cavités.

Cependant, vue la taille des cavités à observer (200 nm), cette vérification n'est pas évidente. La figure III.7 présente une de ces vérifications réalisée autour d'une cavité de taille  $1\ \mu\text{m}$ . Ce repère est utilisé car la cavité est également présente sur le faciès en regard appelé ici faciès 2. Les deux faciès se superposent comme ci on rabattait la feuille de la droite vers la gauche.

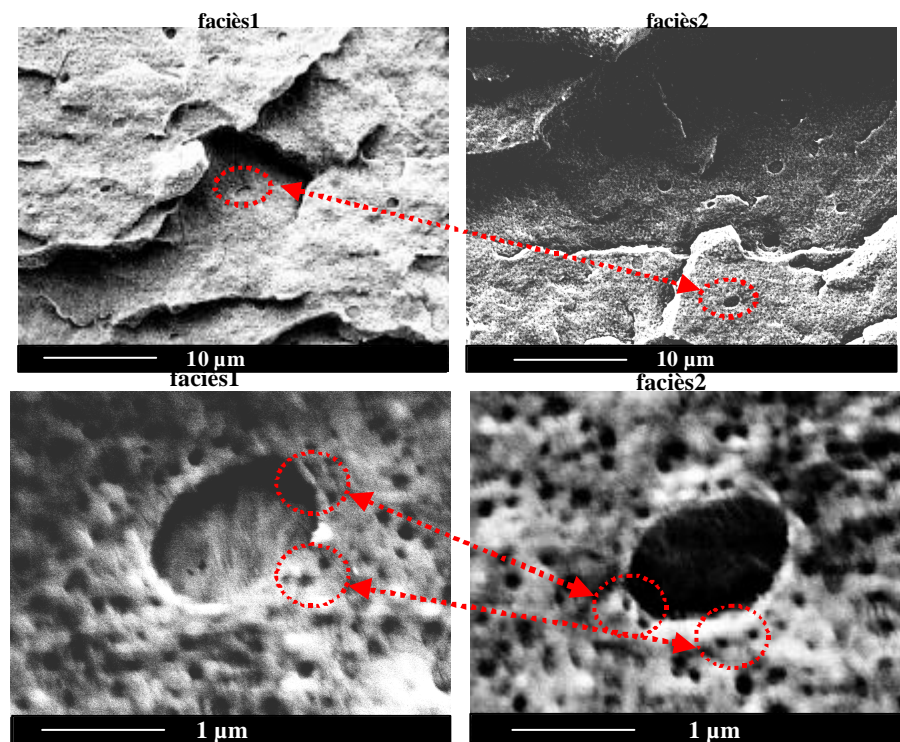


Figure III.7 Observations de faciès réciproques après cryofractographie

A cette échelle, il est assez difficile de faire correspondre des cavités entre elles. Ici quatre cavités de petite taille se retrouvent sur le faciès réciproque. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle les conditions particulières de fabrication du PVDF non plastifié induisent la présence de deux types de cavités est confirmée : des cavités en petit nombre d'environ 1 à 2  $\mu\text{m}$  de diamètre et des cavités dix fois plus petites, dont le pourcentage d'occupation volumique est estimé à 10 %.

Ainsi, en plus des défauts de cristallisation, la microstructure initiale du matériau se caractérise par une structure cristallisée sphérolitique dont le diamètre est approximativement de 2  $\mu\text{m}$ , une zone amorphe localisée entre les sphérolites (phase amorphe libre) et entre les lamelles cristallines (phase amorphe confinée) [Castagnet, 1998]. Dans la suite du chapitre, il va s'agir de relier l'ensemble de cette microstructure aux mécanismes de déformation qui vont évoluer notamment avec la température. L'accent sera porté sur les observations microscopiques expliquant notamment les résultats de rupture. Le passage micro-macro sera en partie réalisé pour comprendre les différences observées au niveau des propagations.

## B. Mécanismes d'endommagement du PVDF

### B.1 Le blanchiment

Dans le chapitre précédent, il a été évoqué que le PVDF avait la particularité de s'endommager à 20°C dans la zone où se localise la déformation. Cet endommagement apparaît sous forme d'un blanchiment très soutenu, lié à de la cavitation. La figure III.8 donne un exemple du blanchiment observé pour une éprouvette axisymétrique entaillée de rayon 3 mm après un essai de traction à 20°C. Le ré-entaillage de l'éprouvette est mis aussi en évidence.

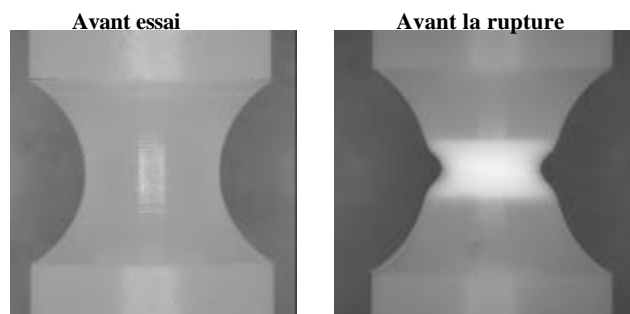


Figure III.8 Mise en évidence du blanchiment dans l'entaille d'une AE3 en traction à 20°C

De précédentes études ont montré que le blanchiment observable à l'œil nu des éprouvettes était lié à l'endommagement microscopique du matériau [Andrews et Piercy, 1986], [Castagnet, 1998], [Ludwig et Urban, 1998]. La formation des cavités est associée à une déformation locale anisotrope. Une étude microscopique menée sur du polypropylène révèle que le blanchiment est lié à trois phénomènes distincts : la formation de crazes dans la zone de striction, la formation de cavités de diamètre 1-5  $\mu\text{m}$  sur la surface de rupture et la formation de crazes à la fin de l'essai de traction parallèles à la direction de sollicitation dans la zone fortement étirée [Yoon et al, 1976].

Le PVDF endommagé se caractérise par une couleur blanche rendant le matériau opaque. Cette couleur est due au fait que la lumière incidente sur l'échantillon est diffusée de manière aléatoire par des éléments (des cavités ici) dont les dimensions sont équivalentes à la longueur d'onde de la lumière [Andrews et Piercy, 1986]. Avant déformation, les cavités sont sphériques et réparties de manière homogène dans l'échantillon, il n'y a alors pas d'effet sur la diffusion de la lumière. En revanche, l'orientation des cavités et des fibrilles en cours de déformation modifie la transmission de la lumière par création de nouvelles interfaces ce qui induit cette couleur caractéristique.

Des mesures de rayons X aux grands et petits angles réalisées par Castagnet ont montré que les cavités se formaient pour environ 5% de déformation sur éprouvettes lisses [Castagnet, 1998]. Les expériences en SAXS indiquent que les cavités s'amorcent dans la phase amorphe interlamellaire et grandissent suivant la direction de sollicitation. Le diamètre de ces cavités serait de 50 Å, la dimension longue ne pouvant pas être mesurée par SAXS. Par rétrodiffusion cohérente de la lumière, une autre population de cavités est identifiée. Elle se formerait entre les sphérolites et le diamètre des cavités serait d'environ 50 nm. Le schéma de l'apparition des cavités proposé par Castagnet est présenté en Annexe III.1, avec celui très proche établi pour les semi-cristallins [Friedrich, 1983].

La présence de ces cavités a également été révélée par Ludwig et Urban [Ludwig et Urban, 1992]. Ils montrent ainsi par mesure d'absorption d'éthylacétate que le blanchiment peut disparaître dans le PVDF après immersion du matériau étiré dans ce solvant. L'effet plastifiant de ce dernier permet aux chaînes du polymère de se relaxer menant à la disparition des cavités formées. Les cavités sont supposées se former dans la phase amorphe aussi bien inter-sphérolitique qu'intra-sphérolitique. Ainsi, dans la littérature la disparition du blanchiment macroscopique est justifiée par la présence du plastifiant qui relaxe les contraintes internes et permet aux molécules de se mouvoir avec un certain degré de liberté et d'accommoder la déformation.

### **B.II Endommagement du PVDF observé sur éprouvettes axisymétriques entaillées**

Il a été montré dans le chapitre précédent que l'endommagement créé dans les éprouvettes axisymétriques entaillées en cours de traction avait mené à une augmentation volumique importante. On a montré également que l'endommagement se localisait dans la zone de plus petit rayon de l'éprouvette. Il semble ainsi que ces éprouvettes soient adaptées pour mettre en évidence l'endommagement par cavitation.

Pour réaliser les observations adéquates, des essais interrompus de traction sur AE à 20°C sont effectués. Ces essais sont arrêtés juste avant la rupture afin d'obtenir un maximum d'endommagement, donc de cavités. Les éprouvettes sont ensuite découpées au microtome dans le sens de sollicitation ou à 45° de ce sens. Par cette méthode, un surfaçage jusqu'à peu près la moitié de l'épaisseur de l'éprouvette est fait, afin d'avoir accès à la cavitation en cœur d'éprouvette. Les surfaces sont observées ensuite au Microscope Electronique à Balayage (MEB) et les lamelles de 2 µm obtenues par le surfaçage en continu sont contrôlées au microscope optique. Les doubles flèches rouge sur les micrographies représentent la direction de sollicitation.

Les éprouvettes AE4 sont d'abord utilisées et pour cette géométrie l'endommagement est très diffus et se localise sur une hauteur assez large. Des cavités fortement allongées sont observées dans la direction de sollicitation (cf. Figure III.9). Vue la taille de ces cavités et leur nombre, elles correspondent sans nul doute au premier type de cavité (diamètre 1 à 2 µm). Sous l'effet de l'étirement de la matière, elles se sont allongées, sans a priori croître de façon significative. L'importance de la variation volumique mesurée sur ces essais fait penser que de plus petites cavités se sont formées, ou ont grandi, mais leur taille est trop faible et la méthode de surfaçage ne permet pas de les mettre en évidence.

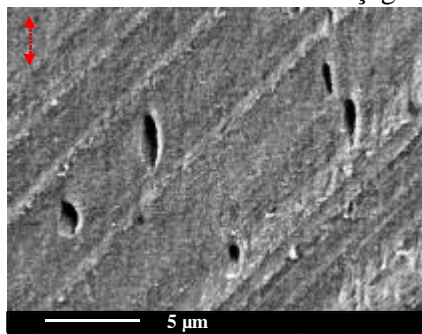


Figure III.9 Observation de cavités allongées après surfaçage d'une éprouvette AE4 sollicitée en traction à 20°C et 0.15 mm/s



La même procédure appliquée aux éprouvettes de plus petits rayons AE0.8 et AE0.15 a permis des observations très nettes de l'endommagement. La figure III.10 est une observation d'une lamelle de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur provenant d'un surfaçage par microtomie d'une éprouvette AE0.8 déformée juste avant rupture. Les traits verticaux sur le cliché correspondent aux stries laissées par la surface du couteau du microtome. Néanmoins, une zone noire est visible et se situe principalement au centre de l'éprouvette et est quasiment absente en fond d'entaille (la couleur noire ici est due à la lumière qui traverse la zone endommagée, le détecteur utilisé étant en transmission). Ainsi, bien qu'il n'est pas possible macroscopiquement de différencier l'endommagement de surface de l'endommagement à cœur, ici l'endommagement des AE0.8 semble être plus important en cœur d'éprouvette que sur les bords.

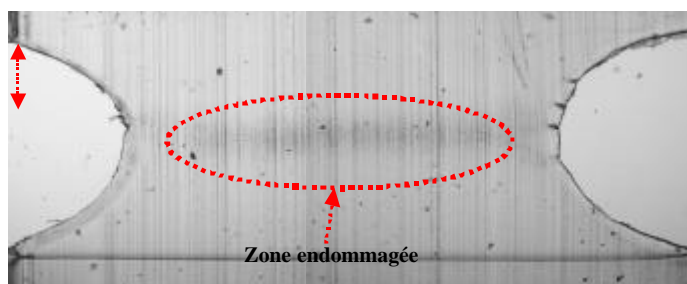


Figure III.10 Observation au microscope optique d'une lamelle de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur d'une AE0.8, après essai interrompu réalisé à 20°C et 0.15 mm/s

L'observation au MEB de la surface correspondant à cette lamelle montre un réseau de fines fissures peu profondes (cf. Annexe III.2a) et la surface paraît être gondolée. De nombreuses cavités légèrement orientées dans le sens de sollicitation de l'éprouvette sont également visibles. Contrairement aux AE4, la localisation de l'endommagement dans une zone plus étroite permet de nettement différencier la zone endommagée de celle qui ne l'est pas (cf. Annexe III.2a). Les mêmes observations sont réalisées sur différentes éprouvettes AE0.15. Avant la microtomie, la zone entaillée est complètement blanche (cf. Figure III.11).



Figure III.11 Observation d'une éprouvette AE0.15 avant microtomie, après essai interrompu réalisé à 20°C et 0.15 mm/s

Si maintenant une lamelle de 2  $\mu\text{m}$  est observée en optique, l'endommagement apparaît très localisé dans une bande étroite d'environ 60  $\mu\text{m}$  de hauteur (cf. Figure III.12).

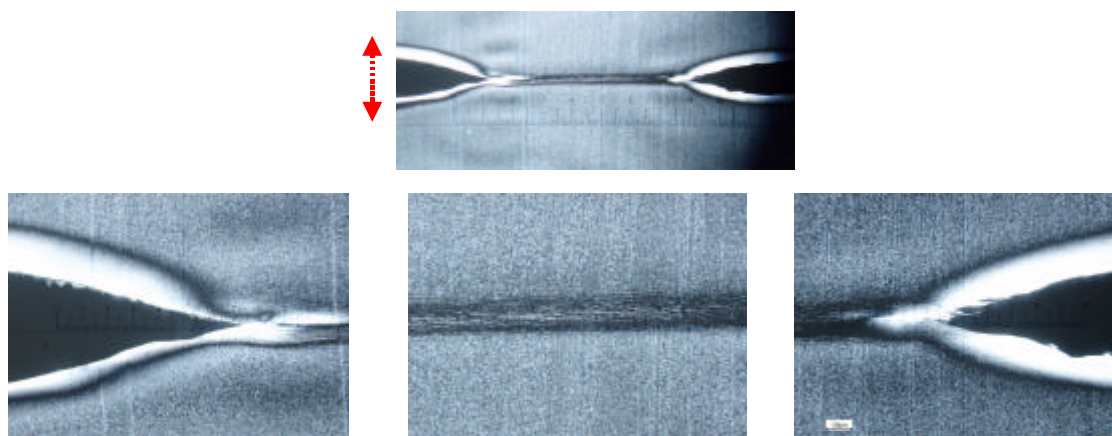


Figure III.12 Observation au microscope optique d'une lamelle de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, éprouvette AE0.15, après essai interrompu réalisé à 20°C et 0.15 mm/s

Cet endommagement semble concerner toute la section de l'éprouvette et à plus fort grossissement un réseau de fissures dans la zone endommagée est visible. Suivant l'utilisation de la méthode en transmission ou en réflexion, parmi ce réseau de fissures, il est possible de révéler une bande d'endommagement composée de cavités plus ou moins orientées (cf. Figure III.13).

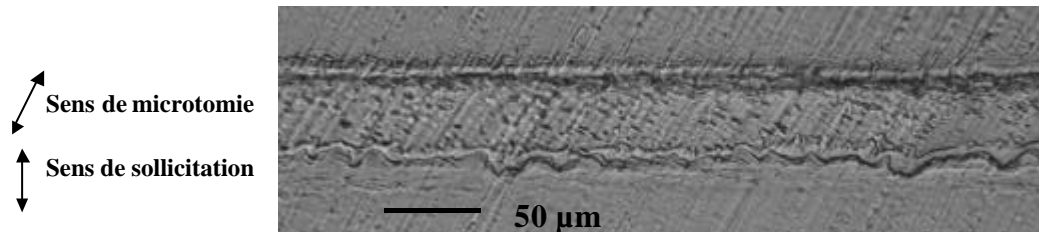


Figure III.13 Mise en évidence sur une éprouvette AE0.15 de cavités dans la bande d'endommagement, après essai interrompu réalisé à 20°C et 0.15 mm/s

La bande d'endommagement est caractérisée par une largeur d'environ 50 µm, elle est significative essentiellement au centre de l'éprouvette. Il semblerait que deux lignes assez horizontales séparent cette zone endommagée du reste du matériau. Les surfaces de ces éprouvettes sont ensuite observées au MEB pour compléter la description de l'endommagement (cf. Figure III.14).

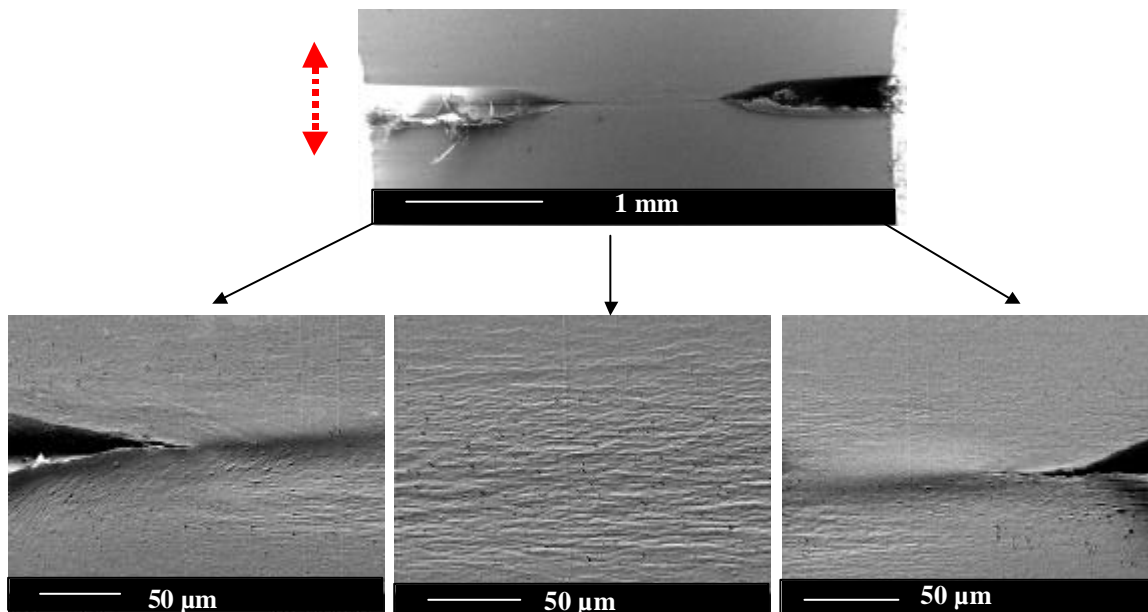
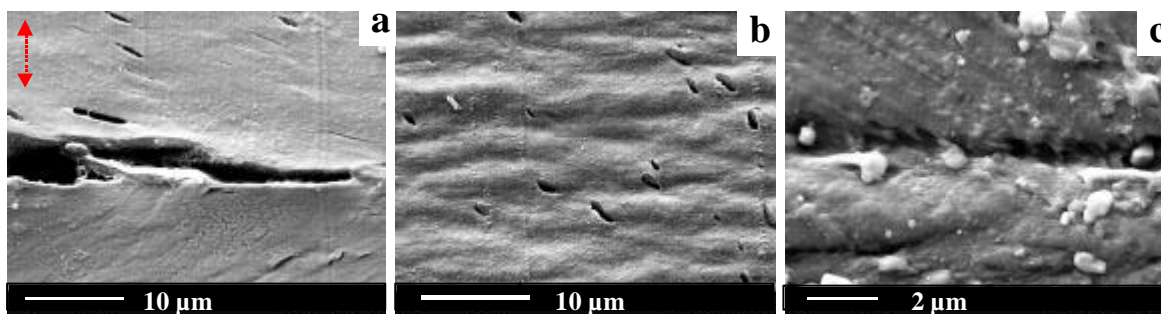


Figure III.14 Observation au MEB sur une éprouvette AE0.15 de la zone endommagée, après essai interrompu réalisé à 20°C et 0.15 mm/s

L'observation au MEB apporte des renseignements complémentaires importants. Tout d'abord, la présence d'une bande d'endommagement est confirmée au centre de l'éprouvette. Cet endommagement est maximal sur environ 50 µm de hauteur. Il ne concerne pas toute la largeur de l'éprouvette et on estime qu'il est visible réellement à partir de 50-100 µm en avant de la pointe de la fissure. Ainsi, la zone juste en avant de la pointe de la fissure paraît moins endommagée que le cœur de l'éprouvette. Cette remarque confirme les précédents résultats sur les AE0.8. Néanmoins pour l'AE0.15 la fissure s'est propagée dans les deux entailles, et de part et d'autre de la pointe de la fissure se sont formées des cavités fortement allongées perpendiculairement à la contrainte d'ouverture (cf. Figure III.15a).

Si maintenant on s'intéresse à la zone endommagée, la présence de cavités et de micro-fissures est confirmée. L'ensemble de ces micro-fissures se trouve sur des bourrelets de matière (cf. *Figure III.15b*). Deux explications peuvent permettre de comprendre cet excès de matière : tout d'abord l'importance de la cavitation et l'étirement plastique des fibrilles ont entraîné une perte de rigidité de cette zone, qui s'observe à la décharge de l'éprouvette. Ensuite, le surfaçage par microtomie nécessite le maintien de l'échantillon dans un porte échantillon, en le bloquant sur les extrémités haute et basse pour permettre de couper dans le sens de sollicitation. Le fait de maintenir une force de compression sur l'échantillon peut favoriser le tassement de la matière dans une zone déjà très endommagée.

La zone endommagée se caractérise donc par des grosses porosités dont la taille est d'environ 3  $\mu\text{m}$ . Les cavités de plus petites tailles ne sont pas visibles car même si le surfaçage par microtomie est réalisé à  $-50^\circ\text{C}$ , il n'est pas possible d'éviter un certain « beurrage » de la surface. Aucune coalescence des grosses cavités n'est observée, en revanche il semble que les micro-fissures soient dues à de la coalescence des petites cavités (cf. *Figure III.15c*). Cependant, faisant l'hypothèse que la coalescence ne se fait qu'aux derniers instants précédant la rupture, il semble assez cohérent de ne pas l'observer ici.



*Figure III.15* Observations MEB sur une éprouvette AE0.15 de la pointe de la fissure (a), de la zone endommagée (b), d'une micro-fissure (c), après essai interrompu réalisé à  $20^\circ\text{C}$  et  $0.15\text{ mm/s}$

La zone endommagée est parfaitement délimitée, permettant d'identifier précisément la zone ayant supporté toute la déformation. Au même grandissement, une zone endommagée et une zone non endommagée se différencient par l'importance de la cavitation dans la zone entaillée (cf. *Annexe III.2a, Figure A.III.3*). La hauteur de la zone endommagée diminue avec l'augmentation du taux de triaxialité. La figure III.8 indiquait que la hauteur de la zone endommagée avant la rupture pour une AE3 est d'environ 2 mm. Pour l'AE0.15, la localisation de l'endommagement se fait sur environ 50  $\mu\text{m}$  de hauteur. Au chapitre II, les mesures de déformation volumique ont indiqué qu'entre une AE4 et une AE0.8, la zone concernée par le blanchiment diminuait. Ainsi, la concentration de l'endommagement dans une zone de plus en plus restreinte liée à l'augmentation du taux de triaxialité implique une cavitation plus importante, d'où une augmentation de volume plus élevée.

Une même comparaison avec la diminution de température a été effectuée pour une éprouvette AE0.8 entre  $20^\circ\text{C}$  et  $-10^\circ\text{C}$ . Si à  $20^\circ\text{C}$ , la hauteur de la zone endommagée est d'environ 500 à 600  $\mu\text{m}$ , elle n'est plus que 90  $\mu\text{m}$  à  $-10^\circ\text{C}$ . L'endommagement sera d'autant plus localisé que la température sera faible. Ainsi, les mesures de déformations volumiques qui indiquaient que pour un même chargement, on endommageait plus rapidement à  $-10^\circ\text{C}$  qu'à  $20^\circ\text{C}$  sont expliquées par le confinement de la déformation.

La croissance des cavités peut être réversible optiquement dans une certaine mesure. Ainsi, si une éprouvette déformée est laissée sans charge pendant un laps de temps  $t$ , la zone blanche peut diminuer optiquement de taille, grâce à la relaxation des chaînes. Cela a été mis en évidence en travaillant sur des éprouvettes axisymétriques doublement (AE4) ou triplement entaillées (AE0.8) (cf. *Figure III.16*). L'intensité du blanchiment est comparée macroscopiquement pour deux éprouvettes axisymétriques triplement entaillées dont le rayon de courbure est 0.8 mm. Pour les mêmes conditions de chargement, une éprouvette est menée à rupture (1), et une seconde est arrêtée avant (2).

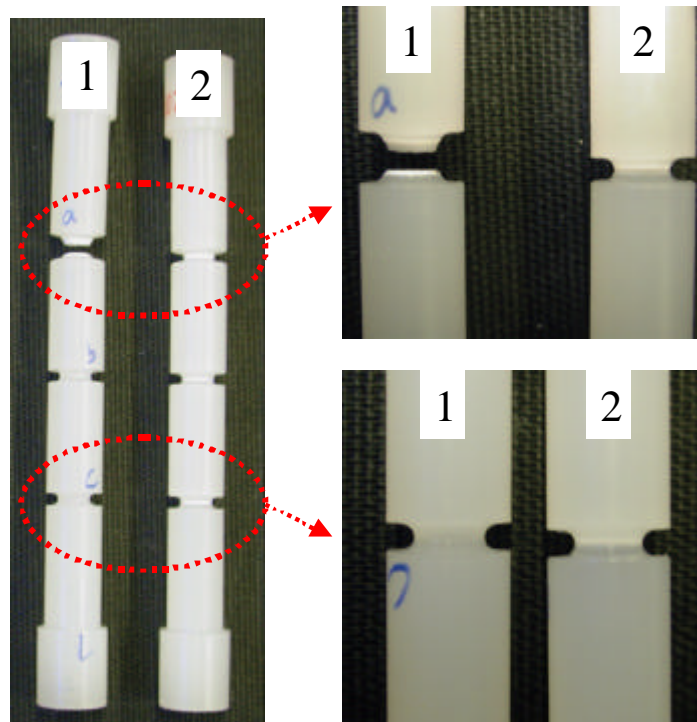


Figure III.16 Observations des zones endommagées pour deux éprouvettes triplement entaillées AE0.8, après essais réalisés à 20°C et 0.15 mm/s

On s'intéresse en particulier aux entailles notées « a » et « c ». On observe alors dans les deux cas (1) et (2) que l'endommagement est maximal dans l'entaille du haut (notée « a »). L'endommagement apparaît également dans les autres entailles pour les deux éprouvettes. A l'instant de la rupture, toute la déformation s'est localisée dans l'entaille « a<sub>1</sub> », le blanchiment disparaît alors des deux autres entailles « b<sub>1</sub> » et « c<sub>1</sub> ». Il semble que la localisation forcée de la déformation dans l'entaille « a<sub>1</sub> » ait déchargé complètement l'effort dans les deux autres entailles. En revanche, pour l'éprouvette (2) arrêtée juste avant rupture, le blanchiment reste visible dans les trois entailles, mêmes plusieurs mois après l'essai. Ainsi, si on laisse la possibilité aux chaînes de se relaxer et aux cavités de se refermer, l'endommagement macroscopique peut être optiquement « guéri ». Cependant la cavitation étant liée à de la déformation plastique, le matériau préalablement endommagé le reste à l'échelle microscopique.

### B.III Observations de la fibrillation et de la croissance des cavités

#### B.III.1 Mise en évidence de la cavitation autour des centres d'amorçage

L'observation des faciès de rupture a apporté d'autres renseignements concernant les mécanismes d'endommagement. Les éprouvettes axisymétriques entaillées ont une géométrie qui permet la localisation de la déformation, donc de l'endommagement. Comme le rayon en fond d'entaille est moins sévère que celui des éprouvettes fissurées, l'amorçage de la propagation ne se fait pas automatiquement en fond d'entaille. L'observation macroscopique des faciès de rupture de toutes les éprouvettes AE indique que l'amorçage se déroule au cœur de l'éprouvette, suivi d'une propagation radiale menant à une rupture finale sur les bords. La figure III.17 illustre ce résultat où la matière la plus déformée se situe sur le ligament extérieur de l'éprouvette.

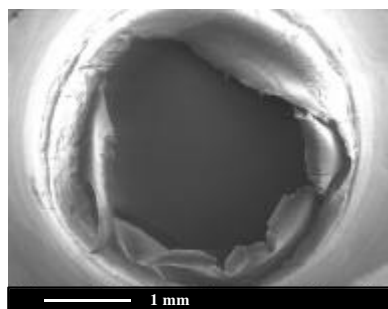


Figure III.17 Observation macroscopique d'un faciès de rupture d'éprouvette AE0.8, à 20°C et  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s en pilotage de réduction diamétrale

Un examen plus approfondi des faciès de rupture indique que l'amorçage se fait pour les trois rayons d'étude à 20°C dans le cœur de l'éprouvette. Des relevés des positions des centres d'amorçage pour différents essais sont proposés sur la figure III.18. Le cercle extérieur représente la section minimale des éprouvettes AE. Le manque de points relatifs aux AE4 s'explique par une importante déformation des faciès de ces éprouvettes à rupture, due à une grande ductilité. Cette déformation empêche la localisation précise du centre d'amorçage.

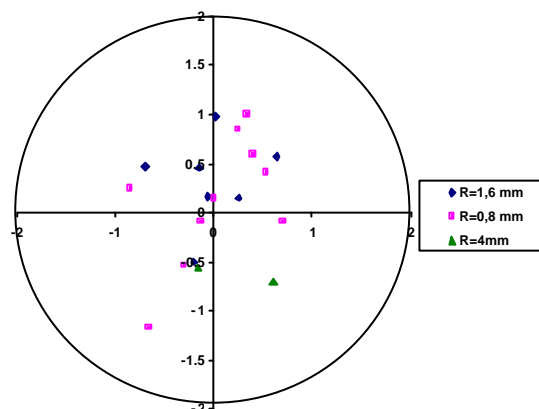


Figure III.18 Relevé des positions des centres d'amorçage, pour une éprouvette de 2 mm de rayon initial à 20°C et différentes vitesses

Les centres d'amorçage peuvent prendre différentes formes, ils se situent soit nettement en surface, soit sous la surface de rupture (cf. Figure III.19). L'observation des faciès réciproques montre qu'on retrouve souvent d'un côté un ligament de matière étirée et sur l'autre faciès la cavité correspondante (cf. Figure III.20). Néanmoins dans la plupart des cas, l'amorçage de la rupture se fait sur une impureté présente initialement dans le matériau, autour de laquelle s'est développée une importante cavitation.

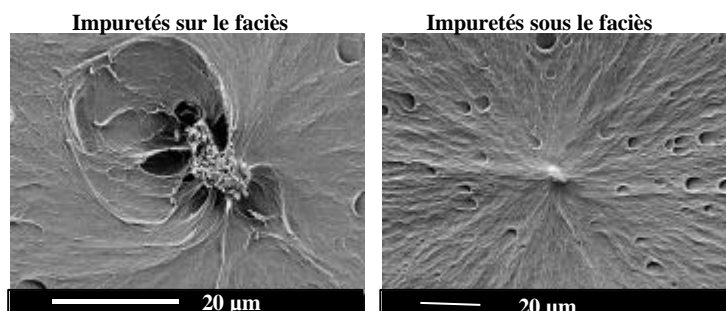


Figure III.19 Observations de centres d'amorçage sur éprouvettes AE à 20°C et  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s en pilotage de réduction diamétrale

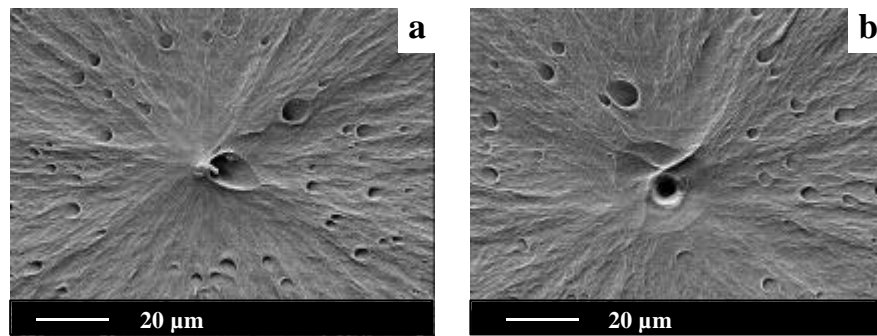


Figure III.20 Observations d'un faciès de rupture et de son réciproque sur éprouvettes AE à 20°C et  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s en pilotage de réduction diamétrale

Les analyses semi-quantitatives EDX réalisées au MEB sur ces impuretés révèlent qu'elles contiennent généralement des sels de sodium ou de potassium. Dans certains cas également, les centres d'amorçage sont du PVDF uniquement, qui a probablement fondu à l'extrusion et mal cristallisé ensuite. Néanmoins, l'observation des faciès montre que ces impuretés sont extrêmement rares mais que leur faible nombre suffit à générer une concentration de contraintes, source d'une cavitation locale et d'un amorçage de la rupture. Les résultats de deux analyses EDX réalisées sur deux impuretés sont donnés sur la figure III.21.

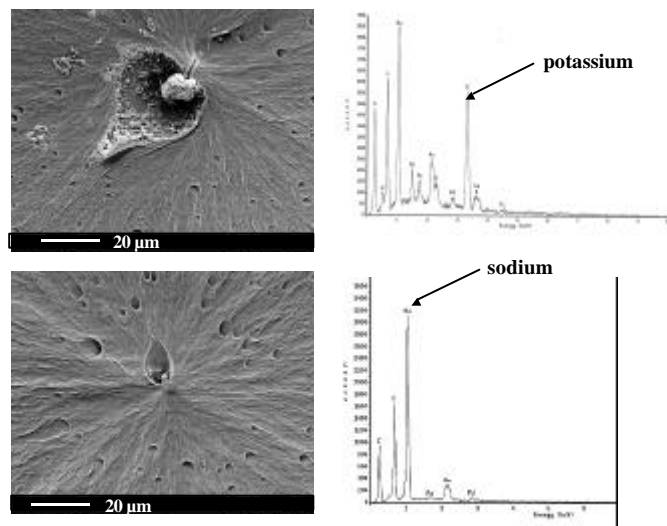


Figure III.21 Résultats d'analyse EDX sur deux particules identifiées comme étant les centres d'amorçage

Comme l'indique la figure III.20a, une grosse cavité s'est formée autour de la particule d'impureté. Cette cavité est à l'origine de l'amorçage puis de la propagation de l'endommagement. Autour de ce centre, la propagation est radiale, avec la présence fréquente de cercles concentriques visibles sur le faciès de la figure III.22. Une importante cavitation s'est également développée autour et les cavités peuvent dans certains cas atteindre 10  $\mu\text{m}$  de diamètre. Il est assez difficile de savoir si ces cavités sont issues de cavités préexistantes ou de cavités formées en cours de processus d'endommagement. Plusieurs hypothèses peuvent alors être faites : tout d'abord la probabilité pour que des cavités soient systématiquement situées en cercle autour du centre d'amorçage paraît discutable. Ensuite, si on compare leur nombre par rapport à une autre zone moins déformée, on observe qu'elles sont ici en quantité plus importante. Alors, même si certaines cavités étaient initialement présentes, il paraît tout à fait envisageable que certaines de ces cavités se soient formées ici au moment de l'apparition de l'endommagement. Ensuite la contrainte hydrostatique a permis de les faire croître.

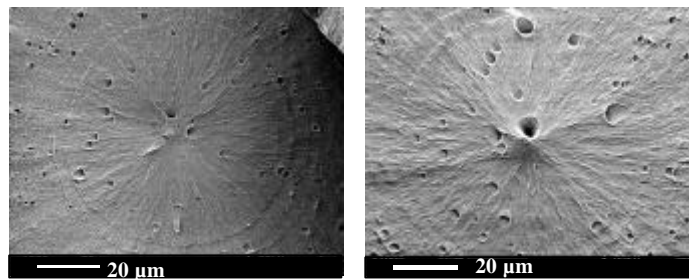


Figure III.22 Observation de cercles concentriques autour de centres d'amorçage

A une échelle plus petite, la cavitation ne se résume pas à ces grosses cavités. Entre ces cavités, la matière a été fortement déformée. Les ligaments de matière ont été étirés dans le sens de propagation. De très petites cavités en très grand nombre sont visibles. Elles ont une taille comprise entre 30 et 50 nm et semblent plus ou moins sphériques. Elles se situent entre les chaînes macromoléculaires et semblent se localiser plutôt entre les sphérolites. Ces observations sont en accord avec les résultats de Castagnet qui par rétrodiffusion de la lumière indiquait la présence de cette taille de cavités intersphérolitiques [Castagnet, 1998].

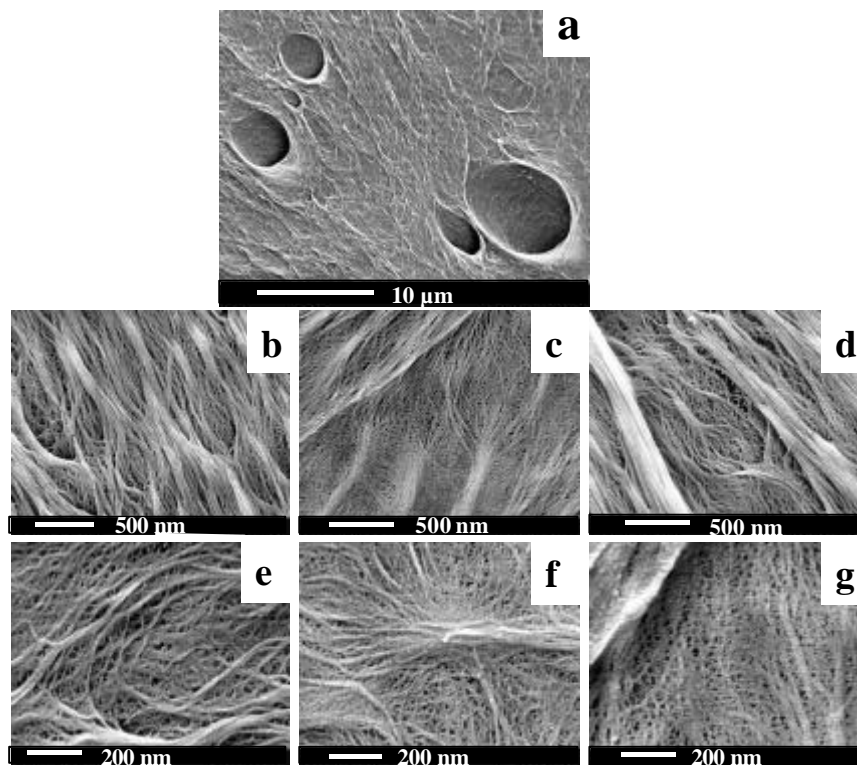


Figure III.23 Observations de la zone entourant la zone d'amorçage pour des essais réalisés à 20°C et  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

Les observations permettent d'affirmer que non seulement la phase amorphe a été beaucoup sollicitée, mais également la phase cristalline. Les observations montrent que des sphérolites ont été totalement déformés, et de leur forme sphérique initiale, il ne reste qu'une forme allongée (cf. Figure III.23 c,d,f, et cf. Annexe III.2.b). Du sphérolite initial, on retrouve un cœur très cristallisé et des lamelles qui semblent avoir été complètement étirées. Ces sphérolites allongés suivent la même direction que les chaînes étirées. Cette observation souligne le caractère anisotrope de la déformation finale. Bien que la cavitation intra-sphérolitique n'ait pu être visualisée lors de notre étude, les observations de Castagnet [Castagnet, 1998] mais également les travaux de Plummer et Kausch [Plummer et Kausch, 1996] sur les polymères semi-cristallins le démontrent. La phase amorphe, située entre les lamelles fortement

orientées par rapport à la direction de sollicitation, est considérée comme un fluide contraint entre deux plaques rigides (les lamelles cristallines). La déformation imposée permet un certain écoulement de cette phase laissant place à la formation de micro-cavités. Des observations similaires sur du HDPE ont montré la transition entre une structure parfaitement sphérolitique et une structure fibrillaire au delà d'un certain niveau de déformation plastique [Dasari et al, 2002]. L'anisotropie de déformation est ainsi présente dans un premier temps avant l'amorçage sur toute la zone entaillée, dans le sens de traction. Les sphérolites, les chaînes amorphes et les cavités sont alors orientés perpendiculairement au faciès de rupture. Cette anisotropie est révélée notamment par les observations d'éprouvettes microtomées dans le sens de traction. Puis, après l'amorçage, la propagation génère une seconde anisotropie. C'est celle-ci qu'il est possible d'observer sur les faciès de rupture : orientation des cavités et des chaînes macromoléculaires dans le sens de propagation.

Une dernière remarque peut être faite concernant les zones d'amorçage en fonction de la température. A 20°C, dans un rayon de 20  $\mu\text{m}$  autour du centre d'amorçage, aucune grosse cavité n'est présente. En revanche, au delà de ce rayon elles se développent aléatoirement. En diminuant la température, le rayon critique diminue également (cf. Figure III.24). A -50°C, les cavités se situent à 6  $\mu\text{m}$  du centre d'amorçage. Ainsi une diminution de température induit une concentration de contrainte, d'où un confinement de la zone concernée par l'endommagement.

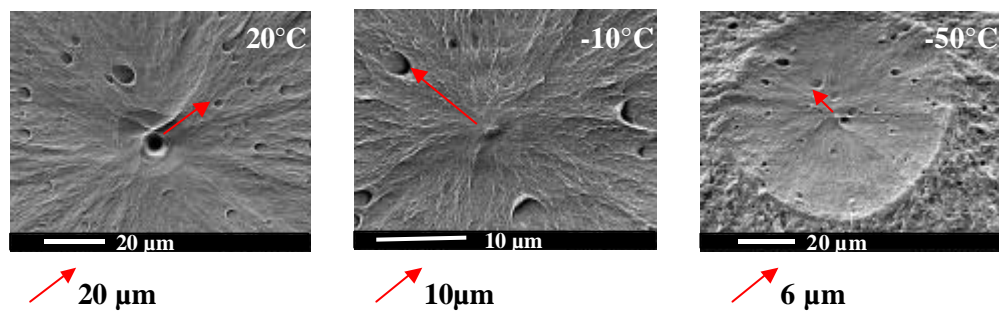


Figure III.24 Répartition des cavités autour du centre d'amorçage à 20°C, -10°C et -50°C

### B.III.2 Mise en évidence de la fibrillation

Dans le chapitre II, les essais de traction sur éprouvettes fissurées ont indiqué que le blanchiment ne concernait que l'extrême pointe de la fissure. L'endommagement en pointe de fissure de matériaux polymères est souvent considéré comme étant du crazing c'est à dire que la pointe de fissure est caractérisée par de la matière étirée et des porosités. Etant donné que l'amorçage de la rupture entraîne une propagation instable pour le PVDF, il est très difficile de stopper une propagation pour l'observer ensuite au MEB. De plus, à la décharge, il y a le risque de refermer la fissure comme pour les éprouvettes AE.

Pour palier à ces problèmes, des observations au MEB d'éprouvettes fissurées sous charge sont effectuées. Deux types de procédés sont alors utilisés : soit un montage de traction in-situ, soit un montage permettant simplement d'imposer un déplacement à l'éprouvette fissurée dans la chambre du MEB. Ces deux méthodes ont apporté des résultats complémentaires compte-tenu des résolutions des microscopes respectifs. Dans le cas de la traction in-situ, les grandissements sont assez faibles et les observations permettent d'étudier simplement l'évolution de la taille de la fissure. Dans le second cas en revanche, la résolution est nettement supérieure et permet d'accéder aux mécanismes de fibrillation et de cavitation en pointe de fissure.

#### B.III.2.a Emoussement et crazing en pointe de fissure

Les essais de traction in-situ sont réalisés au MEB sur des éprouvettes doublement fissurées. Les éprouvettes sont de taille évidemment plus réduite que les éprouvettes macroscopiques, ainsi la



longueur totale  $L$  est de 30 mm, la longueur utile  $L_0$  est de 12 mm, la largeur  $W$  est de 4 mm et l'épaisseur  $B$  est de 6 mm. Les éprouvettes sont fissurées suivant différents rapports  $a/W$ . Compte-tenu des conditions particulières de l'essai, la vitesse de sollicitation est faible ( $3 \mu\text{m/s}$ ) afin de pouvoir prendre régulièrement des photos de l'évolution de la pointe de la fissure. Les éprouvettes ont été métallisées à l'or-palladium avant les observations, mais l'ouverture de la fissure provoque néanmoins de fortes accumulations de charges dues au caractère non-conducteur du PVDF. Une courbe charge-déplacement est également enregistrée, sans être par la suite utilisée dû aux arrêts fréquents de chargement pour la mise au point des photos. A chaque photo, la courbe indique une relaxation immédiate de la charge.

Dans un premier temps sur la figure III.25, l'érousement de la fissure est très important : Avant essai l'ouverture de la fissure sur le côté de l'éprouvette est de  $5 \mu\text{m}$ , avant la rupture finale la fissure s'est beaucoup ouverte puisqu'elle est désormais de  $300 \mu\text{m}$ .

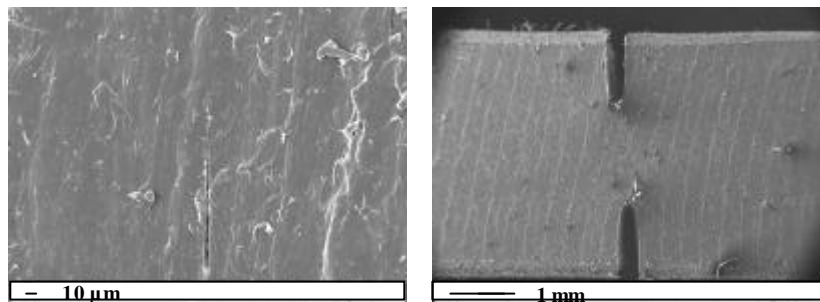


Figure III.25 Observations de la zone fissurée avant essai et avant rupture finale,  $20^\circ\text{C}$ ,  $3 \mu\text{m/s}$

En cours d'ouverture, il est possible d'observer la formation d'une seconde fissure qui démarre en fond de la fissure initiale (cf. Figure III.26a,b). Des fissures secondaires peuvent également se former sur les côtés de la fissure initiale (cf. Figure III.26c). Ces fissures secondaires sont orientées à environ  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation. Si on fait un grandissement important de la zone en avant du front de fissure, la matière est très étirée et laisse apparaître de nombreuses cavités (cf. Figure III.26d). De même si un zoom est réalisé dans l'entaille, il montre que les fibrilles sont fortement étirées (cf. Figure III.26e,f). Ainsi, même si l'état de surface ne permet pas de quantifier précisément la zone concernée par l'endommagement, le blanchiment observé de façon macroscopique correspond à des cavités et à des fibrilles étirées.

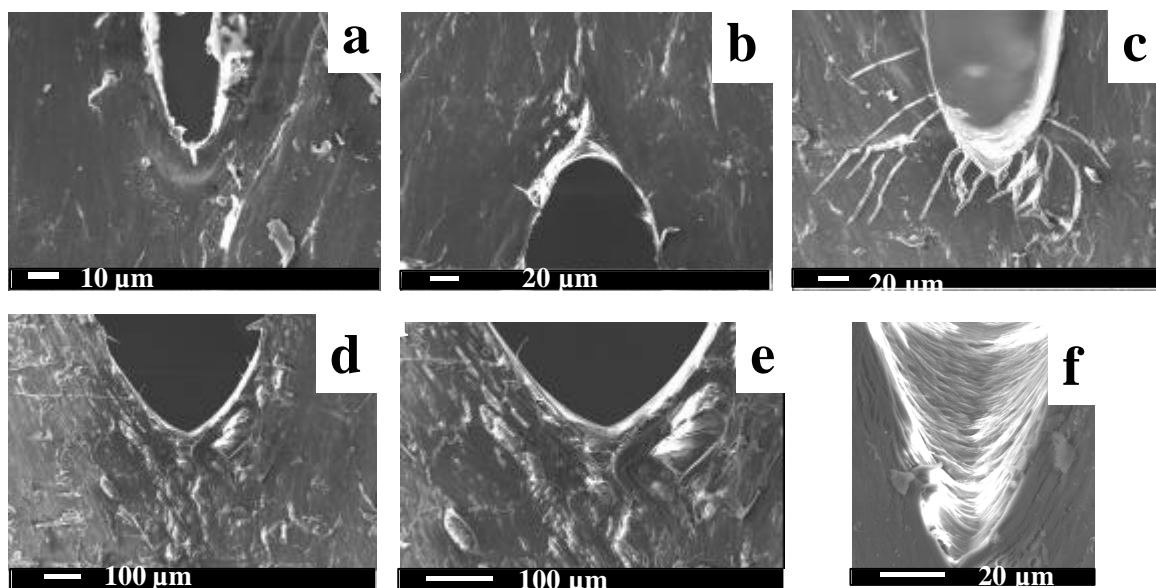


Figure III.26 Observations microscopiques en cours d'essais de traction interrompus sur éprouvette DENT,  $20^\circ\text{C}$ ,  $3 \mu\text{m/s}$

## B.III.2.b Observations du crazing en pointe de fissure

Un montage de traction est fabriqué afin de maintenir une éprouvette de petite taille sous déplacement imposé. Les surfaces sont au préalable polies afin de garantir un bon état de surface et sont ensuite fissurées. Un déplacement est imposé à l'éprouvette, qui est ensuite placée dans une enceinte MEB pour observer l'endommagement. L'orientation de l'éprouvette sur les clichés est liée à la place disponible dans la chambre du MEB. Ainsi étant donné l'encombrement du montage et la position du détecteur d'électrons secondaires, l'éprouvette est positionnée en biais. Le sens de sollicitation est indiqué par la double flèche rouge.

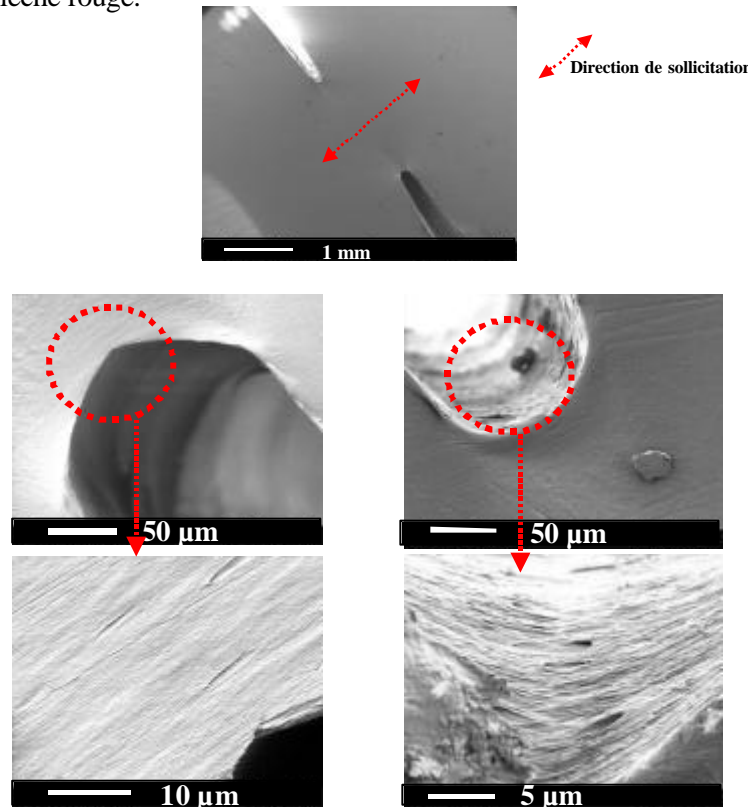


Figure III.27 Eprouvette DENT sous traction observée au MEB à 20°C

Un important émoussement en pointe de fissure est constaté (cf. Figure III.27). Un zoom de la zone en pointe de fissure indique les mêmes résultats que précédemment c'est à dire des cavités très orientées dans le sens de traction et un zoom dans la fissure montre que la matière est beaucoup déformée. Cela entraîne une ovalisation des cavités.

Si maintenant la charge sur l'éprouvette est augmentée, une fissure peut se former en fond de la fissure principale (cf. Figure III.28a,b). Cette micro-fissure est beaucoup plus fine et le rayon en fond d'entaille dans ce cas peut être considéré comme infiniment faible. Ici, étant donné le mode de chargement, la fissure est plus ou moins stabilisée, bien que la chaleur apportée par le faisceau d'électrons du MEB a tendance à faire avancer la fissure en permettant une plus grande mobilité des chaînes polymères.

Au fur et à mesure de la propagation, la fissure s'entoure d'un réseau non négligeable de crazes. Ces crazes sont constituées de chaînes liens fortement étirées et de cavités entre ces fibrilles (cf. Figure III.28b,c). Des observations identiques ont été faites sur du polypropylène à longue chaîne moléculaire, sur des crazes observées en tension uniaxiale [Dasari et al, 2003]. Les crazes suivent la même orientation que la fissure initiale, et les fibrilles ou chaînes liens peuvent avoir plusieurs orientations. La résistance du matériau est mise en évidence par ce réseau de fibrilles pontées qui peut résister au chargement imposé. Au cours d'autres essais, la fissure peut parfois se scinder en deux fissures secondaires.

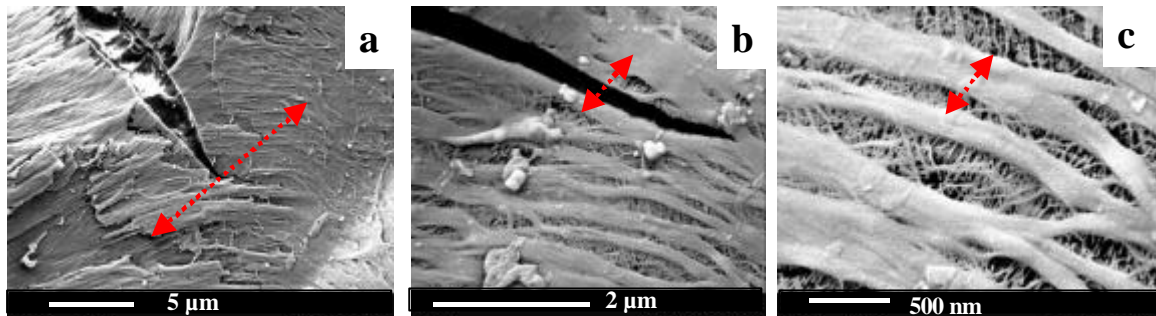


Figure III.28 Observations de la fissure et de la surface endommagée, éprouvette DENT maintenue à un déplacement imposé à 20°C

Dans les crazes, il est possible de constater que certaines fibrilles sont cassées très souvent sur une extrémité mais l'influence du faisceau d'électrons empêche de certifier que ces ruptures soient dues uniquement au chargement. Des observations à des tensions d'accélération plus faibles ont été effectuées mais dans ce cas la résolution est trop mauvaise pour observer les molécules liens dont le diamètre est inférieur à 50 nm. Signalons enfin que même si le blanchiment en pointe de fissure est important (cf. *Annexe III.2c*), il reste malgré tout difficile de faire ces observations car en surface le matériau est nettement moins endommagé qu'à cœur.

Ainsi pour résumer, l'endommagement du PVDF est caractérisé par une importante cavitation qui se crée dans une zone fortement déformée. Cette cavitation s'accompagne d'étirement de matière qui peut mener à une perte de sphéricité des sphérolites. L'anisotropie de déformation fait que des cavités plus ou moins orientées peuvent se former ou croître. Elles sont généralement formées entre les sphérolites. Il est tout à fait possible d'imaginer des cavités de plus petites tailles, situées entre les lamelles cristallines comme il a été montré par Castagnet. Cependant, à l'échelle du MEB cette observation n'est pas envisageable. Bien que ces cavités aient une taille très inférieure à la taille du craze, elles créent une concentration de contraintes qui peut accroître la dislocation des blocs cristallins aux grandes déformations. Le stade ultime de la rupture des fibrilles se fait par coalescence des cavités et la formation d'un craze qui peut se propager au reste de la structure [Friedrich, 1983]. Dans une structure fissurée, l'étirement des fibrilles en pointe de fissure induit également la formation de crazes.

Tous ces endommagements induisent un blanchiment des éprouvettes et génèrent avant rupture un matériau très poreux. Les travaux de Olf et Peterlin sur du polypropylène ont indiqué que le volume de vide pouvait être estimé à au moins 50% [Olf et Peterlin, 1974].

La déformation crée d'abord une augmentation du volume libre, essentiellement dans la phase amorphe libre, par la possibilité de ces chaînes de se débobiner. Ensuite, la déformation est transmise aux lamelles cristallines par l'intermédiaire des molécules liens. L'augmentation du volume libre va donc être liée au nombre de chaînes liens et à leur longueur pour accommoder la déformation entre les cristallites (cf. *Figure III.28c*). Tant que ces derniers pourront se déformer uniquement par le débobinage des chaînes liens, le volume dans la phase amorphe libre pourra augmenter. La rupture des premières chaînes liens permettra de créer également une cavitation intralamellaire. Cependant, l'augmentation de volume sera stoppée puisque l'allongement des groupements cristallins va induire une diminution du volume libre de l'amorphe [Ludwig et Urban, 1998]

Toutes ces observations ont été faites en majorité sur des éprouvettes caractérisées par une rupture ductile. Dans la suite du chapitre, on va voir que suivant la température de l'étude et le type d'éprouvette, les faciès de rupture évoluent, et la cavitation très développée à 20°C est quasi inexistante à plus basse température.

### **C. Mécanismes de rupture du PVDF**

La rupture des polymères solides dépend beaucoup de leur morphologie, de la température, de la vitesse de sollicitation et du mode de chargement. A l'échelle moléculaire, la rupture se déroule sur les lieux de plus faible résistance. En général, la rupture évite la coupure directe des chaînes macromoléculaires, très coûteuses en énergie puisque les liens sont alors covalents [Peterlin, 1972]. Dans les polymères semi-cristallins, les liens entre les enchevêtrements et les cristaux sont essentiellement mécaniques et non chimiques. Ainsi, ces liens pourront être cassés sans avoir à rompre les chaînes. Suivant la température et le taux de déformation, la rupture peut se dérouler avant même d'avoir atteint la limite d'écoulement, on parle alors de rupture fragile. Dans les autres cas, on parle de rupture ductile. Beaucoup de mécanismes sont proposés pour décrire la propagation ductile et l'idée commune est que finalement les mécanismes sont surtout fonction du type de polymère [Clay et Kander, 2002].

Les mécanismes de rupture des polymères semi-cristallins en général dépendent également de l'état de contrainte locale (pour simplifier : conditions de déformations planes (DP) et de contraintes planes (CP)). Ces conditions s'avèreront encore plus délicates à étudier quand on sait que sur une même éprouvette les deux conditions interviennent. Il n'y a plus aucun doute désormais sur l'importance des conditions de DP pour la rupture des thermoplastiques notamment dans le cas des éprouvettes entaillées ou fissurées. De telles conditions mènent généralement à des ruptures fragiles [Friedrich, 1983]. La sensibilité à la présence d'une fissure sera d'autant plus grande que la température est faible et la vitesse élevée [Vincent, 1964].

#### **C.I Rappels des principaux types de rupture obtenus**

Dans le chapitre précédent, les différents essais mécaniques ont montré que le mode de rupture pouvait varier suivant la géométrie de l'éprouvette, la température et la vitesse de sollicitation. Les essais de traction sur éprouvettes lisses ont indiqué qu'à 20°C la rupture était ductile, caractérisée notamment par un important blanchiment de la zone endommagée et par un étirement important de la matière. A plus basse température, le volume libre des chaînes amorphes ayant diminué, cela induit une plus grande rigidité menant à une rupture brutale des éprouvettes.

Les essais de traction sur éprouvettes entaillées ont indiqué la même évolution avec la température, et les essais sur AE0.15 ont indiqué en plus un fort effet de la triaxialité sur la déformation à rupture à 20°C. Les essais de flexion et de traction réalisés sur éprouvettes fissurées ont confirmé l'importance de la triaxialité sur le mode de propagation, et ont également révélé l'importance de la géométrie de l'éprouvette.

Pour la suite, on s'attachera à décrire les différences observées entre les différentes géométries, en mettant en évidence l'influence des différents paramètres (température, vitesse, géométrie, triaxialité) sur le mode de rupture. Pour qualifier le type de rupture, des observations macroscopiques mais également des observations des faciès de rupture réalisées au MEB vont être utilisées. Un faciès de rupture sera dit ductile par la présence notamment de nombreux fibrilles étirées. A contrario, un faciès sera qualifié de fragile par l'absence totale de déformation de la matière.

#### **C.II Différents modes de rupture suivant la température**

La rupture du PVDF peut prendre différents aspects suivant la température de l'essai. Pour des températures supérieures à 50°C, la striction peut se propager dans toute l'éprouvette en cours de déformation [Castagnet, 1998]. Un écoulement important du matériau est alors obtenu.

A 20°C, en cours d'essai le blanchiment de l'éprouvette apparaît. Il débute avant d'atteindre la force maximale. Ce blanchiment concerne toute l'éprouvette (cf. Figure III.29), avant de se localiser dans la striction.

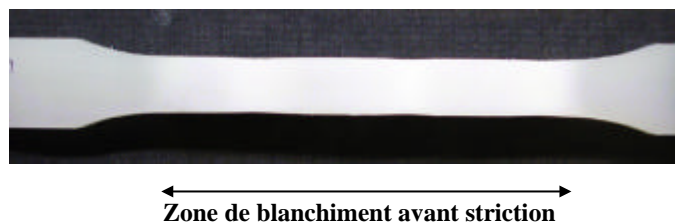


Figure III.29 Observation du blanchiment dans une éprouvette en traction, sollicitée à 20°C et  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Suivant l'état de surface des éprouvettes, la striction peut concerner une longueur plus ou moins importante de l'éprouvette. Il est possible de la mettre en évidence sur une courbe contrainte-déformation, en utilisant un extensomètre longitudinal et latéral. Sur la figure III.30, la striction est enregistrée dans l'extensomètre longitudinal (déformation importante), alors que l'extensomètre latéral, qui se situe en dehors de la zone qui strictionne, indique une saturation de la déformation (cf. Figure III.30).

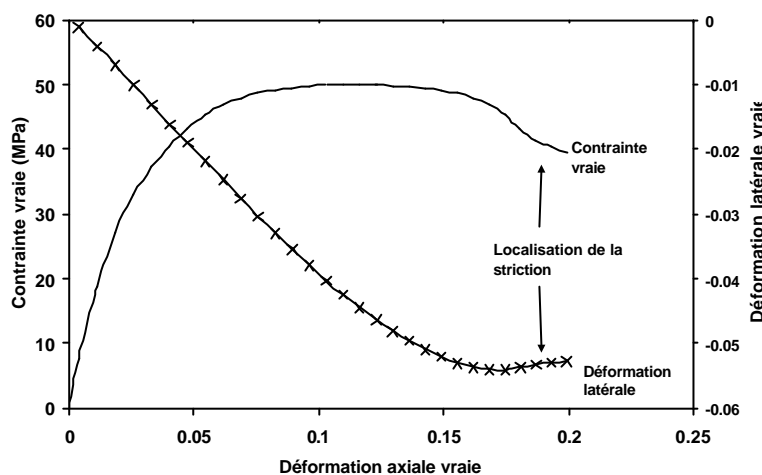


Figure III.30 Observation de la striction en traction sur une courbe de contrainte-déformation vraies obtenues à 20°C et  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

A -10°C, le faciès de rupture est plat, il n'y a plus d'étirement de matière comme c'était le cas à 20°C. L'influence de la température sur la mobilité des chaînes est ainsi mise en évidence. Le blanchiment reste présent, mais la zone concernée se limite à la zone de rupture comme le montre la figure III.31.

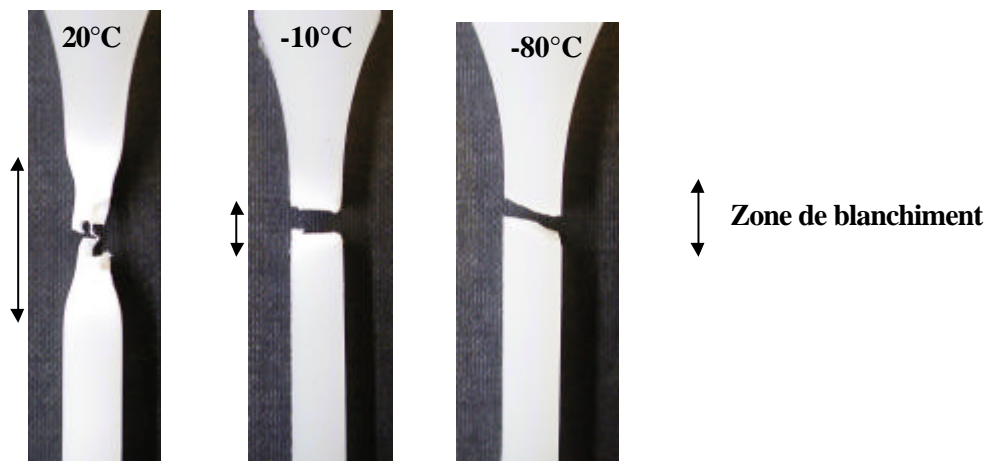


Figure III.31 Observations de la rupture macroscopique en traction pour différentes températures, à  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

A plus basse température, et principalement aux très basses températures ( $-80^{\circ}\text{C}$  et  $-100^{\circ}\text{C}$ ), le faciès de rupture est très souvent en biseau et dans certains cas, la rupture s'initie en plusieurs endroits en même temps créant un morcellement de l'éprouvette. A partir de  $-50^{\circ}\text{C}$ , il n'y a plus de zone blanchie, l'absence de croissance significative de cavités à ces températures est ainsi postulée. Dans ces conditions (basse température), le matériau est sensible à l'endommagement par bandes de cisaillement.

La vitesse a évidemment une influence sur le type de rupture, mais à température donnée, dans la gamme de vitesse explorée, des ruptures macroscopiques quasi-identiques sont observées.

### C.III La rupture ductile

#### C.III.1 Mise en évidence de la rupture ductile sur les éprouvettes lisses et entaillées

Le PVDF, comme tout matériau polymère semi-cristallin, est en général ductile pour une température supérieure à sa température de transition vitreuse. Cette règle est dépendante de la vitesse et de la géométrie étudiée. Concernant la vitesse, les essais sur éprouvettes lisses ont été réalisés sur quatre décades de vitesses de déformation (de  $1.5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  à  $1.5 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ), et sur une décade de vitesse de réduction diamétrale pour les éprouvettes entaillées. Dans ce dernier cas, les résultats indiquent que multiplier la vitesse d'un facteur 10 augmente la force maximale mais ne change pas le mode de rupture. En revanche, pour les éprouvettes lisses, même si à  $20^{\circ}\text{C}$  pour toutes les vitesses la rupture est ductile, à  $-10^{\circ}\text{C}$  l'influence de la vitesse est vérifiée. En effet aux très basses vitesses, la rupture est complètement ductile. En revanche, aux plus grandes vitesses, la zone de rupture est représentative d'un faciès fragile.

La ductilité d'un faciès de rupture du PVDF peut se prédire macroscopiquement par l'importance du blanchiment et l'importance de l'étirement de la matière. La perte de ductilité dès  $-10^{\circ}\text{C}$  se caractérise par une relative disparition de ces deux caractéristiques, et notamment le blanchiment ne concerne plus qu'une zone très confinée (cf. Figure III.31). Le faciès de rupture est alors beaucoup plus lisse et nettement moins de matière a été déformée. Au microscope électronique à balayage, la différence est moins prononcée puisque dans les deux cas la rupture est ductile.

Deux grandes caractéristiques communes à toutes les ruptures ductiles sont mises en évidence sur les quatre géométries : de nombreuses cavités et des ligaments de matière étirés à différentes échelles dont l'orientation indique le sens de propagation final (cf. Figure III.32).

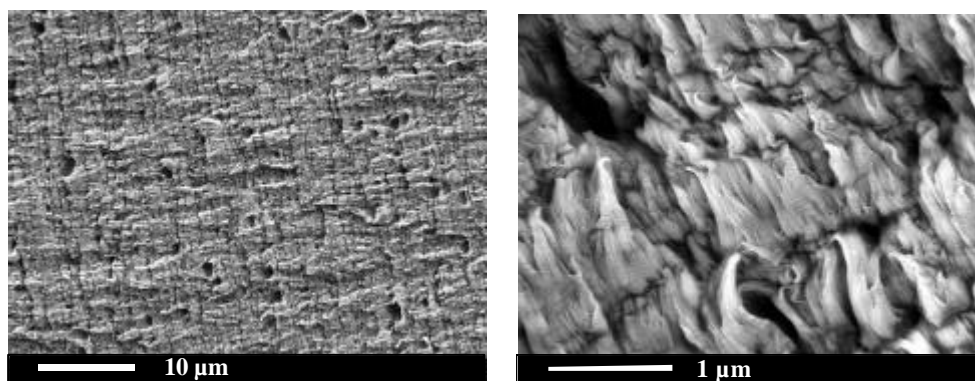


Figure III.32 Observation de la surface de rupture qualifiée de ductile à deux grossissements sur AE4, à  $20^{\circ}\text{C}$  en pilotage de réduction diamétrale à  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$

Dans ces zones, les cavités observées ont un diamètre d'environ 1  $\mu\text{m}$  et correspondent probablement aux grandes cavités présentes initialement dans le matériau. Même si leur diamètre ne semble pas a priori avoir augmenté avec la déformation, dans le cas des éprouvettes lisses et des AE4, de précédents résultats ont indiqué leur ovalisation suivant le sens de sollicitation. Le faciès de rupture n'indique qu'une vue en coupe de ces cavités, et leur diamètre semble quasi équivalent au diamètre mesuré sur les coupes de cryofractographie.

Concernant l'élongation des chaînes, la figure III.32 indique que la matière a été fortement sollicitée, et à rupture les chaînes étirées sont retombées en partie sur le faciès. Des observations identiques ont été faites sur du PE à 20°C pour de faibles vitesses de sollicitation [Dasari et Misra, 2004], où la fibrillation est expliquée par une importante ductilité qui permet une déformation accrue des lamelles cristallines et des chaînes amorphes.

### C.III.2 Mise en évidence de la notion de vitesse de propagation critique

L'amorçage de la rupture pour les éprouvettes lisses se fait en général à partir d'un défaut de surface. Dans le chapitre II a été évoquée l'influence de l'état de surface des éprouvettes sur la valeur de déformation à rupture. Il a été montré que les éprouvettes usinées par jet d'eau présentaient plus de défauts de surface que les éprouvettes fraisées, et la conséquence était une déformation à rupture plus faible. Cependant même dans le cas des éprouvettes fraisées, des amorçages en surface ont été identifiés. Dans tous les cas, le mode de propagation est le même. Ainsi, un amorçage suivi d'une propagation dont le faciès correspond à la figure III.32 sont observés. Pour les éprouvettes entaillées dont l'amorçage se faisait à cœur, la propagation est également identique à la figure III.32.

La propagation comporte ainsi deux phases. En plus de la première phase déjà évoquée (*cf. Figure III.33 (1)*), une seconde zone est séparée de la première par une série de bandes discontinues. Elle conserve un aspect ductile, mais le relief est moins marqué, les chaînes ont été moins étirées (*cf. Figure III.33 (2)*). Les cavités sont toujours présentes mais leur taille est légèrement plus faible. Cette zone aurait donc été moins déformée. On préférera l'appellation bandes discontinues à celle de stries, car cette dernière est en général réservée aux faciès de fatigue où elles représentent les avancées de fissure pour chaque cycle.

Les bandes discontinues qui séparent ces deux zones sont en nombre variable mais d'une manière générale leur nombre diminue avec la température : plus de 10 à 20°C et 2 ou 3 dans la zone de propagation ductile à -50°C. Dans le cas des AE4, les bandes discontinues entourent complètement le faciès, confirmant que la propagation est radiale à partir du centre de l'éprouvette vers les bords (*cf. Annexe III.2d*).

La figure III.33 indique les deux zones ductiles ainsi que la position des bandes discontinues. Ici, ces bandes discontinues représentent sans doute des arrêts momentanés de la propagation, qui s'accélère au fur et à mesure de l'avancée. Cette accélération se justifie par le fait que les bandes discontinues se rapprochent au fur et à mesure de la propagation, observée également sur les AE (*cf. Annexe III.2d*). Elles témoignent de l'existence probable d'une vitesse critique de propagation qui fait qu'en dessous de cette vitesse la propagation est stable et au dessus la propagation est plus instable. La notion de vitesse critique a déjà été mentionnée pour des essais sur éprouvettes fissurées sur le Polyamide 11 [Echalier, 1989], où la vitesse de propagation augmente avec l'avancée de la fissure pouvant entraîner un changement de mécanisme de rupture.

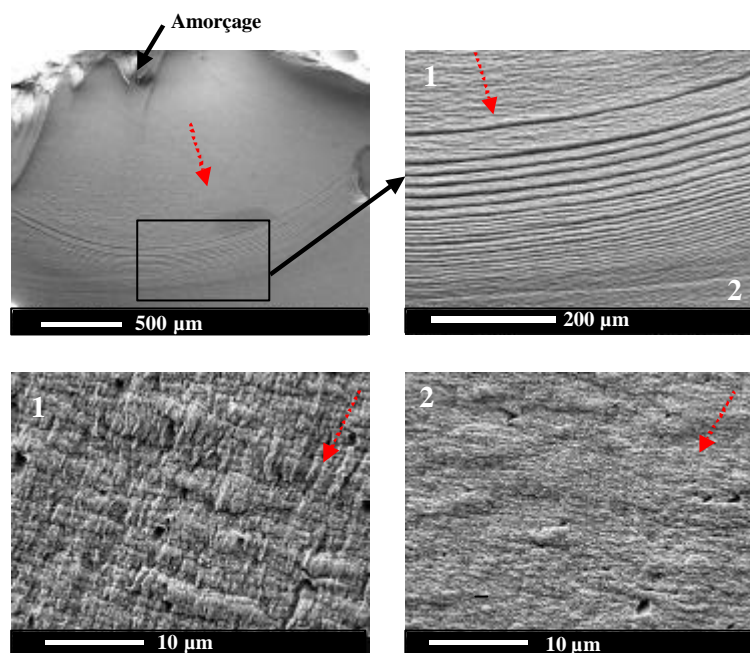


Figure III.33 Observations de bandes discontinues sur un faciès de rupture à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (éprouvettes lisses) et des deux zones ductiles

L'observation plus précise indique qu'une bande discontinue est en fait un regroupement de bandes de propagation de plus petites tailles (cf. Figure III.34). En effet, la propagation ductile se déroule par avancées successives qu'il est possible de suivre grâce à l'étiement de la matière et la rupture des fibrilles qui retombent ensuite sur le faciès. Dans la première zone, l'espacement entre deux rangées de matière est d'environ  $500 \text{ nm}$ , dans la seconde zone il est réduit à environ  $100 \text{ nm}$ , ces valeurs n'étant que des moyennes. Cette diminution indique très clairement que dans cette seconde zone, la vitesse de propagation est plus élevée, la matière est alors moins déformée. La diminution de déformation témoigne d'une perte de ductilité avec l'augmentation de vitesse de propagation. La distance entre les deux premières bandes discontinues est de  $50 \mu\text{m}$ , en revanche entre les deux dernières, cette distance est d'environ  $6-7 \mu\text{m}$ . L'excès de matière sur chaque fin de bande indique que des arrêts momentanés de propagation ont certainement eu lieu à ces endroits. Des observations équivalentes ont été faites sur divers polymères en fatigue. La présence de stries témoignent dans ce cas des arrêts de fissure entre chaque cycle. Néanmoins, on observe une similitude de microstructure et la distance entre deux stries (entre  $5 \mu\text{m}$  et  $30 \mu\text{m}$ ) est en accord avec les observations sur le PVDF [Skibo et al, 1977]. La présence de ces bandes de croissance discontinues est attribuée au phénomène de crazing, caractérisé en plus par de nombreuses porosités dont la taille varie entre  $2$  et  $0.1 \mu\text{m}$  [Hertzberg et Manson, 1980].

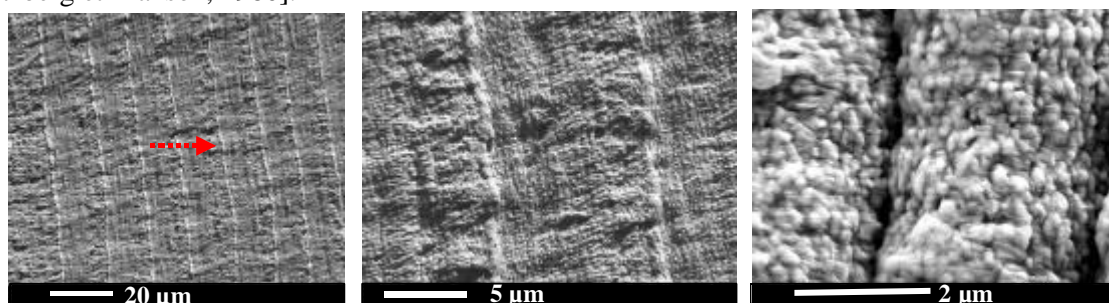


Figure III.34 Observations de la zone des bandes discontinues à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Pour les éprouvettes entaillées, l'observation de la zone d'amorçage a indiqué la présence de nombreuses particules d'impuretés (cf. Figure III.35). Sur les faciès de rupture d'éprouvettes lisses de nombreuses particules sont à l'origine d'un endommagement secondaire sous forme d'ellipsoïde. Le



mécanisme conduisant à l'apparition sur les faciès de rupture de marques paraboliques a été décrit par Andrews [Andrews, 1968]. Ces marques paraboliques sont dues à la naissance de cavités en avant du front de fissure principal, dans un plan proche du plan de fracture. Ces cavités se développent de façon circulaire jusqu'à ce que le front de fissure les intercepte. La forme quasi parabolique représente le lieu des points d'intersection de la fissure principale et de la fissure interne, en développement circulaire. Visibles en général plus dans la seconde zone de propagation ductile, ces particules sont à l'origine de mini-propagations s'accompagnant de bandes discontinues indépendantes. La conjonction de la propagation principale et de celle des impuretés crée une forme d'ellipse sur les faciès, ou quelquefois aussi des formes sphériques. L'observation précise des pieds des ellipses indique très clairement des cavités avec ou sans particule d'impureté. Sur les faciès de rupture des AE, des endommagements secondaires sont également visibles, d'autant plus que la température de l'essai est faible.

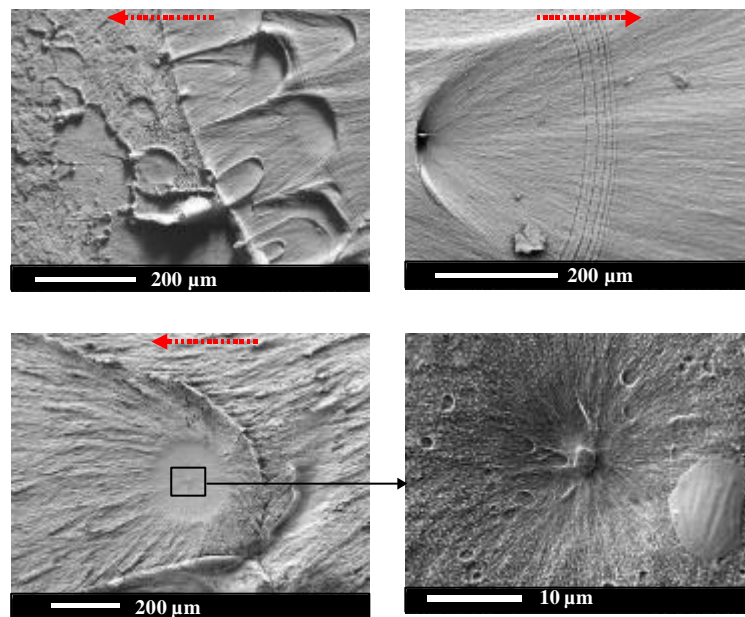


Figure III.35 Observations des endommagements secondaires sur les faciès de rupture d'éprouvettes lisses à différentes températures

Ainsi les faciès de rupture ductile se caractérisent par deux zones distinctes : une première zone où la matière est macroscopiquement et microscopiquement déformée, et une zone d'apparence plus lisse, où même si les fibrilles sont étirées, la déformation est moindre comparée à la première zone. Une frontière entre ces deux types de faciès est caractérisée par des bandes discontinues de propagation dont la juxtaposition témoigne de l'accélération de la propagation avant la rupture.

### C.III.3 Mise en évidence de la propagation stable sur éprouvette fissurée

Les essais de flexion réalisés entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$  ont indiqué que la rupture était ductile pour toutes les températures. La fissuration est dite stable c'est à dire que les courbes force-ouverture indiquent une diminution de la charge après le point culminant sans arrêt macroscopique. Dans le chapitre II ont été montrées deux observations en cours d'essais de la pointe de la fissure à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-30^{\circ}\text{C}$ , où le blanchiment était nettement moins important à plus basse température. Ainsi, comme pour les éprouvettes lisses, la diminution de température implique une perte de ductilité des éprouvettes.

Si on s'intéresse aux faciès de rupture, il peut être découpé en trois zones : la première zone complètement à gauche sur le faciès (cf. Figure III.36a) correspond à la zone pré-fissurée avant l'essai, ensuite la zone d'érousement (cf. Figure III.36c) et enfin la zone de propagation.

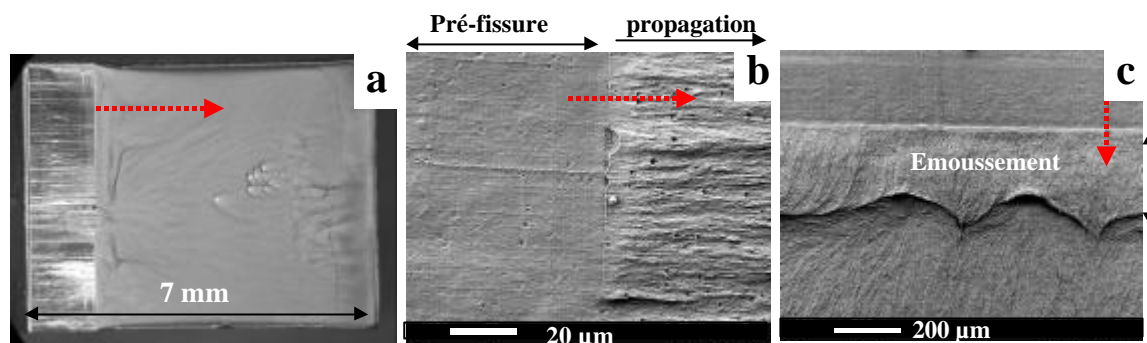


Figure III.36 Observations de faciès de rupture d'éprouvettes de flexion à 20°C, 0.15 mm/s

La zone d'émoussement a une largeur qui varie suivant la température : en moyenne, à 20°C cette zone est large de 600  $\mu\text{m}$ , 400  $\mu\text{m}$  à -10°C et 200  $\mu\text{m}$  à -30°C. Elle se matérialise sur le faciès par un excédent de matière et un positionnement des fibrilles étirées différent de la phase de propagation. De plus, l'observation du profil de propagation indique également un léger relief de cette zone par rapport à la zone de propagation qui est relativement lisse. Cette zone d'émoussement est compatible avec les observations macroscopiques des essais.

Ensuite, l'analyse du faciès montre qu'il n'y a qu'une seule zone de propagation (cf. Figure III.37a). Aucune bande discontinue n'est observée, donc a priori aucune accélération de propagation, comme le confirme les courbes force-ouverture. La propagation est stable et comporte les mêmes caractéristiques que la propagation ductile observée sur les éprouvettes lisses et entaillées. La matière est très étirée avec de nombreuses cavités, et à plus petite échelle le faciès se rapproche des observations des éprouvettes axisymétriques près de la zone d'amorçage. C'est à dire que de plus petites cavités en nombre important sont visibles, tout en conservant une importante déformation des chaînes (cf. Figure III.37b).

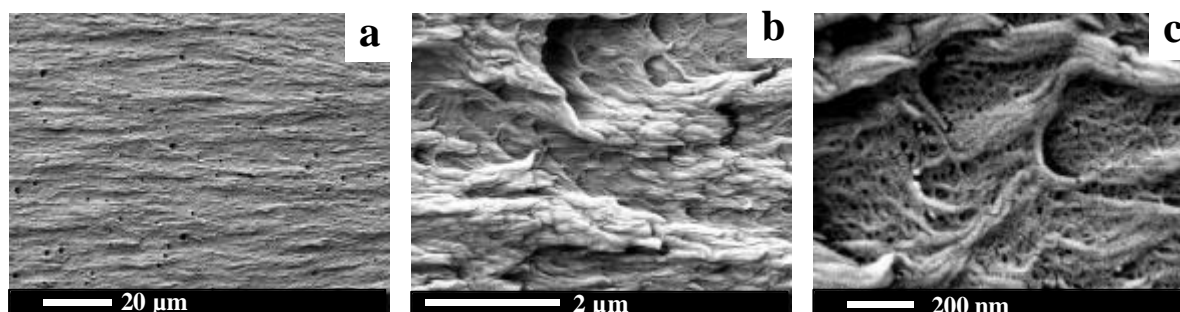


Figure III.37 Observations de la zone de propagation d'un faciès de rupture d'éprouvette de flexion

Des endommagements secondaires sont également présents et sont d'autant plus visibles sur les faciès que la température est faible (cf. Figure III.38). Ainsi, comme pour les éprouvettes lisses et entaillées, il semble que la diminution de température limite la déformation globale des éprouvettes et favorise la concentration de contraintes autour des impuretés. La localisation de la déformation autour de ces impuretés avec la baisse de température implique leur plus grande nocivité par des amorçages secondaires plus nombreux. L'augmentation de la densité des endommagements a été également montrée sur du polyamide 11 avec la diminution de température [Echalier, 1989].

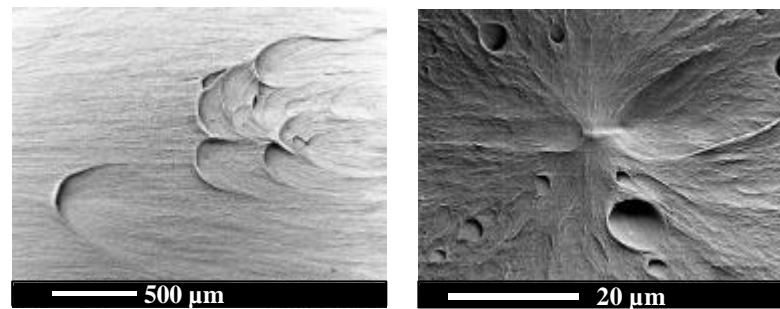


Figure III.38 Observations de la zone de propagation sur un faciès de rupture d'éprouvette de flexion trois points à 20°C et 0.15 mm/s

Les essais sur éprouvettes DENT ont indiqué que la propagation n'était pas stable jusqu'à la fin pour ce type d'essai. En revanche, les essais in-situ réalisés à une vitesse très inférieure et sur une géométrie différente des éprouvettes macroscopiques ont permis d'obtenir des fissurations stables. L'observation des faciès de rupture indique dans ce cas les deux zones de propagation ductile, séparées par une série de bandes discontinues. La caractéristique principale de la rupture ductile pour ce type d'éprouvette est la présence d'un étirement de matière finale présent au centre de l'éprouvette (cf. Figure III.39). L'orientation des bandes discontinues et de ce ligament indique également qu'au centre de l'éprouvette, les conditions de déformations planes prévalent, contrairement aux conditions de contraintes planes sur les bords. La concentration de contraintes étant plus importante au centre de l'éprouvette, la déformation est localement plus importante et la propagation se fait alors plus rapidement.

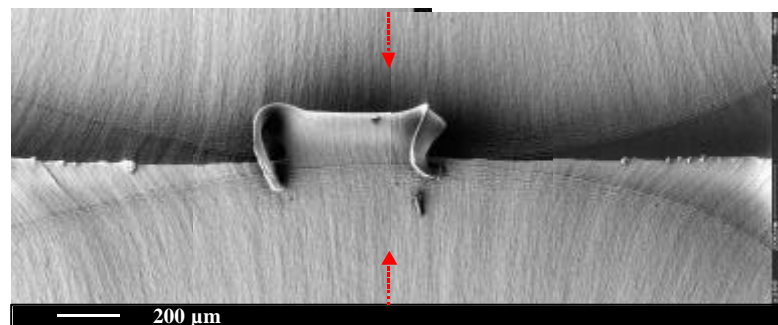


Figure III.39 Observation d'une zone de déchirement ductile pour une éprouvette DENT, traction in-situ, 3 μm/s, 20°C

#### C.IV La rupture ductile/fragile

##### C.IV.1 Caractéristiques d'un faciès qualifié de fragile

La description des faciès ductile a été amplement réalisée précédemment et ici il va s'agir de montrer les différences existantes avec un faciès fragile. La première différence concerne l'absence totale de déformation de la matière et notamment l'absence d'étirement des fibrilles, ainsi que l'absence totale de blanchiment. Pour qualifier un faciès de fragile, le plus simple est de se servir des observations faites sur les faciès de rupture par cryofractographie dans l'azote et également des faciès de rupture des essais à -100°C. Ces observations indiquent une surface de plaques juxtaposées les unes contre les autres (cf. Figure III.40a). Cela indique des micro-amorçages multiples dans différents plans, qui coalescent ensuite. Ces marques caractéristiques d'un faciès fragile ont déjà été observées sur des polymères semi-cristallins [Lauterwasser et Kramer, 1979]. La rupture semble être assez nette, le relief est macroscopiquement plat mais microscopiquement très accidenté. A plus fort grandissement, la surface est assez lisse et de nombreuses porosités de très petites tailles sont présentes (cf. Figure III.40b).

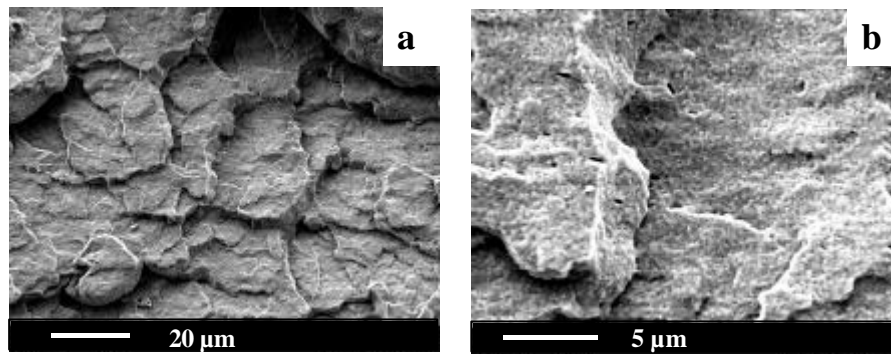


Figure III.40 Observations d'un faciès de rupture fragile obtenus à  $-100^{\circ}\text{C}$  et  $0.15\text{ mm/s}$

#### C.IV.2 Observations des zones de transition

Précédemment, il a été évoqué que la rupture d'une éprouvette lisse sollicitée à  $-10^{\circ}\text{C}$  pouvait ne pas être complètement ductile. Il apparaît en effet que pour ces conditions et pour d'autres, la rupture peut être qualifiée de fragile. Néanmoins, cette rupture s'accompagne toujours d'un amorçage et d'une propagation ductile, ainsi il serait plus juste de la qualifier de semi-fragile. Même les essais réalisés à  $-100^{\circ}\text{C}$  révèlent que l'amorçage est toujours ductile (cf. *Annexe III.3*). La matière est alors légèrement déformée et des ensembles cavités/matière étirée sont présents. Pour des températures plus élevées, des zones appelées zones de transition sont observées entre la zone de propagation ductile et la zone de rupture fragile. Ces zones de transition ont des caractéristiques surfaciques plus proches de la zone fragile, tout en ayant plus de déformation de matière. Cette zone de transition est parfois décrite comme la trace fossile de la zone endommagée en tête de fissure au moment de l'instabilité [Echalier, 1989]. Pour les éprouvettes lisses à basse température où l'amorçage se fait en surface, on observe successivement : une zone ductile où la matière est très déformée, suivie de bandes discontinues et d'une seconde zone de propagation ductile (1) où la matière est moins déformée, ensuite une zone de transition (2) et enfin la zone fragile (3) (cf. *Figure III.41*). Les critères de transition d'une rupture lente et stable à une rupture à grande vitesse font en général intervenir des phénomènes de relaxation moléculaires [Birch et Williams, 1978], [Johnson et Radon, 1972], ou des processus d'échauffement adiabatique en tête de fissure [Marshall et al, 1974]. Lors de la propagation d'une craquelure dans du PMMA, 60% du taux de restitution d'énergie serait dépensé lors de la formation des fibrilles et transformé en chaleur [Doll, 1984]. Quand les fibrilles étirées se rompent, elles provoquent de petites ondes de choc à la manière d'un ressort libéré. Une autre approche résume la transition entre la stabilité et l'instabilité par une compétition entre l'écoulement par cisaillement et la rupture des fibrilles, la cinétique de ces deux processus étant différente [Kambour et al, 1978]. En tête de fissure, un craquellement contrôle l'absorption d'énergie dans la zone en déformation plane. La formation de cette craquelure nécessite une composante hydrostatique. L'écoulement en cisaillement augmente l'énergie consommée mais ce mécanisme ne se manifeste qu'en contrainte plane (sur les bords de l'éprouvette). Des craquelures secondaires peuvent également se former autour de la craquelure principale et participer à la résistance à la rupture. La cinétique de ces différents mécanismes et l'échauffement local en tête de fissure déterminent la stabilité de la croissance de la fissure [Kisbenyi et al, 1979].

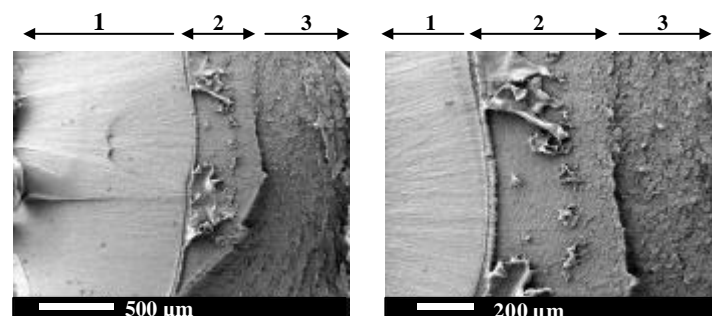


Figure III.41 Observations des zones de transition pour des éprouvettes lisses,  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $0.15\text{ mm/s}$

Dans le cas des éprouvettes fissurées, cette zone de transition n'est pas ou peu présente, au contraire le passage entre la zone ductile et la zone fragile est assez brutal, avec très souvent une rupture de plan de propagation. Si on compare les éprouvettes lisses et les éprouvettes fissurées, la présence de la zone de transition semble être conditionnée par la vitesse de propagation de la fissure. Pour les éprouvettes lisses, le taux de triaxialité en avant du front de propagation est plus faible que pour les éprouvettes fissurées, la ductilité est alors plus importante ce qui limite certainement la vitesse de propagation. Ainsi, l'accélération de la fissuration se fait plus progressivement et permet la formation d'une zone de transition. Pour les éprouvettes fissurées, la vitesse de propagation est certainement plus rapide (le taux de triaxialité des contraintes étant plus élevé) et ne permet pas le marquage physique sur le faciès d'une vitesse de propagation intermédiaire.

La figure III.42 donne un exemple de limite entre les zones ductile et fragile (a) pour une éprouvette DENT, avec une observation des deux zones (ductile (b) et fragile(c)).

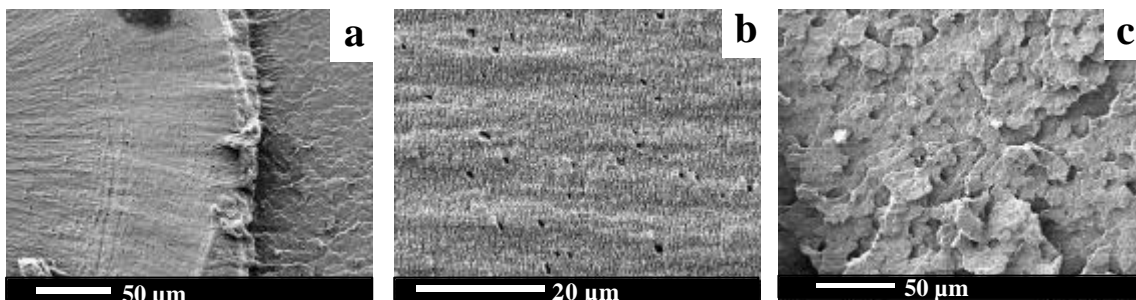


Figure III.42 Observations d'une zone de transition pour une éprouvette DENT (a), d'une zone de propagation ductile (b) et d'une zone de rupture fragile (c), 20°C, 0.15 mm/s

La taille de la zone de transition semble diminuer avec la diminution de la température et l'augmentation de la vitesse. Il est cependant difficile de donner une largeur moyenne de cette zone qui n'est pas constante sur tout le faciès de rupture. Ces zones de transition n'ont pas été observées sur les faciès de rupture des éprouvettes entaillées (sauf un cas sur une AE4 à -50°C et faible vitesse). Des observations réalisées sur des faciès de rupture de polypropylène isotactique ont indiqué également plusieurs zones dont l'importance dépend de la vitesse de sollicitation [Dasari et al, 2003]. Une zone fragile centrale est mise en évidence, le faciès étant très ressemblant à celui du PVDF fragile, une zone de crazing identifiée comme partant de la surface vers le cœur, et enfin une zone mixte située sur les bords de l'éprouvette. Ils ne mettent pas en évidence de zone d'amorçage préférentielle mais l'importance de la zone fragile est reliée directement à la vitesse.

### C.IV.3 Quantification des zones ductiles et fragiles

Les zones ductiles et fragiles pouvant être assez facilement délimitées, il est possible de réaliser une quantification de chacune de ces zones en fonction de la température et de la vitesse. L'influence de ces deux paramètres a été étudiée préférentiellement sur les éprouvettes lisses, les faciès de rupture vont servir à quantifier la « ductilité » du matériau. La ductilité ici sera reliée aux observations sur les faciès. Une éprouvette sera plus ou moins ductile suivant le pourcentage de zone fortement déformée sur le faciès de rupture. La zone ductile proprement dite correspond uniquement à la zone 1 de la figure III.41, c'est à dire à la zone de propagation caractérisée par un étirement important de la matière. Au delà de cette zone, le faciès est considéré comme fragile. La zone dite de transition sera prise en compte dans la zone fragile. Ce choix est basé sur un aspect expérimental pratique lié à la différence de couleur entre la zone ductile et les deux autres zones. Les faciès sont observés au microscope et pris ensuite en photo. Ces dernières sont imprimées pour délimiter précisément au crayon les deux zones. La zone ductile est en blanc intense alors que le reste du faciès est gris, avec un léger excédent de matière à la limite zone ductile-zone de transition. Par cette méthode, il est facile de délimiter les différentes parties et de réaliser une quantification. La frontière entre la zone de transition

et la zone fragile est en revanche beaucoup plus difficile à tracer, car peu de différences apparaissent à cette échelle d'observation. La figure III.43 donne les résultats de pourcentage de ductilité pour différentes conditions de sollicitation. L'influence de la vitesse et de la température sont mises en évidence avec une augmentation de la ductilité du matériau avec l'augmentation de température et la diminution de la vitesse. A 20°C, pour les différentes éprouvettes observées, une seule testée à 900 mm/min a indiqué une zone fragile. Les autres éprouvettes testées dans les mêmes conditions, ou à plus basse vitesse sont complètement ductiles. A -10°C, en dessous de 9 mm/min, il semble que la rupture soit ductile. Ainsi, suivant la vitesse, à -10°C soit la rupture sera ductile ou soit une transition au cours de la propagation rendra la rupture fragile. Les résultats indiquent que la vitesse limite de transition est d'autant plus faible que la température est également faible. Par une étude plus complète de la rupture du matériau en température et vitesse, il serait possible de déterminer un paramètre critique fonction de la température et de la vitesse, pour délimiter le domaine de transition entre une rupture complètement ductile et une rupture semi-fragile.

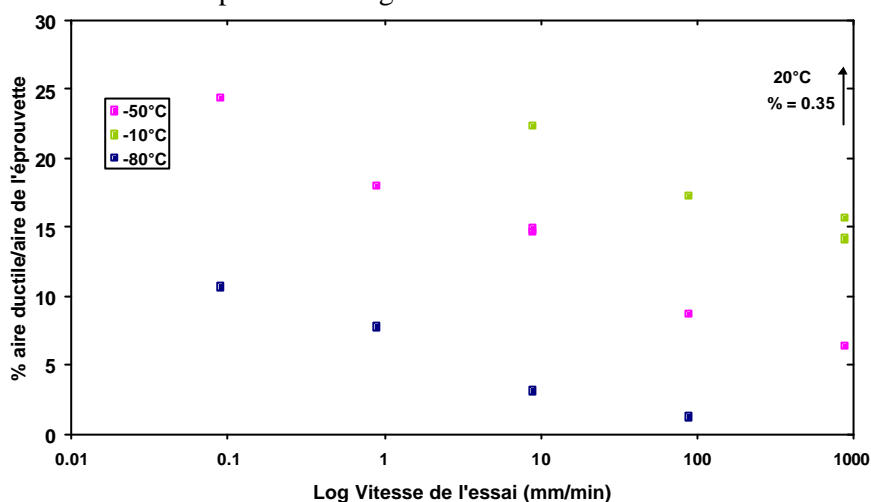


Figure III.43 Evolution du pourcentage de ductilité en fonction de la température et de la vitesse pour les éprouvettes lisses

Les mêmes observations et quantifications ont été réalisées sur les éprouvettes entaillées. Dans ce cas, il a été montré précédemment que l'influence de la vitesse étant faible, il n'est représenté sur la figure III.44 que l'évolution de la ductilité en fonction de la température. Simplement, les différentes vitesses des essais sont représentées par différents symboles, sans chercher à les commenter. En bleu sont donnés les résultats des AE4, en rouge ceux des AE1.6 et en vert ceux des AE0.8.

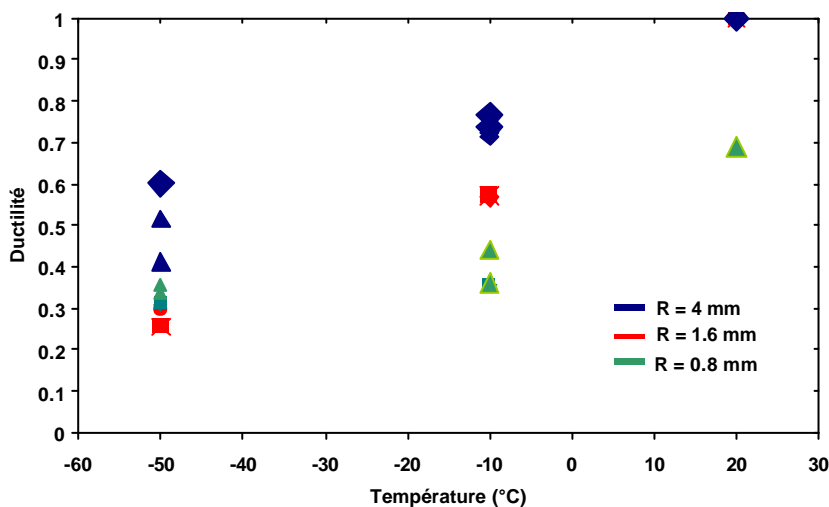


Figure III.44 Evolution du pourcentage de ductilité avec la température pour les éprouvettes entaillées

A 20°C, les ruptures sont ductiles, exceptée pour une AE0.8 à la vitesse la plus élevée. Les mêmes mesures réalisées sur les AE0.15 non représentées ici indiquent que le pourcentage de ductilité ne dépasse jamais 60% pour la plus faible vitesse. Ainsi, dès 20°C, l'influence de la triaxialité sur la perte de ductilité est mise en évidence. Aux plus faibles températures, une chute de ductilité est vérifiée. Il est intéressant de signaler qu'à -50°C, pour les AE4 il y a encore 50% de ductilité sur le faciès à rupture.

La diminution de température change également la localisation de l'amorçage. A -10°C, l'amorçage des AE0.8 se fait à la fois à cœur et sur les bords, alors qu'il est resté uniquement à cœur pour les AE4 et AE1.6. A -50°C, l'amorçage des AE1.6 et AE4 devient double (cœur et bord), alors que pour les AE0.8 il ne se fait plus que sur les bords. Ainsi, en plus de l'influence de la température sur la position de l'amorçage, ces résultats indiquent l'influence du rayon de courbure (donc du taux de triaxialité  $t$ ) sur cette même localisation. A 20°C, la position du centre d'amorçage au centre de l'éprouvette témoigne d'un critère en endommagement maximal (lié à la triaxialité) comme critère d'amorçage. En revanche, à plus faible température, la ductilité et la cavitation étant très limitées, le cisaillement devient critique en fond d'entaille, d'autant plus que le rayon de courbure est faible. Cette délocalisation de l'amorçage fait que suivant la température sur les faciès, la zone fragile peut être entourée de deux zones ductiles.

Concernant les éprouvettes DENT, il est intéressant de signaler que le pourcentage de ductilité à 20°C ne dépasse jamais 40%, et cela pour le rapport a/B le plus faible. Ce pourcentage diminue avec l'augmentation de la profondeur de fissure initiale (l'augmentation de a/B augmente la triaxialité (cf. Chapitre II, D.II.2.a) ce qui favorise la fragilité).

## C.V Influence de la triaxialité ....

### C.V.1 Sur la microstructure de la zone d'amorçage

L'influence du taux de triaxialité des contraintes a été mis en exergue avec l'étude des modes de rupture. L'étude qui suit maintenant se base uniquement sur l'observation de quatre faciès d'éprouvettes AE : AE4, AE1.6, AE0.8 et AE0.15. Ces éprouvettes ont été testées à 20°C à la même vitesse. La description des différences va se faire en commençant par l'éprouvette AE4 (taux de triaxialité le plus faible  $t = 0.55$ ) en finissant par l'AE0.15 (taux de triaxialité des contraintes le plus élevé  $t = 2$ ). Ces valeurs des taux de triaxialité sont prises au centre de l'éprouvette avant déformation.

L'influence de la triaxialité s'observe dès la zone d'amorçage. Les observations sont réalisées à la même échelle (cf. Figure III.45), afin de mieux mettre en évidence les différences. L'AE4 comme l'éprouvette lisse est caractérisée par une déformation exacerbée de la matière, les fibrilles sont très déformées, et bien que des cavités de petites tailles soient présentes, l'étirement de la matière empêche leur observation. L'AE1.6 présente déjà des caractéristiques légèrement différentes, puisque même si les fibrilles sont très étirées, on observe de nombreuses porosités. La même observation se fait pour l'AE0.8. Même si la ductilité de l'amorçage ne fait aucun doute, on observe que la déformation locale dans le sens de traction est plus faible, avec un développement important des cavités sous l'effet de la forte contrainte hydrostatique. Le même résultat est observé sur l'AE0.15 et bien qu'il soit assez évident de penser que dans ce cas la cavitation est plus importante, à cette échelle il est difficile de le prouver avec certitude. La figure III.45 récapitule les différentes observations. A ces micrographies est ajoutée celle d'une éprouvette de flexion (notée FL2) prise dans la zone de début de propagation. Ce dernier faciès rassemble à la fois des cavités mais également une importante fibrillation. Il semble que pour ce type de chargement, la triaxialité et la déformation locale soient importantes.

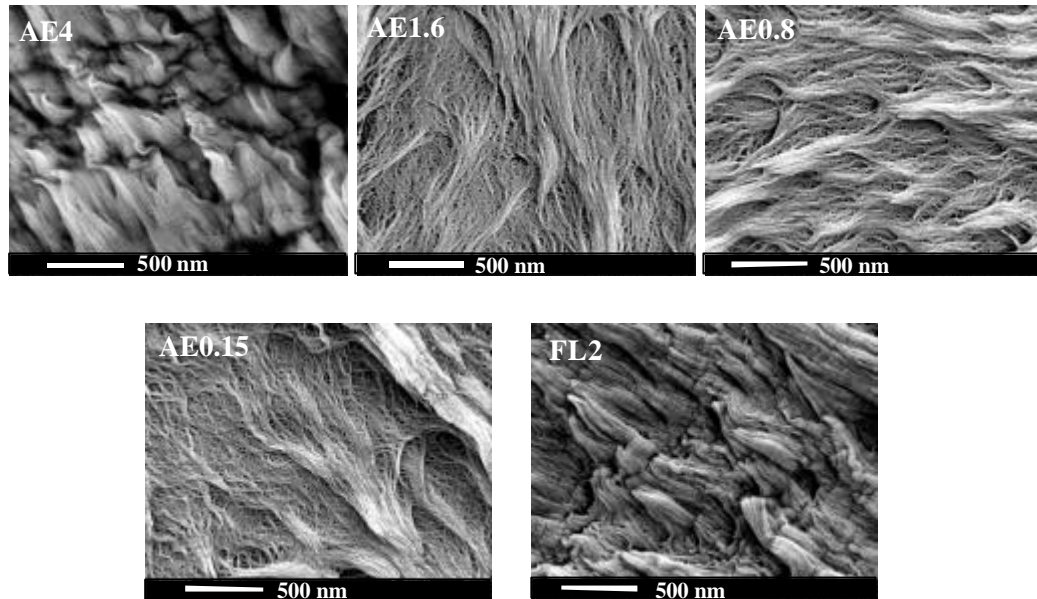


Figure III.45 Observation de l'évolution de la taille de la zone d'amorçage avec la triaxialité, à 20°C et 0.15 mm/s

### C.V.2 Sur le mode de propagation et de rupture

L'AE4 est caractérisée par une zone de propagation unique sur tout le faciès, l'amorçage est difficilement observable car la matière a été beaucoup trop étirée. L'AE1.6 se caractérise par deux zones ductiles bien distinctes : la première zone (1) entoure la zone d'amorçage (cercle rouge), la matière est très étirée et de nombreuses cavités se sont développées (cf. Figure III.46). Elle est séparée de la seconde zone (2) par des bandes discontinues qui marquent une accélération de la propagation puisque là la matière est moins déformée et les cavités plus petites. La première zone (1) occupe environ un tiers du faciès de rupture

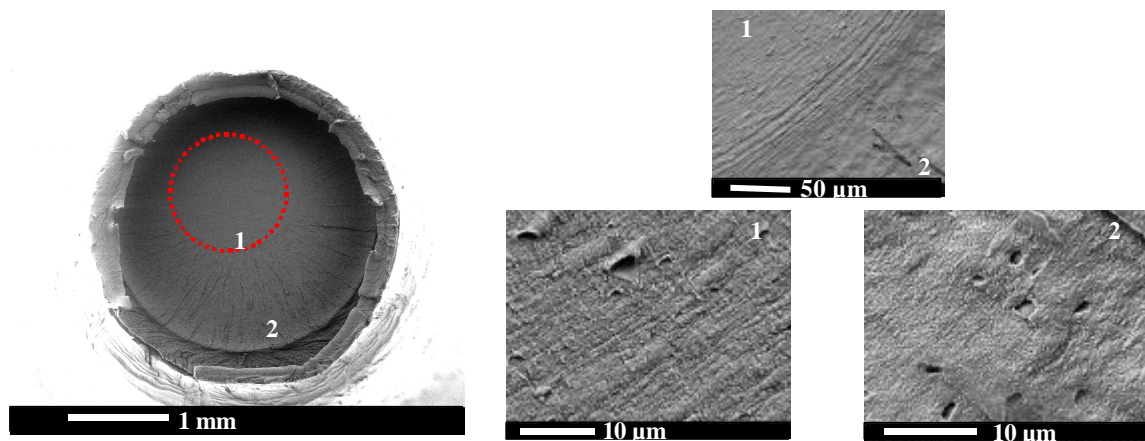


Figure III.46 Faciès de rupture d'une AE1.6 à 20°C et 0.15 mm/s

L'AE0.8 se caractérise par ces deux mêmes zones mais cette fois-ci la 1<sup>ère</sup> zone de propagation a une taille nettement réduite et ne se localise plus que sur un cercle de diamètre 500 μm (cf. Figure III.47). Une évolution du faciès de la seconde zone est constatée où la matière est de moins en moins déformée au fur et à mesure de la propagation avec l'apparition de plaques plus ou moins marquées. Visuellement, la différence avec ces deux zones est nette : la première zone apparaît lisse, témoignant



d'une propagation locale assez structurée, la seconde zone apparaît plus déstructurée témoignant d'une perte d'ordre local. On n'observe plus comme précédemment sur l'éprouvette AE1.6 une succession de mini bandes discontinues indiquant la direction de propagation.

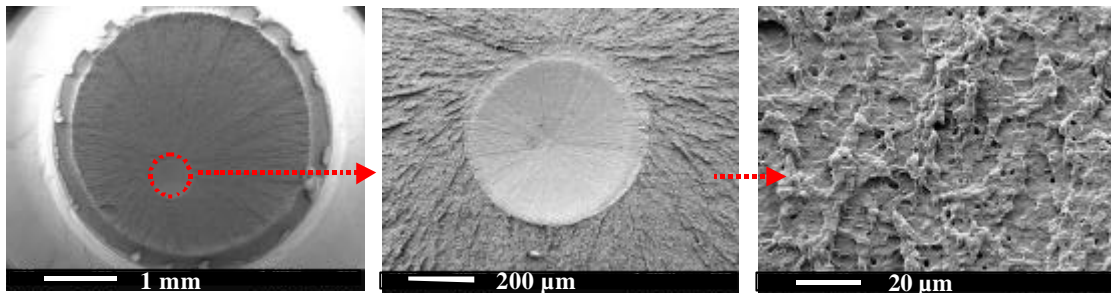


Figure III.47 Faciès de rupture d'une AE0.8 à 20°C et 0.15 mm/s

L'AE0.15 indique une évolution supplémentaire par rapport aux éprouvettes précédentes : pour les mêmes conditions de sollicitation, une troisième zone est présente sur le faciès, la zone de rupture fragile (cf. Figure III.48). Sur cette éprouvette, la zone d'amorçage n'est pas unique. Plusieurs zones d'amorçage sont présentes suivies systématiquement par une zone de propagation ductile, dont le faciès est en tout point ressemblant à celui des AE0.8. Cette zone est ductile par la présence d'une déformation locale et de porosités, mais l'absence d'ordre indique qu'on se rapproche d'un faciès fragile. Ce dernier constitue d'ailleurs la troisième zone observée. Dans ce cas, on constate la présence de plaques de matière peu ou pas déformée et l'observation à plus fort grandissement indique de nombreuses porosités identiques aux porosités observées à -100°C.

En faisant évoluer le rayon de courbure, le changement de faciès des zones de propagation obtenu indique que la vitesse de propagation évolue également. Pour un faible taux de triaxialité des contraintes, on se rapproche du comportement d'une éprouvette lisse, la zone plastique qui se déforme est assez importante, la propagation pour ces conditions est stable. En diminuant le rayon de courbure, le confinement de la déformation est accru, ce qui augmente la contrainte principale locale. Pour un même effort initial fourni, la même énergie est disponible mais pour une zone à déformer plus restreinte. A l'amorçage, l'énergie fournie à la propagation est alors plus élevée, tout comme la vitesse de propagation. La conséquence est la présence de bandes discontinues pour le rayon de 1.6 mm qui témoignent de cette accélération, c'est aussi la limitation de la déformation de la matière et enfin c'est la présence d'une zone de rupture fragile pour l'AE0.15.

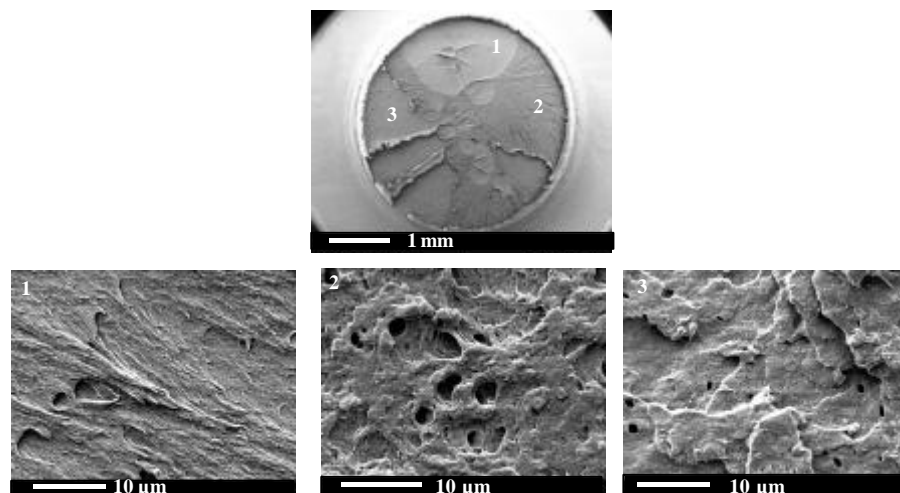


Figure III.48 Faciès de rupture d'une AE0.15 à 20°C et 0.15 mm/s

### Conclusion

Le grade de PVDF étudié est non plastifié, ce qui a pour conséquence la présence d'un taux de porosité initial non négligeable (environ 10%) lié aux difficultés d'extrusion et de cristallisation. Le matériau est donc poreux avant toute sollicitation. Or ce polymère a la particularité en plus de s'endommager par cavitation. Ainsi, l'endommagement volumique quantifié lors des essais mécaniques est identifié comme provenant de la croissance des porosités initiales, et également de la formation de cavités de plus petites tailles intra-lamellaire et intra-sphérolitique [Castagnet, 1998].

Le mode de rupture du matériau sera lié aux conditions de température et de vitesse, mais également à la géométrie et au mode de chargement. Dans tous les cas, la rupture ductile sera associée à la déformation significative du matériau et à un endommagement. Le mode de rupture est alors identifié comme du crazing. La rupture fragile, toujours précédée d'une amorce ductile, sera caractérisée par un étirement très limité des chaînes sans croissance de cavités. L'effet de la triaxialité a été mis en évidence avec notamment une diminution de la ductilité du matériau avec l'augmentation de  $\tau$ .

Trois modes de propagation des fissures se distinguent suivant les différentes conditions évoquées :

- Soit la propagation est complètement stable : essais de traction sur éprouvettes lisses ou faiblement entaillées à  $T > T_g$ , et faible vitesse, essai de flexion trois points
- Soit la propagation sera stable puis instable, tout en restant ductile, dépendant de la température et de la triaxialité
- Soit l'instabilité dégénère en une rupture fragile, comme c'est le cas pour les éprouvettes de traction doublement fissurées

La différence entre les trois modes de propagation sera liée à une vitesse critique de propagation qui dépendra du mode de chargement, du type de géométrie c'est à dire du taux de triaxialité en avant du front de fissure. L'établissement d'une loi de comportement va permettre dans les deux chapitres suivant d'étudier l'influence de tous ces paramètres pour identifier les critères de transition entre les différents modes de propagation. On distinguera ainsi en se référant aux observations microscopiques deux critères importants : la déformation plastique pour les faibles triaxialités et le taux de cavités pour les fortes triaxialités.



[**Andrews, 1968**] : E.H. Andrews, Fracture in polymers, Oliver and Boyd, 1968

[**Andrews et Piercy, 1986**] : G.W. Andrews, A.R. Piercy, Scanning electron microscopy of voided PVDF, Journal of materials science letters, 1986, 5, p. 969-971

[**Birch et Williams, 1978**] : M.W. Birch, J.G. Williams, The effect of rate on the impact fracture toughness of polymers, International journal of fracture, 1978, 14, p. 69-84

[**Castagnet, 1998**] : S. Castagnet, Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux, Thèse, Université de Poitiers, 1998

[**Clay et Kander, 2002**] : S.B. Clay, R.G. Kander, Measurement of the residual mechanical properties of crazed polycarbonate. I : Qualitative Analysis, Polymer engineering and science, 2002, 42, p. 182-190

[**Dasari et al, 2002**] : A. Dasari, S.J. Duncan, R.D.K. Misra, Atomic force microscopy of plastically deformed polyethylene subjected to tensile deformation at varying strain rates, Materials science and technology, 2002, 18, p. 685-690

[**Dasari et al, 2003**] : A. Dasari, J. Rohrmann, R.D.K. Misra, Microstructural evolution during tensile deformation of polypropylenes, Materials science and engineering A, 2003, 351, p. 200-213

[**Dasari et Misra, 2003**] : A. Dasari, R.D.K. Misra, On the strain rate sensitivity of high density polyethylene and polypropylenes, Materials science and engineering A, 2003, 358, p. 356-371

[**Dasari et Misra, 2004**] : A. Dasari, R.D.K. Misra, Microscopic aspects of surface deformation and fracture of high density polyethylene, Materials science and engineering A, 2004, 367, p. 248-260

[**Doll, 1984**] : W. Doll, Kinetics of crack tip craze zone before and during fracture, Polymer engineering and science, 1984, 24, p. 798-808

[**Echalier, 1989**] : B. Echaliier, Transition ductile/fragile dans le polyamide 11 plastifié, Thèse, UTC de Compiègne, 1989

[**Friedrich, 1979**] : K. Friedrich, Strength and fracture of crystalline isostatic PP and the effect of molecular and morphological parameters, Progress in colloid and polymer science, 1979, 66, p. 299-309

[**Friedrich, 1983**] : K. Friedrich, Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics, in : Crazing in polymers, ed. H.H. Kausch, Springer-verlag, 1983, p. 226-271

[**Glennon et al, 1997**] : D. Glennon, J.R. Smith, R.T. Nevell, et al, An atomic force microscopy study of the effect of tensile loading and elevated temperature on PVDF from flexible oil pipelines, Journal of materials science, 1997, 32, p. 6227-6234

[**Glennon et al, 1998**] : D. Glennon, T.G. Nevell, J. Tsibouklis, R.J. Ewen, The effects of etching on the surface on plasticized PVDF, Materials research bulletin, 1998, p. 1139-1142

[**Hertzberg et Manson, 1980**] : R.W. Hertzberg, J.A. Manson, Fatigue of engineering plastics, Academic Press, 1980

[**Ishikawa et Takahashi, 1991**] : M. Ishikawa, H. Takahashi, Crazing mechanism based on plastic instability, Journal of materials science, 1991, 26, p. 1295-1300

- [Johnson et Radon, 1972] : F.A. Johnson, J.C. Radon, Nature and Physics Science, 1972, 239 October
- [Kambour et al, 1978] : R.P. Kambour, A.S. Holik, S. Miller, Plane-strain fracture energy instability and mixed mode crack propagation in polycarbonate at room temperature, Journal of polymer science, polymer physics ed., 1978, 16, p. 91-104
- [Kisbenyi et al, 1979] : M. Kisbenyi, M.W. Birch, J.M. Hodgkinson, J.G. Williams, Correlation of impact fracture toughness with loss peaks in PTFE, Polymer, 1979, 20, p. 1289-1297
- [Lauterwasser et Kramer, 1979] : B.D. Lauterwasser, E.J. Kramer, Microscopic mechanisms and mechanics of craze growth and fracture, Philosophical magazine A, 1979, 39, p. 469-495
- [Ludwig et Urban, 1992] : B.W. Ludwig, M.W. Urban, The mobility of ethyl acetate in PVDF : rheophotoacoustic Fourier transform infra-red studies, Polymer, 1992, 33, p. 3343-3350
- [Ludwig et Urban, 1998] : B.W. Ludwig, M.W. Urban, Rheo-photoacoustic Ftir and morphology studies of molecular weight-strain dependence in PVDF, Polymer, 1998, 39, p. 5899-5912
- [Maccone et al, 2000] : P. Maccone, G. Brinati, V. Arcella, Environmental stress cracking of PVDF in sodium hydroxide. Effect of chain regularity, Polymer engineering and science, 2000, 40, p. 761-767
- [Marshall et al, 1974] : G.P. Marshall, L.H. Coutts, J.G. Williams, Temperature effects in the fracture of PMMA, Journal of materials science, 1974, 9, p. 1409-1419
- [Olf et Peterlin, 1974] : H.G. Olf, A. Peterlin, Crazing and fracture in crystalline, isostatic PP and the effect of morphology, gaseous environments and temperature, Journal of polymer science, polymer physics ed., 1974, 12, p. 2209-2251
- [Peterlin, 1972] : A. Peterlin, Mechanical properties of polymeric solids, Journal of elastoplastics, 1972, 4, p. 163-179
- [Plummer et Kausch, 1996] : C.J.G.Plummer, H.H.Kausch, Deformation and entanglement in semi crystalline polymers, Journal of macromolecular science. Phys. 1996, B35 (324), p 637-657
- [Skibo et al, 1977] : M.D. Skibo, R.W. Hertzberg, J.A. Manson, S.L. Kim, Generality of discontinuous-fatigue-crack growth in glassy polymers, Journal of materials science, 1977, 12, p. 531-542
- [Vincent, 1964] : P.I. Vincent, Plastics, 1964, 29, 79
- [Yoon et al, 1976] : H. N. Yoon, K. D. Pae, J. A. Sauer, Effects of combined pressure –temperature on mechanical behaviour of polypropylene, Journal of polymer science, polymers physics ed., 1976, 14, p. 1611-1627

## **Chapitre IV :**

# **Modélisation du comportement et de l'endommagement**

### Sommaire

<b>Introduction .....</b>	<b>157</b>
<b>A. Présentation du modèle GTN.....</b>	<b>157</b>
A.I Généralités.....	157
A.II Description du modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN).....	158
A.III Adaptation du modèle GTN au cas des polymères vitreux renforcés chocs.....	161
<b>B. Modélisation du comportement.....</b>	<b>162</b>
B.I Comportement élastoviscoplastique.....	162
B.II Détermination des paramètres matériaux.....	163
B.III Détermination des paramètres de comportement.....	165
<b>C. Modélisation de l'endommagement.....</b>	<b>172</b>
C.I Choix des conditions de calculs.....	172
C.II Rappels des particularités des courbes force-réduction diamétrale obtenues sur AE pour le PVDF déplastifié.....	175
C.III Prise en compte de l'adoucissement lié à l'endommagement : utilisation de $q_1$ et $q_2$ .....	176
C.IV Prise en compte du rhéodurcissement.....	182
C.V Validation des paramètres de comportement et d'endommagement sur éprouvettes AE...	184
<b>D. Détermination de la déformation volumique par calculs par éléments finis.....</b>	<b>188</b>
D.I Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume sur éprouvettes lisses .....	188
D.II Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume sur des éprouvettes entaillées.....	189
<b>E. Utilisation du calcul de cellule.....</b>	<b>193</b>
E.I Principe du calcul de cellule .....	193
E.II Application de la méthode au cas du PVDF.....	194
<b>F. Optimisation des paramètres à <math>-10^{\circ}\text{C}</math> et <math>-50^{\circ}\text{C}</math>.....</b>	<b>197</b>
F.I Résultats de la validation des paramètres de comportement à $-10^{\circ}\text{C}$ .....	197
F.II Hypothèses et validation des paramètres du modèle sur éprouvettes entaillées à $-10^{\circ}\text{C}$ ..	198
F.III Résultats de la validation des paramètres de comportement à $-50^{\circ}\text{C}$ .....	201
F.IV Prise en compte de l'endommagement à $-50^{\circ}\text{C}$ : Validation sur éprouvettes AE.....	203
<b>Conclusion .....</b>	<b>205</b>



## Introduction

La modélisation du comportement du PVDF doit refléter aussi fidèlement que possible les résultats mécaniques obtenus sur les différentes géométries présentées au chapitre II. Le modèle devra représenter l'influence de la viscosité et l'augmentation de la rigidité (augmentation de  $E$  et de la contrainte maximale, diminution de la déformation nominale à rupture) avec la diminution de température. Les essais mécaniques et les observations microscopiques ont de plus révélé que la cavitation était le mode d'endommagement majeur du PVDF. Le modèle utilisé devra ainsi simuler la croissance des cavités avec la variation de volume associée, suivant la déformation et la température. Il devra également représenter le rhéodurcissement qui a été observé sur les éprouvettes axisymétriques entaillées. Enfin le modèle devra simuler la saturation de la force maximale obtenue pour les petits rayons de courbure des AE. Il devra ainsi rendre compte de la compétition qui existe entre la rigidité et l'endommagement, tout deux accrus par l'élévation du taux de triaxialité des contraintes.

Bien que ce mode d'endommagement ductile ait été très fréquemment mis en évidence et modélisé sur les polymères vitreux renforcés chocs, le même travail sur un polymère semi-cristallin reste pour l'instant assez embryonnaire. Dans les métaux en revanche, ces études ont été très développées, et l'endommagement ductile peut être décrit par deux types de modèles : soit les modèles découplés, soit les modèles couplés.

Les modèles découplés utilisent un calcul élastoplastique sur une structure, en faisant l'hypothèse forte que l'endommagement n'aura pas d'influence sur le comportement global du matériau. La rupture est obtenue pour une valeur critique d'un paramètre d'endommagement, calculé en post-processeur après le calcul élastoplastique. Ce type de modèle permet de décrire l'amorçage de la déchirure ductile pour les éprouvettes fissurées et l'instabilité pour les éprouvettes non fissurées [Tanguy, 2001]. On peut citer comme exemple le modèle découplé de Rice et Tracey qui permet de décrire la croissance d'une cavité sphérique dans une matrice rigide, incompressible et non-écrouissable soumise à un champ macroscopique uniforme [Rice et Tracey, 1969]. La prise en compte de l'écrouissage peut se faire en utilisant l'expression de la triaxialité [Beremin, 1981]. L'hypothèse est faite que la rupture a lieu pour un rapport critique de rayon de cavité  $(R/R_0)_c$ , déterminé au préalable sur des éprouvettes de laboratoire.

Les modèles couplés comme leur nom l'indique permettent de coupler l'effet de l'endommagement avec le comportement du matériau. Le potentiel plastique s'exprime en fonction de la porosité  $f$ , variable interne du modèle. Ces modèles permettent de décrire l'amorçage et la propagation de la fissure. Ils permettent en plus d'accéder aux champs de contrainte-déformation en fonction de l'avancée de la fissure. Un exemple de modèle couplé est celui de Lemaître qui, issu d'une approche thermodynamique, utilise la notion de variable d'endommagement  $D_L$  et de contrainte effective  $\bar{\mathbf{s}}$ , avec  $\bar{\mathbf{s}} = \mathbf{s} / (1 - D_L)$  [Lemaître, 1985]. Le modèle couplé auquel nous nous sommes intéressés est celui de Gurson-Tvergaard-Needleman. Sa présentation va être faite dans le premier paragraphe. Ensuite, les simulations des différents essais mécaniques à 20°C vont permettre de décrire les paramètres utilisés. Enfin, la modélisation des essais à -10°C et -50°C permettra de présenter l'évolution des paramètres avec la diminution de la température.

## A. Présentation du modèle GTN

### A.1 Généralités

Les résultats expérimentaux ont indiqué le rôle central que jouait la croissance des cavités dans la rupture ductile des métaux [Puttick, 1959], [Rogers, 1960], [Brown et Embury, 1973]. Toutes ces études ont porté sur des matériaux métalliques et ont montré que les cavités se formaient sur des



particules de seconde phase, ou par décohesion entre une particule et la matrice, ou par la rupture d'une particule. La rupture finale intervient après la phase de croissance de cavités voisines jusqu'à leurs coalescences finales. Des analyses de croissance de cavités dans un matériau infini plastique montrent que cette croissance est fortement dépendante de la contrainte hydrostatique [McClintock, 1968], [Rice et Tracey, 1969]. Ainsi la coalescence des cavités sera engendrée par un taux de triaxialité élevé. Cette prévision a été confirmée par des séries de tests sur des éprouvettes plus moins entaillées sévèrement dans le cas d'acier [Hancock et Mackenzie, 1976], [Hancock et Brown, 1983].

Compte tenu des résultats expérimentaux, il y a eu un intérêt croissant sur l'utilisation de la croissance et de la coalescence des cavités pour décrire la rupture ductile des métaux. De nombreux exemples de recherche ont porté sur la croissance d'une cavité unique dans un solide élasto-plastique infini, pour différents états de contraintes [McClintock, 1968], [Rice et Tracey, 1969], [Budiansky et al, 1982]. Basé sur des analyses équivalentes pour une cavité sphérique, Gurson a développé un modèle permettant de décrire le comportement d'un solide poreux ductile [Gurson, 1977a,b]. Dans ce modèle, le paramètre  $f$ , fraction volumique de porosités, est le seul paramètre d'endommagement et la réponse matériau est très sensible à son évolution. Ce modèle a été étendu par Needleman et Rice pour tenir compte de la germination de cavités [Needleman et Rice, 1978], et ensuite par Tvergaard et Needleman pour tenir compte de la coalescence de cavités [Tvergaard, 1982a], [Tvergaard et Needleman, 1984].

## A.II Description du modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)

### A.II.1 Description de la fonction d'écoulement et des fonctions d'endommagement

Compte tenu du taux de porosités initial dans le PVDF non plastifié et de l'importance de l'endommagement par cavitation en cours de déformation, il est apparu évident qu'il n'était pas possible de découpler l'endommagement du comportement. Le modèle GTN est basé sur le modèle micromécanique développé par Gurson en 1977 [Gurson, 1977a]. Il permet de décrire la croissance d'une cavité sphérique dans une matrice rigide parfaitement plastique conduisant à l'expression du critère de plasticité donné par (1) :

$$f(\underline{\underline{\mathbf{s}}}, f, \mathbf{s}_0) = \frac{\mathbf{s}_{eq}^2}{\mathbf{s}_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{3\mathbf{s}_m}{2\mathbf{s}_0}\right) - (1 + f^2) \quad (1)$$

avec  $\underline{\underline{\mathbf{s}}}$  le tenseur des contraintes macroscopiques (matrice+porosités),  $\mathbf{s}_{eq}$  la contrainte macroscopique équivalente,  $\mathbf{s}_m = 1/3\mathbf{s}_{kk}$  la contrainte macroscopique moyenne,  $f$  la porosité du matériau, et  $\mathbf{s}_0$  la limite d'élasticité de la matrice.

En appliquant la règle de normalité et en calculant la trace du tenseur des vitesses de déformation macroscopique  $\dot{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}_p$ , on obtient (2) :

$$tr \dot{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}_p = tr \left( \dot{\underline{\underline{\mathbf{i}}}} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} \right) = \dot{\underline{\underline{\mathbf{i}}}} \frac{3f}{\mathbf{s}_0} \sinh\left(\frac{3\mathbf{s}_m}{2\mathbf{s}_0}\right) \neq 0 \quad (2)$$

L'équation (2) est obtenue en considérant d'abord la règle de normalité telle que (3) :

$$\dot{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}_p = \dot{\underline{\underline{\mathbf{i}}}} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} \quad (3)$$

On considère ensuite la dérivée  $\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{s}}}$ , séparée en deux parties telles que (4) :

$$\frac{\partial \mathbf{s}_{eq}^2}{\partial \underline{\underline{s}}} = \frac{\partial (3/2 \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}})}{\partial \underline{\underline{s}}} = 3 \underline{\underline{s}} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \mathbf{s}_m}{\partial \underline{\underline{s}}} = \frac{1}{3} \underline{\underline{I}} \quad (4)$$

avec  $\underline{\underline{I}}$ , le tenseur identité et  $\underline{\underline{s}}$ , le déviateur des contraintes

Ainsi, il est possible d'avoir une variation positive ou négative du volume, donc une croissance ou une réduction de porosité.

Le calcul de la trace de  $\underline{\underline{\dot{e}}}_p$  donne ensuite le résultat énoncé dans l'équation (2).

#### A.II.1.a Introduction de la contrainte d'écoulement $\sigma_y$

L'expression (1) prévoit une porosité à rupture  $f = 1$  ( $\Phi = 0$  si  $\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{0}}$ ), ce qui conduit à une surestimation des ductilités à rupture et suppose un matériau rigide parfait. Le modèle a alors été modifié par Tvergaard et Needleman pour prendre en compte l'interaction entre les cavités et l'écrouissage [Tvergaard, 1982b]. La prise en compte de l'écrouissage est réalisée en remplaçant la limite d'élasticité  $\mathbf{s}_0$  du matériau parfaitement plastique par  $\mathbf{s}_y$  la résistance à l'écoulement de la matrice écrouissable avec  $\mathbf{s}_y = f(p)$ . L'écrouissage est supposé de nature isotrope. La variable d'écrouissage  $p$  est définie en supposant l'égalité de la dissipation plastique microscopique et de la dissipation macroscopique. La déformation plastique effective  $p$  représente l'état de la déformation microscopique dans la matrice. Son évolution est donnée par (5) :

$$(1 - f) \dot{p} \mathbf{s}_y = \underline{\underline{\dot{e}}}_p : \underline{\underline{s}} \quad (5)$$

$(1 - f) \dot{p} \mathbf{s}_y$  correspond à la puissance microscopique puisque seule une fraction  $(1 - f)$  est occupée par la matière. La variable d'écrouissage est différente de la variable employée pour les matériaux non endommagés puisque ici on considère la déformation plastique cumulée au sens de von Mises telle que  $\dot{p} = \left( \frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{e}}}_p : \underline{\underline{\dot{e}}}_p \right)^{0.5}$ . L'écrouissage est introduit sous la forme d'un écrouissage moyen d'un milieu poreux se déformant de façon uniforme [Leblond et al, 1995].

#### A.II.1.b Introduction des paramètres $q_1$ et $q_2$ dans l'expression du critère de plasticité

Deux paramètres,  $q_1$  et  $q_2$ , ont été ajoutés dans le critère de plasticité. Ils permettent de tenir compte de l'interaction possible des cavités [Tvergaard, 1981, 1982c]. Ils sont en général déterminés à partir de calcul sur des cellules élémentaires (une seule cavité dans le volume représente la fraction volumique de cavités dans la matrice). Ils ont dans un premier temps été pris égaux à l'unité, ceci pour une matrice parfaitement rigide plastique, où la déformation autour d'une cavité sphérique est parfaitement symétrique. Cependant, en considérant un matériau ayant une distribution périodique de cavités sphériques et cylindriques, un meilleur accord est obtenu avec l'expérience en prenant  $q_1 = 1.5$  et  $q_2 = 1$ .

Le critère de plasticité du modèle GTN est alors de la forme suivante (6) :

$$f(\underline{s}, f, s_y) = \frac{s_{eq}^2}{s_y^2} + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3q_2 s_m}{2s_y}\right) - (1 + q_1^2 f^{*2}) \quad (6)$$

Le paramètre  $q_1$  a un sens physique, puisque pour  $\underline{s} = \underline{0}$ , c'est à dire à l'instant de la rupture,  $q_1 = \frac{1}{f}$ , avec  $f$  la porosité à rupture.  $q_2$  aura plutôt une influence sur l'évolution de l'endommagement, puisqu'il se situe devant le terme représentatif du taux de triaxialité.

A.II.1.c Introduction de la coalescence et de la germination

Pour une croissance donnée, il a été observé que les cavités pouvaient se rejoindre, ce qui entraîne un endommagement supplémentaire par rapport à la croissance seule. Pour représenter l'accélération de la croissance des cavités pendant le stade de coalescence, la fonction  $f^*$  est introduite [Tvergaard et Needleman, 1984] dans l'expression du potentiel d'écoulement. La fonction bilinéaire  $f^*$  représente la porosité effective et est justifiée pour décrire l'apparition de la coalescence au delà d'une porosité critique  $f_c$ , la porosité est alors plus endommageante que si elle restait sphérique (7).

$$\begin{aligned} f^*(f) &= f \text{ si } f \leq f_c \\ \text{sinon} \quad f^*(f) &= f_c + \mathbf{d}(f - f_c) \end{aligned} \quad (7)$$

avec  $\mathbf{d} = \frac{f_U^* - f_c}{f_F - f_c}$ ,  $f_U^*$  est la porosité effective à rupture ( $f_U^* = 1/q_1$ ), et  $f_F$  la porosité à rupture.

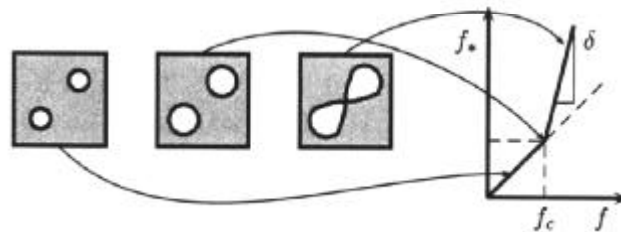


Figure IV.1 Fonction  $f^*$  [Tanguy, 2001]

En cours de croissance, des cavités peuvent également apparaître en complément, on parle alors de germination. L'évolution de la porosité due à la croissance et à la germination de nouvelles cavités est telle que (8) :

$$\dot{f} = \dot{f}_{\text{croissance}} + \dot{f}_{\text{germination}} \quad (8)$$

L'évolution de la croissance est obtenue à partir du principe de conservation de la masse telle que (9) :

$$\dot{f}_{\text{croissance}} = (1 - f) \text{trace} \underline{\underline{\dot{\mathbf{e}}_p}} \quad (9)$$

Cette dernière équation est obtenue à partir du raisonnement suivant : soit  $\Omega$  le volume (matrice+cavités), et soit  $w$  le volume des cavités. Par incompressibilité de la matrice, on aura  $\dot{\Omega} = \dot{w}$ . La porosité est définie par  $f = \frac{w}{\Omega}$ .

On aura donc  $\dot{f} = \frac{\dot{\Omega}}{\Omega} \left(1 - \frac{w}{\Omega}\right) = \frac{\dot{\Omega}}{\Omega} (1 - f)$  et  $\frac{\dot{\Omega}}{\Omega} = tr \underline{\dot{\underline{\mathbf{e}}}}_{=p}$ .

$\underline{\dot{\underline{\mathbf{e}}}}_{=p}$  est obtenue par la règle de normalité  $\underline{\dot{\underline{\mathbf{e}}}}_{=p} = \left( \mathbf{I} \frac{\partial \mathbf{f}}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} \right)$

La cinétique de germination est décrite à partir de deux coefficients supplémentaires  $A_n$  et  $B_n$  qui peuvent être associés à l'intensité de germination contrôlée en contrainte et en déformation respectivement (10) [Zhang et Hauge, 1999]:

$$\dot{f}_{germination} = B_n \dot{\underline{\underline{\mathbf{s}}}}_{eff} + A_n \dot{p} \quad (10)$$

où  $\dot{\underline{\underline{\mathbf{s}}}}_{eff} = a \dot{\underline{\underline{\mathbf{s}}}}_{eq} + b \dot{\underline{\underline{\mathbf{s}}}}_{kk}$ .

### A.II.2 Notion de contrainte scalaire effective

Une modification du modèle a été proposée par Besson et est utilisée dans l'implémentation de ces modèles dans le code aux éléments finis ZeBuLon [Besson et al, 2001]. La définition implicite de la contrainte effective  $\underline{\underline{\mathbf{s}}}_*$  est donnée par l'expression (11) :

$$\mathbf{y}(\underline{\underline{\mathbf{s}}}, f, \underline{\underline{\mathbf{s}}}_*)^{def.\underline{\underline{\mathbf{s}}}_*} = 0 \quad (11)$$

La fonction  $\mathbf{y}$  dépend des deux premiers invariants des contraintes et de la porosité. Elle s'écrit telle que (12) :

$$\mathbf{y} = \frac{\underline{\underline{\mathbf{s}}}_{eq}^2}{\underline{\underline{\mathbf{s}}}_*^2} + 2q_1 f_* \cosh\left(\frac{q_2 \underline{\underline{\mathbf{s}}}_{kk}}{2\underline{\underline{\mathbf{s}}}_*}\right) - (1 + q_1^2 f_*^2) \quad (12)$$

La surface de plasticité est alors définie par  $\Phi = \underline{\underline{\mathbf{s}}}_* - \underline{\underline{\mathbf{s}}}_y$

On applique ensuite la règle de normalité pour obtenir la vitesse de déformation plastique telle que (13) :

$$\underline{\dot{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}}_{=p} = (1 - f) \dot{p} \frac{\partial \Phi}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} = (1 - f) \dot{p} \frac{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}_*}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} \quad (13)$$

La définition de la surface de plasticité est identique à celle proposée par Tvergaard et Needleman. L'apport de  $\underline{\underline{\mathbf{s}}}_*$  est de permettre une comparaison directe avec d'autres critères d'endommagement.

### A.III Adaptation du modèle GTN au cas des polymères vitreux renforcés chocs

Dans le chapitre I, les travaux réalisés au MIT ont été amplement développés pour décrire l'utilisation du modèle GTN pour la modélisation des polymères vitreux renforcés chocs. Pour ces matériaux, des différences non négligeables apparaissent avec les matériaux métalliques. En effet, il faut tenir compte des importantes déformations élastiques et plastiques, des fractions élevées de porosités et de la non sphéricité des cavités en cours de déformation liée à l'importance même de celle-ci.

Steenbrink et al ont modifié le potentiel d'écoulement du modèle GTN pour tenir compte des grandes déformations [Steenbrink et al, 1997]. Lazzeri et Bucknall ont proposé un écoulement dépendant de la

pression pour permettre de mieux représenter les mécanismes d'endommagement dans des polymères chargés [Lazzeri et Bucknall, 1993].

Les polymères vitreux renforcés chocs peuvent être assimilés à un matériau poreux, où les renforts élastomériques sont remplacés par des cavités dans le modèle. Ces renforts sont le siège d'une importante déformation plastique et suivant la quantité de renfort, il y aura d'autant plus d'adoucissement du matériau [Danielsson et al, 2002]. Pour un polymère semi-cristallin, la même quantification ne peut pas se faire, la cavitation se déroulant généralement entre les sphérolites ou entre les lamelles. De plus, contrairement aux polymères vitreux, les polymères semi-cristallins au dessus de leur température de transition vitreuse sont caractérisés par une importante viscosité dès les premiers stades de déformations. La déformation purement élastique est alors assez limitée, tout comme le rhéodurcissement. Ainsi, bien que ces travaux aient permis d'adapter le modèle GTN à certains polymères, ils se limitent pour l'instant à des cas très particuliers où la cavitation et le comportement du matériau sont bien identifiés.

## B. Modélisation du comportement

### B.I Comportement élastoviscoplastique

Le comportement du PVDF se caractérise par une déformation élastique suivie d'une large déformation viscoplastique. Lors des essais de traction sur éprouvettes lisses, il a d'ailleurs été souligné la difficulté de déterminer avec certitude le module élastique compte tenu de la viscosité importante du matériau. Il est admis que la déformation totale du matériau peut se décomposer telle que (14) :

$$\underline{\underline{\mathbf{e}}} = \underline{\underline{\mathbf{e}}}_e + \underline{\underline{\mathbf{e}}}_{vp} \quad (14)$$

$\underline{\underline{\mathbf{e}}}_e$  correspond au tenseur des déformations élastiques et  $\underline{\underline{\mathbf{e}}}_{vp}$  correspond au tenseur des déformations viscoplastiques. On admet que toute la déformation plastique est de la déformation viscoplastique.

Il est fréquent de trouver une décomposition de la déformation viscoplastique en une double déformation inélastique. Ce modèle appelé modèle DDI (Double Déformation Inélastique) a été appliqué avec succès sur du polyéthylène et du polyamide 11, sollicités en fluage [Hamouda, 2000], [Lefebvre, 2002]. Ce modèle vise à tenir compte du caractère hétérogène du matériau. Ainsi, la première composante de déformation viscoplastique permettra de représenter la déformation viscoplastique aux temps courts (essai de traction, mise en charge pour les essais de relaxation/fluage) et la seconde composante permettra de représenter la déformation viscoplastique aux temps longs (essais de fluage par exemple). Considérant que tous les essais de cette étude sont des essais de traction, une seule composante viscoplastique est conservée.

Etant donné que le modèle de comportement est couplé dès le début de l'identification au modèle d'endommagement GTN, la vitesse de déformation viscoplastique macroscopique se définit par (15) :

$$\dot{\underline{\underline{\mathbf{e}}}}_{vp} = (1 - f) \dot{p} \frac{\partial \Phi}{\partial \underline{\underline{\mathbf{s}}}} \quad (15)$$

$\dot{p}$ , la vitesse de déformation plastique effective, se définit à partir d'une loi de Norton telle que (16) :

$$\dot{p} = \left( \frac{\Phi}{K} \right)^n \quad (16)$$

$K$  et  $n$  sont deux paramètres de la loi de comportement à identifier. Le coefficient  $n$  est un indicateur de la non-linéarité du comportement viscoplastique du matériau,  $K$  sera utilisé pour représenter l'intensité de la vitesse de déformation.

$\Phi$  est la fonction d'écoulement définie par le modèle GTN et la surface d'écoulement s'exprime telle que (17) :

$$\Phi = \mathbf{s}_* - R \quad (17)$$

On rappelle que  $\mathbf{s}_*$  est la contrainte effective fonction de l'endommagement et  $R$  est la contrainte d'écoulement de la matrice définie à partir d'une loi d'écrouissage isotrope telle que (18) :

$$R = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) \quad (18)$$

$R_0$  correspond à un seuil viscoplastique, il représente ainsi la contrainte limite à partir de laquelle les mécanismes visqueux pourront se manifester. Compte tenu du faible domaine élastique, la constante  $R_0$  sera assez faible.

Ainsi pour caractériser le comportement du PVDF, cinq paramètres sont disponibles :  $K$ ,  $n$ ,  $R_0$ ,  $Q$  et  $b$ .

Cependant, même si ces paramètres suffisent à caractériser le comportement des éprouvettes lisses, ils ne vont pas permettre de rendre compte du rhéodurcissement observé sur les éprouvettes entaillées en fin d'essai. Ainsi, on choisit de compléter l'équation d'écrouissage isotrope (18) par un second écrouissage décrivant une augmentation de la contrainte avec la déformation viscoplastique telle que (19) :

$$R = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) + A(\exp(Bp) - 1) \quad (19)$$

La description du second écrouissage sera développée dans la partie modélisation des éprouvettes AE. Cinq paramètres seront donc à identifier pour caractériser la fonction d'écrouissage isotrope,  $R_0$ ,  $Q$ ,  $b$ ,  $A$ ,  $B$ .

## B.II Détermination des paramètres matériaux

### B.II.1 Identification des paramètres élastiques

#### B.II.1.a Le module élastique

Le module élastique  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  sont nécessaires aux calculs des déformations élastiques. Le module  $E$  a été estimé dans cette étude à partir de la détermination graphique des pentes élastiques des essais de traction sur éprouvettes lisses. Il peut être alors considéré comme apparent car il tient compte de la viscosité du matériau. En effet, pour de faibles vitesses de déformation, on peut considérer que la viscosité se manifeste aux premiers moments de la déformation. Le module élastique a également été déterminé par ultra-sons. Dans ce cas, la fréquence utilisée (2 MHz) est telle que l'effet de la viscosité est très limité, le module est alors purement élastique. Il est possible dans ce cas de parler de module d'Young vrai (c'est à dire celui donné par la relation de Hooke).

Il a déjà été mentionné l'écart qui existait entre le module d'Young vrai et le module apparent. Dans les calculs par éléments finis, le module élastique choisi sera le module apparent. Nous développons ci-après les conditions de ce choix.

Tout d'abord, bien que certains essais de traction aient été faits à des vitesses assez élevées, la plupart des essais sur les autres géométries ont été réalisés à de faibles vitesses (entre  $1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $1.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), c'est à dire dans le domaine des sollicitations quasi-statiques. Ainsi, il semble plus judicieux de conserver le module apparent qui permet de mieux décrire le comportement du matériau en présence de viscosité. L'utilisation du module d'Young vrai dans les calculs indique de toute façon une

suresimation importante des pentes élastiques expérimentales. De plus, étant donné que dans la définition de la vitesse viscoplastique, on ne considère qu'une seule composante de vitesse, tenir compte de la viscosité primaire à travers le module d'Young apparent permet de caractériser une partie de la déformation visqueuse de la phase amorphe en début d'essai.

La figure II.14 du chapitre II donnait l'évolution de  $E$  en fonction de la température. A  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $E = 2$  GPa, à  $-10^{\circ}\text{C}$   $E = 2.4 - 2.9$  GPa, et à  $-50^{\circ}\text{C}$  suivant la vitesse  $E$  sera compris entre 3 GPa et 6 GPa. Ainsi, à  $20^{\circ}\text{C}$ , il sera possible de considérer une valeur unique du module élastique pour toutes les vitesses, mais ce sera plus difficile à basse température.

### B.II.1.b Le coefficient de Poisson

Le coefficient de Poisson a été déterminé à partir de la pente de la courbe déformation longitudinale en fonction de la déformation latérale sur éprouvettes lisses à  $20^{\circ}\text{C}$ , et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Dans la zone où la déformation reste homogène (avant la striction), la valeur moyenne du coefficient de Poisson est de  $0.40 \pm 0.02$ . Par ultra-sons, la valeur obtenue avait été de 0.38. Sa valeur sera considérée constante avec la température, les mesures à  $-10^{\circ}\text{C}$  n'ayant pas révélé de différences.

### B.II.1.c La limite élastique/viscoplastique $R_0$

Tout comme la détermination graphique de  $E$ , la détermination graphique de  $R_0$  pose de sérieux problèmes de précisions sur la courbe contrainte-déformation nominales.  $R_0$  représente la limite entre le domaine parfaitement élastique et le début de la viscoplasticité. Par la présence de la viscosité, cette limite est assez difficile à déterminer. De plus, elle va varier suivant la vitesse de l'essai et suivant la température. L'exemple de la figure IV.2 indique la détermination de  $R_0$  pour un essai à  $20^{\circ}\text{C}$  et faible vitesse.

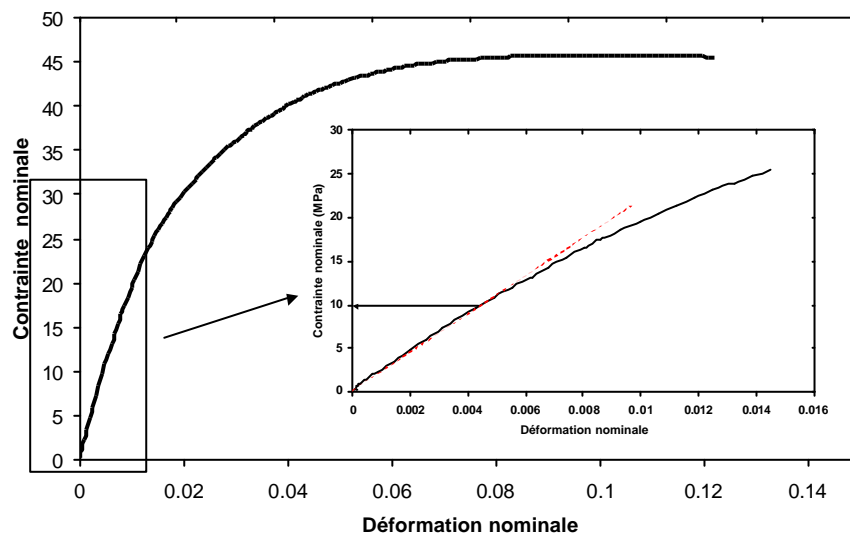


Figure IV.2 Détermination graphique de  $R_0$  à partir d'un essai de traction à  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

La variation de  $R_0$  en MPa est donnée dans le tableau IV.1 suivant en fonction de la température et de la vitesse.

Température/vitesse	$1,5.10^{-4} s^{-1}$	$1,5.10^{-3} s^{-1}$	$1,5.10^{-2} s^{-1}$	$1,5.10^{-1} s^{-1}$
+20°C	10	15	17	18
-10°C	22	27	28	30
-50°C	30	38	43	45-50
-80°C	60	70	75	80

Tableau IV. 1 Valeurs de  $R_0$  en MPa en fonction de la température et de la vitesse

La plupart des essais sur éprouvettes entaillées et fissurées ayant été réalisés à basse vitesse de sollicitation, la valeur de  $R_0$  considérée dans le calcul sera celle obtenue pour les faibles vitesses ( $1,5.10^{-4} s^{-1}$ ).

### B.II.2 Hypothèse sur l'évolution de la porosité

Au chapitre III, des micrographies réalisées sur le PVDF non plastifié ont été présentées. Le résultat principal était la présence de deux types de porosités : des cavités de grande taille (1-2  $\mu\text{m}$ ) qui sont habituellement observées dans le PVDF en nombre assez réduit, et de très petites cavités (200 nm de diamètre), jamais mentionnées dans la littérature, qui occupent environ 10% du volume du matériau. Ces cavités sont très probablement situées entre les sphérolites.

Il n'est pas possible de vérifier si la croissance est assurée par toutes ces cavités. En revanche, les travaux de Castagnet ont indiqué que de la germination avait lieu entre les lamelles et entre les sphérolites en cours de déformation [Castagnet, 1998]. Ces cavités de taille plus petites que les cavités initialement présentes doivent certainement se former aussi dans le PVDF non plastifié. Des analyses aux rayons X auraient permis de répondre sans doute à cette question. Cette germination apporte certainement une croissance supplémentaire.

Pour simplifier le modèle, on choisit de ne pas introduire la phase de germination (ajout de paramètres supplémentaires). L'endommagement est alors issu uniquement de la croissance des 10% de porosités initiales. En sachant qu'en réalité toutes les cavités ne vont pas croître, la germination sera prise en compte indirectement dans cette croissance comme complément d'endommagement, en remplacement des cavités qui ne vont pas changer de volume.

### B.III Détermination des paramètres de comportement

Les paramètres de comportement, c'est à dire  $K$  et  $n$  de la loi de Norton,  $\dot{p} = \left(\frac{\Phi}{K}\right)^n$  et  $Q$  et  $b$  du premier écrouissage (cf. équation 19) ont été déterminés sur éprouvettes lisses, et sur éprouvettes entaillées avant l'apparition de l'endommagement. Concernant les éprouvettes lisses, les données prises pour l'identification des paramètres de comportement sont celles obtenues avant l'apparition de la striction. Pour les éprouvettes axisymétriques entaillées, étant donné que l'endommagement débute juste avant la force maximale, on choisit pour l'identification de ne conserver que les courbes jusqu'à ce point limite de chargement.

Il a déjà été mentionné que la paramètre  $n$  de la loi de Norton permettait de décrire la non-linéarité de la phase amorphe. Un coefficient  $n$  proche de 1 caractérisera un comportement newtonien.  $K$  permet de décrire l'intensité de la vitesse de déformation. Par la loi de Norton, les coefficients  $K$  et  $n$  sont liés, l'identification de l'un impliquant l'identification de l'autre. Les coefficients  $Q$  et  $b$  décrivent respectivement la contrainte d'écoulement maximale et la vitesse de saturation pour atteindre la contrainte maximale.



### B.III.1 Etude de la sensibilité des paramètres de comportement

L'étude de sensibilité des paramètres de comportement va être réalisée sur les éprouvettes lisses, en considérant des paramètres variant de  $\pm 20\%$ , ou  $\pm 50\%$  par rapport à leur valeur choisie pour le modèle. La vitesse de déformation choisie est de  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et la température  $20^\circ\text{C}$ . Les simulations sur éprouvettes lisses sont réalisées sur des éléments de volume réduits (8 nœuds, 4 points de Gauss) en conditions de contrainte plane.

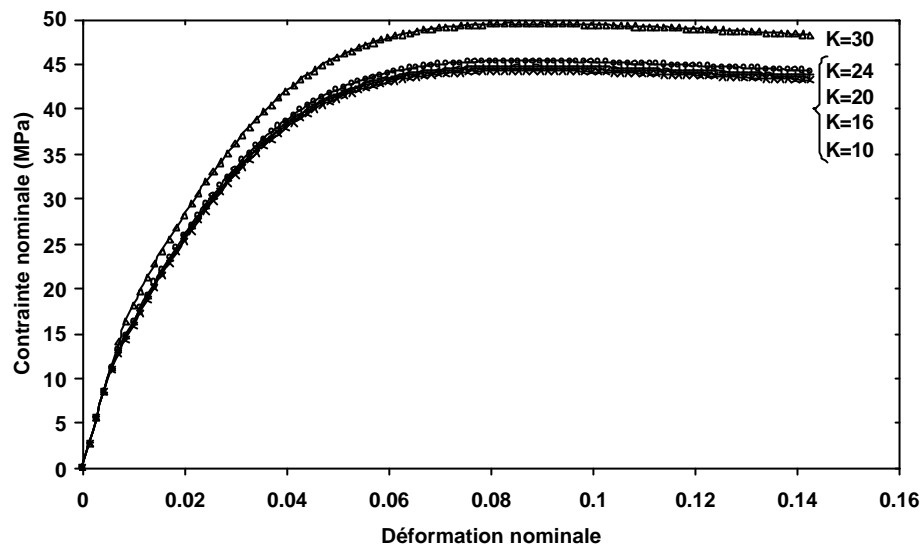


Figure IV.3 Etude de la sensibilité du paramètre  $K$  sur éprouvette lisse pour  $n=5$ ,  $Q=40$ ,  $b=75$ ,  $20^\circ\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

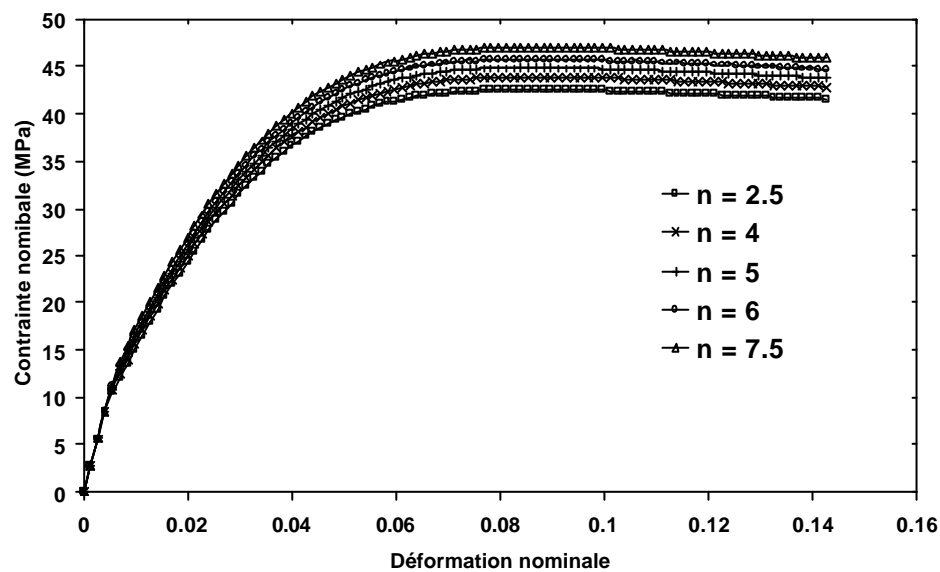


Figure IV.4 Etude de la sensibilité du paramètre  $n$  sur éprouvette lisse pour  $K=20$ ,  $Q=40$ ,  $b=75$ ,  $20^\circ\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

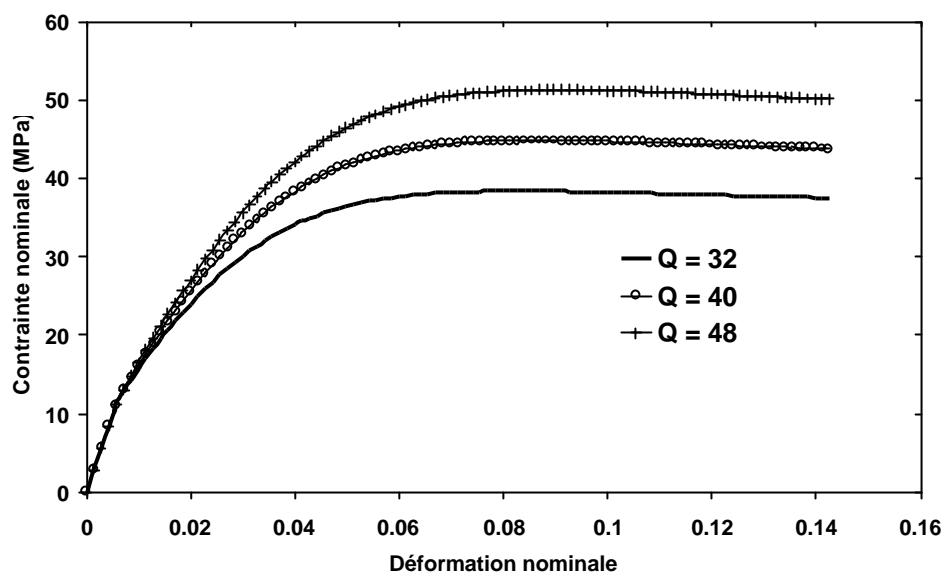


Figure IV.5 Etude de la sensibilité du paramètre  $Q$  sur éprouvette lisse pour  $K=20$ ,  $n=5$  et  $b=75$ ,  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

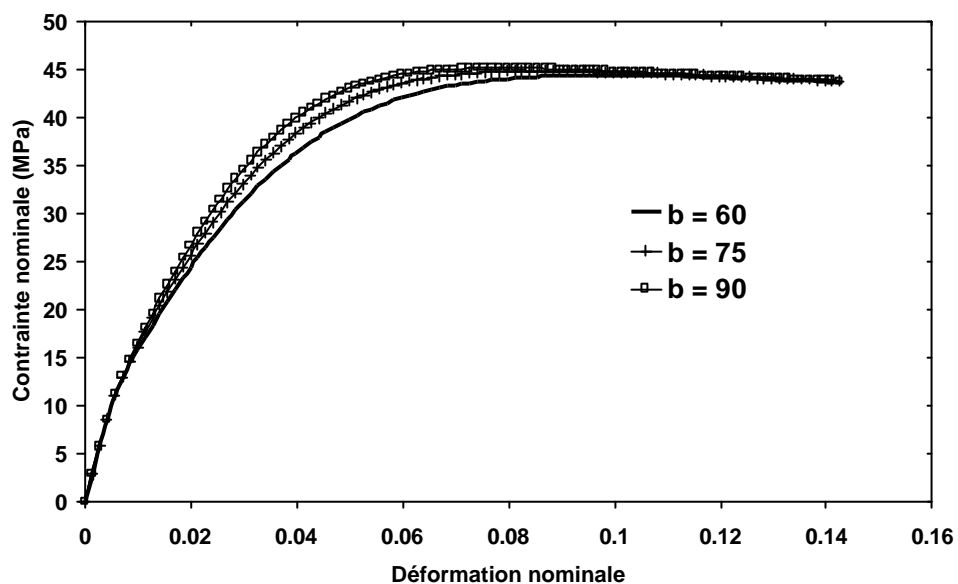


Figure IV.6 Etude de la sensibilité du paramètre  $b$  sur éprouvette lisse pour  $K=20$ ,  $n=5$ ,  $Q=40$ ,  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

La figure IV.3 indique qu'en dessous de 20,  $K$  n'a plus de réelle influence sur la courbe  $\mathbf{s}_{nom} - \mathbf{e}_{nom}$ . En revanche, au dessus de cette valeur limite, une augmentation de  $K$  permet une augmentation de la courbe globale. La valeur de  $K$  est surtout importante pour représenter l'écart de contrainte entre des essais réalisés à des vitesses différentes.  $K$  est un indicateur de la viscosité du matériau. La figure IV.7 indique les courbes simulées d'éprouvettes lisses à quatre vitesses de déformation différentes, pour deux valeurs de  $K$  et à une valeur fixée de  $n$ . Une augmentation de  $K$  permet d'augmenter la sensibilité à la vitesse de déformation, nécessaire pour différencier des essais réalisés à différentes vitesses.  $K = 10$  permet de représenter des comportements avec peu d'effet de la viscosité, il y a peu de différences entre tous les essais réalisés sur quatre décades de vitesse.  $K = 50$  permet au contraire d'augmenter de 40% la contrainte maximale entre deux essais séparés par trois décades de vitesse.

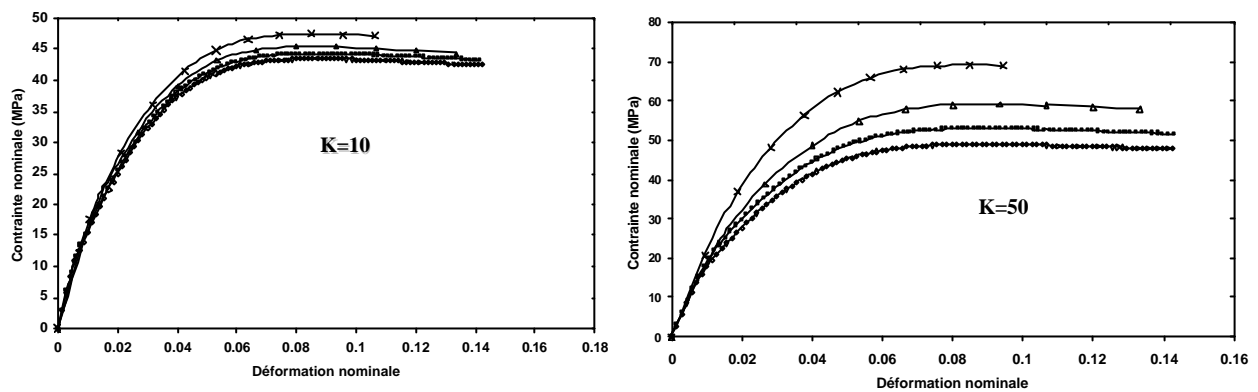


Figure IV.7 Influence du paramètre  $K$  pour  $n = 5$  sur éprouvettes lisses à différentes vitesses à  $20^{\circ}\text{C}$

Une augmentation de  $n$ , à  $K$  fixé, augmente le niveau général des courbes, c'est à dire accroît la rigidité du matériau. Un effet peu sensible de ce paramètre sur les résultats est à noter puisqu'une augmentation de 50% de sa valeur n'augmente que de 5% la valeur de contrainte maximale (cf. Figure IV.4).

L'influence du paramètre  $Q$  est par contre très nette puisqu'une augmentation de 20% permet d'augmenter la contrainte maximale de 15%. On rappelle que d'après l'équation d'érouissage,  $Q$  permet de rendre compte de la limite asymptotique de la contrainte maximale (cf. Figure IV.5).

Enfin, une augmentation de  $b$  permet d'atteindre la contrainte maximale pour un temps  $t$  plus grand, ce qui s'explique par la forme de l'érouissage (cf. Figure IV.6).

### B.III.2 Optimisation des paramètres de comportement

Après l'étude de sensibilité, les paramètres définitifs ont été choisis à partir des essais sur éprouvettes lisses et éprouvettes entaillées avant l'endommagement. Les paramètres optimisés sont :

$$K = 20 \text{ MPa}, n = 5, R_0 = 10 \text{ MPa}, Q = 40 \text{ MPa}, \text{ et } b = 75$$

Sur la figure IV.8 sont présentés les résultats pour les quatre vitesses de déformations sur les éprouvettes lisses.

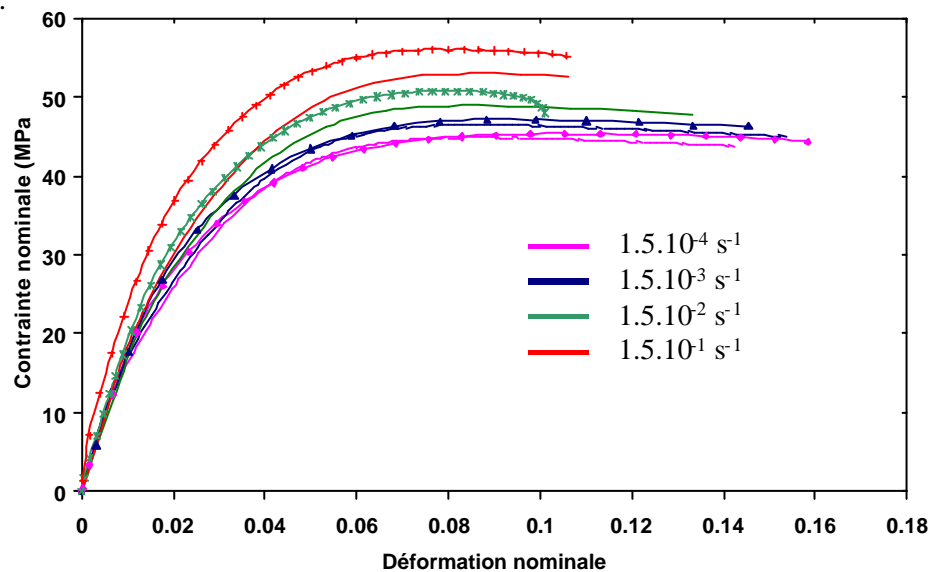


Figure IV.8 Résultats de la simulation du comportement sur éprouvettes lisses à  $20^{\circ}\text{C}$ , à différentes vitesses

Les comparaisons entre les courbes expérimentales (trait + symboles) et les courbes simulées (trait plein) indiquent une bonne correspondance pour les deux plus faibles vitesses de déformation. A plus haute vitesse, les courbes simulées sous-estiment les courbes expérimentales. Il serait possible de représenter toutes les vitesses de déformation en choisissant d'augmenter la valeur de  $K$ . On aurait pu également décomposer la vitesse de déformation viscoplastique en deux vitesses comme pour le modèle DDI présenté précédemment, afin de représenter les essais lents et les essais rapides. Ce choix nécessitait néanmoins un plus grand nombre de paramètres à déterminer. On a choisi de conserver  $K = 20$  et on justifiera ce choix principalement lors de la modélisation de la propagation en flexion trois points.

### B.III.3 Vérification des paramètres de comportement en compression uniaxiale

Des essais de compression uniaxiale sur pion ont été réalisés afin de vérifier la validité du modèle en compression, notamment la pertinence d'une composante de rhéodurcissement. Bien que ce type de chargement ne soit pas critique pour la gaine off-shore étudiée, on choisit néanmoins de vérifier ce que prédit le modèle.

Le maillage en compression est réalisé à partir d'éléments axisymétriques à intégration réduite. Ainsi, seule la moitié de l'éprouvette et la moitié de l'appui sont maillées. Le contact entre l'appui et le pion est réalisé avec un coefficient de frottement estimé à 0.4. Cette valeur est choisie comme étant celle se rapprochant le plus des conditions expérimentales, en sachant qu'une couche de vaseline a été placée entre le pion et l'appui pour éviter d'obtenir un effet tonneau. Compte-tenu de la fluidité de la vaseline, le pion se retrouve expérimentalement très vite en contact avec l'appui, d'où ce coefficient de frottement relativement élevé.

Comme expérimentalement, le déplacement axial et l'augmentation de diamètre sont mesurés par deux capteurs placés dans le premier cas sur un nœud du haut du pion et dans le second cas sur le nœud en bas à droite du pion (cf. *Figure IV.9*). Ces deux positions représentent ainsi les positions moyennes des capteurs lors de l'essai expérimental de compression.

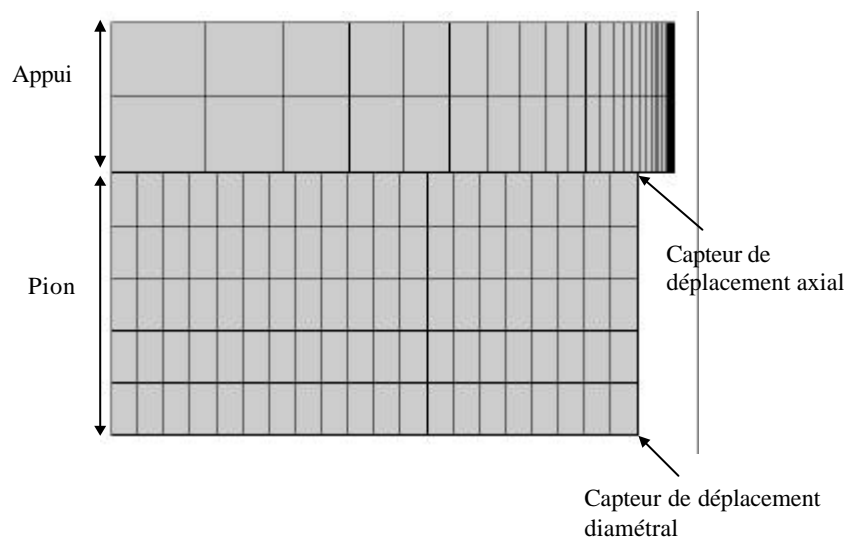


Figure IV.9 Maillage d'un essai de compression uniaxiale avec des éléments axisymétriques

Les particularités liées à l'utilisation du contact seront présentées en détails lors des maillages des éprouvettes de flexion trois points. Simplement, il est important de signaler ici qu'il est nécessaire de mailler très finement la zone de bord du pion en contact avec l'appui. Suivant comment cette zone sera plus ou moins raffinée, les courbes force-déplacement pourront être différentes. Le raffinement du

maillage permet de garantir un contact permanent entre les deux zones, sans que la première interpénètre la seconde.

Les courbes présentées indiquent la force en fonction de l'évolution du diamètre. Les résultats indiquent un écart d'environ 10% sur la valeur finale de la force maximale. On remarque un accord correct entre les déplacements expérimentaux et simulés. En revanche, concernant la force, le modèle sous-estime les valeurs expérimentales (cf. Figure IV.10).

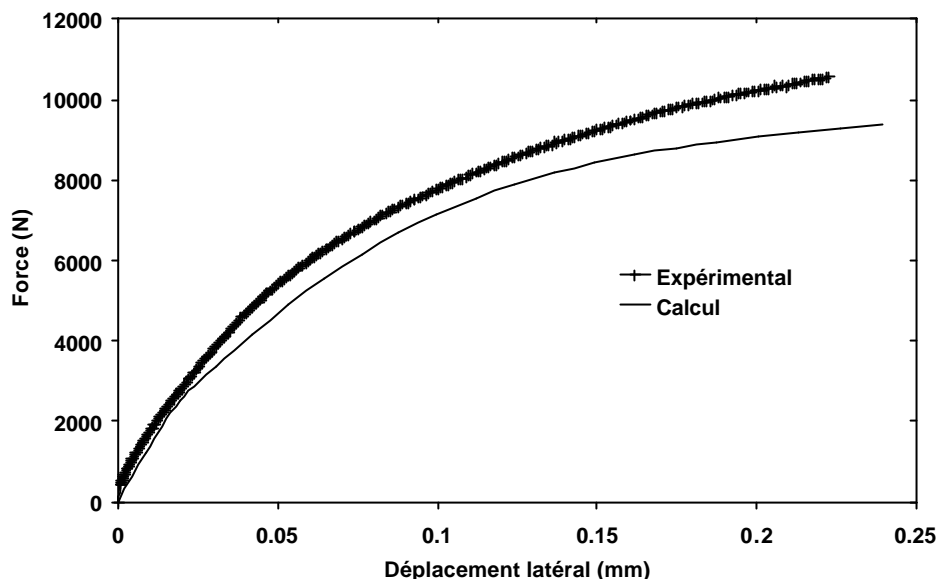


Figure IV.10 Courbes expérimentales-simulées en compression uniaxiale sur pignon, à 20°C, et 0.015 mm/s

Les résultats obtenus en traction et en compression sont comparés pour une même vitesse de sollicitation (0.015 mm/s). La pente viscoélastique est approximativement la même pour les premiers stades de déformation. Une augmentation de la rigidité en compression est observée par rapport à la traction, avec notamment une contrainte maximale plus importante en compression (environ 48 MPa en traction, contre plus de 70 MPa en compression) (cf. Figure IV.11).

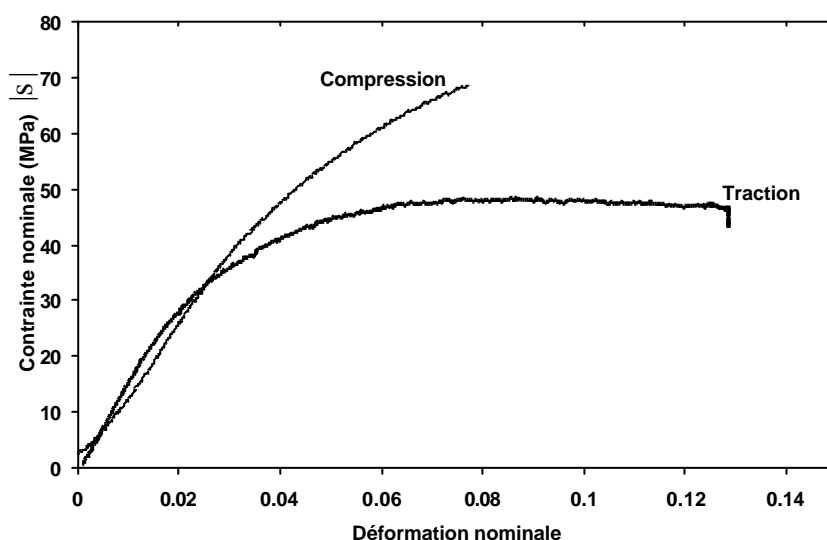


Figure IV.11 Courbes contraintes-déformations nominales expérimentales en traction et compression à 20°C et 0.015 mm/s

En dehors de la zone élastique, on suppose qu'expérimentalement en compression, une partie des cavités peut plus ou moins se refermer sous l'effort appliqué. Cela peut expliquer certainement une

raideur plus importante en compression qu'en traction. A l'inverse de la traction où l'endommagement altère la raideur du matériau, la refermeture des cavités en compression permet de rigidifier le matériau. Le même constat expérimental a été fait par S. Castagnet sur un grade de PVDF plastifié et poreux dû aux conditions d'extrusion.

Au niveau des résultats par éléments finis maintenant, le modèle ne rend pas compte de l'augmentation de rigidité liée à la refermeture des cavités. Au contraire, l'écroutissage étant isotrope, le résultat en compression est quasi-identique au résultat en traction au signe de  $\sigma$  près. La différence est liée à la présence d'un contact qui induit du frottement donc une contrainte maximale légèrement plus élevée. En traction le modèle GTN permet de rendre compte de la croissance des cavités. En compression le modèle rend compte de leur fermeture. Si le calcul n'était pas interrompu, il serait possible d'aller jusqu'à un taux de porosités nul.

Le modèle GTN est en théorie plus pertinent pour des éprouvettes ayant un taux de triaxialité des contraintes supérieur à 1. En dessous de cette valeur, les calculs de cellule qui seront présentés par la suite indiquent que les cavités n'ont plus une forme sphérique mais sont au contraire orientées dans le sens de sollicitation. De plus, étant donné que la contrainte équivalente du modèle est celle de von Mises, pour des essais uniaxiaux, l'effet de la pression hydrostatique sur la fermeture des cavités n'est pas pris en compte.

Concernant le calcul de la variation volumique, il est possible de comparer les résultats expérimentaux et numériques. Expérimentalement, on utilise les deux capteurs servant à mesurer les déplacements latéral et axial pour déterminer la variation de volume. Pour le calcul numérique, on utilise un post-processeur qui sera plus amplement décrit lors du calcul de la variation volumique des éprouvettes axisymétriques entaillées. La figure IV.12 indique la comparaison pour les deux résultats, obtenus pour une vitesse de 0.015 mm/s.

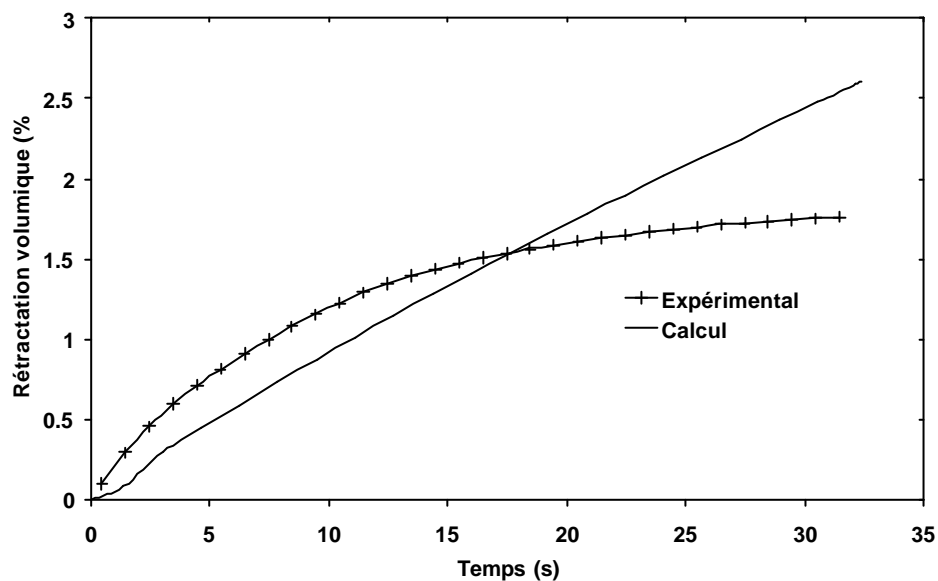


Figure IV.12 Résultats de variation volumique en compression uniaxiale à 20°C et 0.015 mm/s

Il est important de comparer la forme des deux courbes. Le calcul par éléments finis montre une diminution de volume continue et linéaire, indiquant une refermeture sphérique des cavités au fur et à mesure de la déformation. Les résultats expérimentaux indiquent une évolution saturante de la rétractation volumique avec la déformation. Il semble que les cavités se rétractent légèrement, mais qu'au delà d'une certaine limite, le matériau se rigidifie. Ces résultats sont en accord avec les résultats de contrainte-déformation nominales qui indiquaient également une nette rigidification du matériau. Comme on le verra par la suite, le calcul par éléments finis en traction indique une évolution linéaire de l'augmentation de volume. Ainsi, en compression, le modèle ne permettra pas de prendre en compte la rigidification du matériau induit par la refermeture partielle des cavités.

A titre indicatif, la figure IV.13 montre la localisation de l'endommagement pour un essai de compression uniaxiale. Si on excepte la zone en contact en haut à droite du maillage, on remarque que la diminution du taux de porosité est maximale au centre de l'éprouvette, c'est à dire au maximum de la pression hydrostatique.

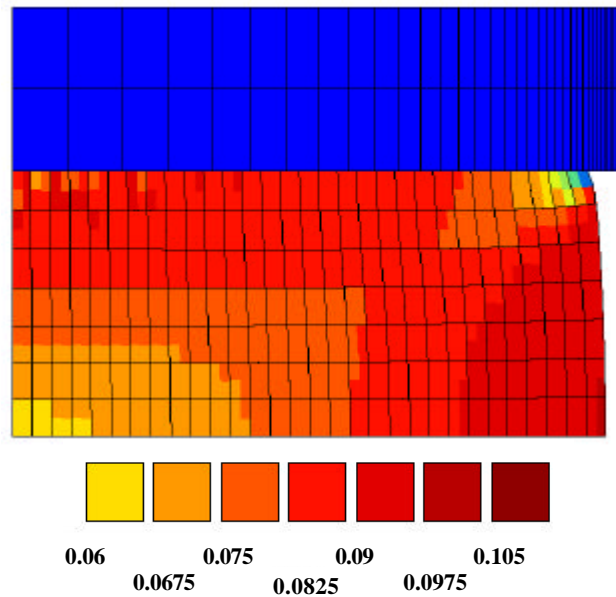


Figure IV.13 Isovaleurs de fraction volumique de cavités en fin d'essai de compression uniaxiale, à 20°C et 0.015 mm/s

### C. Modélisation de l'endommagement

Les essais mécaniques présentés au chapitre II ont indiqué le rôle joué par l'endommagement sur les résultats macroscopiques. Dans le chapitre III, les observations microscopiques ont indiqué que la croissance de cavités était le mécanisme endommageant dans le PVDF. Etant donné que ce mécanisme a été bien identifié sur les éprouvettes AE, on choisit de travailler sur cette géométrie pour identifier les paramètres numériques d'endommagement. On compare également les prévisions du modèle avec l'expérience. Les calculs sur ces éprouvettes permettent d'étendre la loi de comportement à des sollicitations multiaxiales.

#### C.1 Choix des conditions de calculs

La géométrie axisymétrique entaillée a été étudiée suivant trois rayons de courbures :  $R = 4$  mm (AE4),  $R = 1.6$  mm (AE1.6) et  $R = 0.8$  mm (AE0.8). Par symétrie, seule la moitié de l'éprouvette est maillée à l'aide d'éléments axisymétriques quadratiques à intégration réduite (appelé cax4r). Ainsi, grâce à la symétrie il est possible de ne mailler que la demi-longueur pour représenter la structure entière. Dans la zone entaillée, le maillage est fin ( $100 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ), contrairement à la zone lisse où celui-ci est plus grossier. Le nombre total de nœud varie suivant la géométrie étudiée : 905 nœuds et 280 éléments pour l'AE4, 1080 nœuds et 345 éléments pour l'AE1.6, 1273 nœuds et 400 éléments pour l'AE0.8. La figure IV.14 indique les maillages utilisés dans la zone de l'entaille. Le maillage complet, c'est à dire sur toute la demi-longueur, est présenté dans l'annexe IV.1.

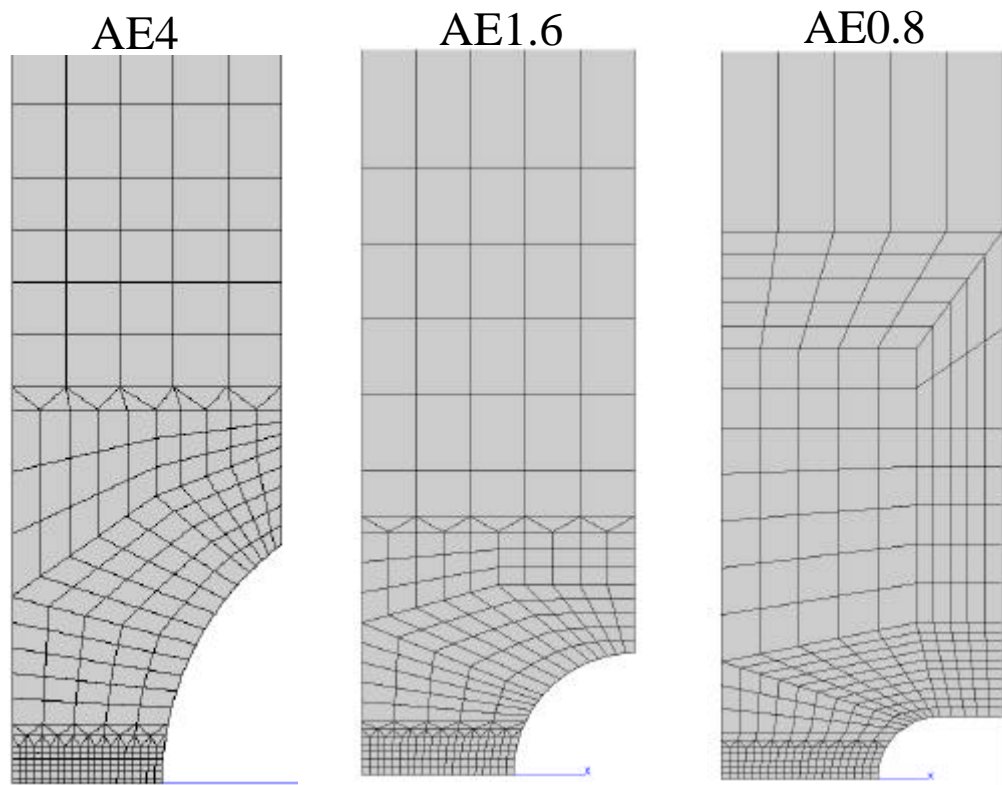


Figure IV.14 Maillage des éprouvettes AE4, AE1.6 et AE0.8

Un ressort est ajouté en haut de l'éprouvette afin de tenir compte de la complaisance de la machine. Il permet de représenter le déplacement élastique dû à la ligne d'amarrage. Cette ligne est particulièrement longue pour permettre de réaliser des essais dans l'enceinte climatique. Le comportement du ressort est considéré comme élastique ( $E = 1.5 \text{ GPa}$ , et  $\nu = 0.45$ ). Sa hauteur est fixée arbitrairement à 3 mm. L'ajout du ressort permet d'ajuster les déplacements longitudinaux expérimentaux et simulés.

Les essais sur éprouvettes AE ont été pour la plupart effectués en pilotage de réduction diamétrale. Numériquement il n'est pas possible de rentrer directement une telle condition de chargement dans le calcul. Dans un premier temps, le déplacement longitudinal de l'éprouvette qui a été mesuré lors d'un essai à vitesse de réduction diamétrale constante, est utilisé. L'allure de ces courbes est illustrée sur la figure IV.15 pour deux éprouvettes AE1.6 et AE0.8. Le déplacement longitudinal est caractérisé par trois étapes : tout d'abord le chargement est à peu près linéaire, il correspond à la déformation dans le domaine viscoélastique. Ensuite, un très net ralentissement de la déformation est obtenu pour tous les rayons de courbure, à toutes les vitesses testées, correspondant à la localisation de la déformation dans l'entaille. En fin d'essai, la vitesse de déplacement ré-augmente, correspondant à l'étape d'étirement final des fibrilles. Ainsi, pour représenter correctement ces trois zones bien distinctes, le déplacement est entré point par point dans le calcul.



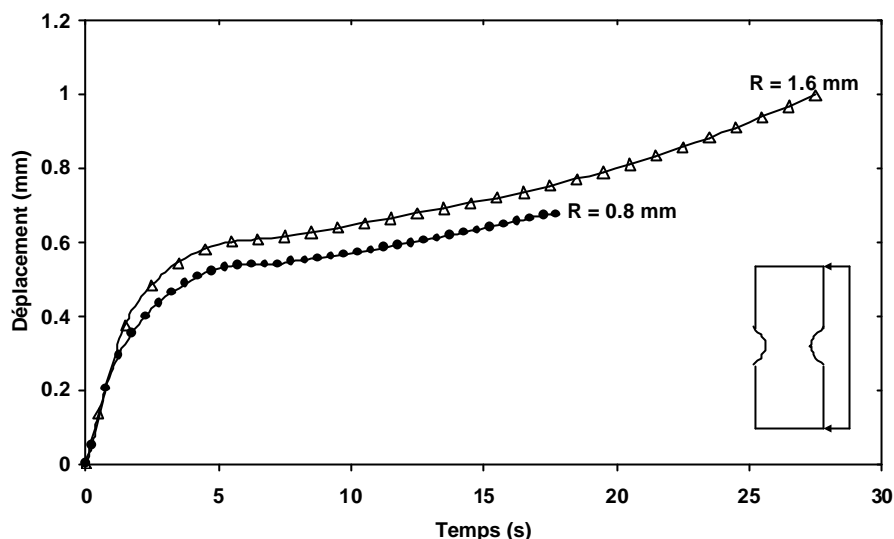


Figure IV.15 Déplacement LVDT en fonction du temps pour une AE1.6 et AE0.8, pour un pilotage en réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s, à  $20^{\circ}\text{C}$

La figure IV.16 indique le résultat du calcul sur AE0.8 en ayant comme chargement la courbe de déplacement longitudinal précédente.

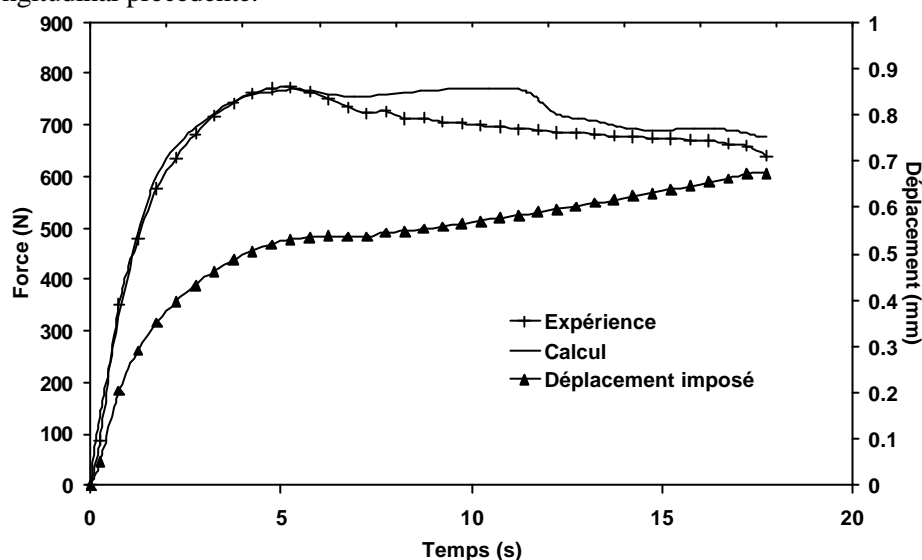


Figure IV.16 Courbes force-réduction diamétrale simulée et expérimentale en pilotage en déplacement longitudinal, AE0.8, à  $20^{\circ}\text{C}$

Une telle condition de chargement implique que l'adoucissement après la charge maximale est immédiatement suivi d'une ré-augmentation de la charge. Bien que ce résultat soit logique compte tenu des conditions de chargement présentées sur la courbe de la figure IV.15, il ne correspond pas au résultat expérimental. On rappelle qu'expérimentalement le chargement se fait à partir d'une routine qui relie le déplacement radial au déplacement du vérin de la machine. Une vitesse de déplacement radial est imposée par une consigne dans le logiciel de pilotage. La vitesse du vérin s'ajuste ensuite pour permettre à la réduction diamétrale de correspondre à la consigne demandée.

Dans la première partie du chargement, le déplacement radial et le déplacement longitudinal sont tous les deux monotones croissants. A la charge maximale, la localisation de la déformation dans l'entaille nécessite une diminution de la vitesse de déplacement longitudinal. Ensuite, l'orientation de la matière dans le sens de traction tend à rigidifier le matériau. Pour maintenir la vitesse de réduction diamétrale constante, la machine réagit en augmentant la vitesse de déplacement.

Afin de mieux représenter les conditions de l'essai, on choisit d'entrer dans le calcul la même routine que celle utilisée expérimentalement, pour permettre de relier le déplacement longitudinal à la réduction diamétrale. Comme expérimentalement, la consigne de chargement est telle que le vérin doit permettre de contrôler une vitesse de réduction diamétrale constante. La vérification entre la consigne et le résultat numérique se fait à chaque pas de calcul et est corrigée si nécessaire. Une procédure de pénalisation est également présente dans le processus de routine pour permettre d'accroître la correspondance avec la réduction diamétrale expérimentale. L'inconvénient majeur de l'emploi de la routine est de générer un pas de calcul très faible, afin que numériquement le déplacement des nœuds en haut de l'éprouvette induise le déplacement du nœud donnant la réduction diamétrale. Suivant le pas de calcul choisi, il est possible de suivre correctement la vitesse de réduction diamétrale imposée. Ainsi, pour les calculs un compromis sera fait entre la rapidité des calculs et le suivi exact de la vitesse de réduction diamétrale imposée (cf. Annexe IV.3). L'introduction de cette routine dans le calcul permet de s'assurer que la réduction diamétrale expérimentale est très proche de la réduction diamétrale simulée.

### C.II Rappels des particularités des courbes force-réduction diamétrale obtenues sur AE pour le PVDF déplastifié

Le modèle de Gurson habituellement utilisé sur les matériaux métalliques permet de représenter la chute de charge liée à la croissance des cavités dans le matériau. L'allure des courbes suit en général celle donnée sur la figure IV.17. Sur cette figure représentant la force en fonction de l'évolution du diamètre pour un acier 16MND5, trois rayons de courbure différents sont présentés ( $R = 6$  mm,  $R = 2.4$  mm, et  $R = 1.2$  mm).

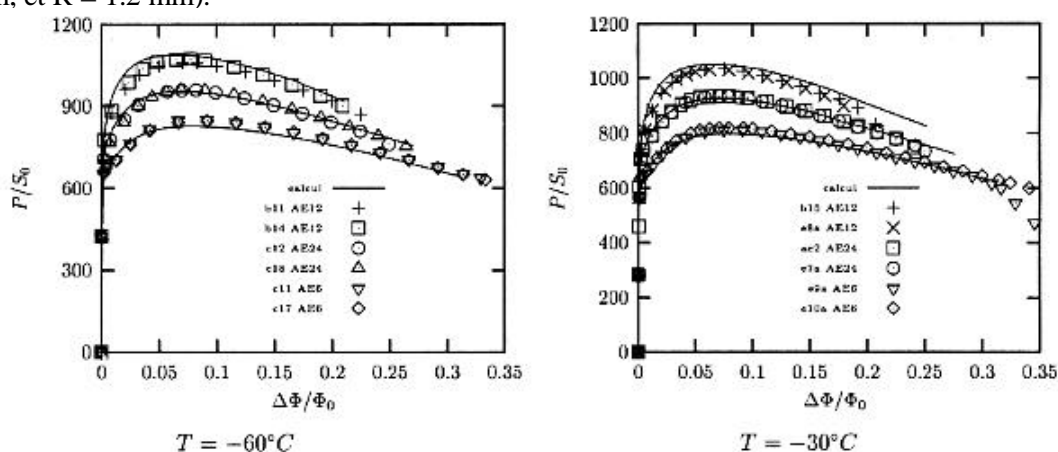


Figure IV.17 Résultats expérimentaux et simulés obtenus à  $-60^\circ\text{C}$  et  $-30^\circ\text{C}$  sur l'acier 16MND5 [Tanguy, 2001]

Dans le cas des matériaux métalliques, le comportement élastique se vérifie pour des niveaux de déformation très faibles et une limite élastique très haute. Ensuite la localisation de la déformation entraîne une diminution progressive de la charge. La charge maximale augmente en fonction de la diminution du rayon de courbure, c'est à dire en fonction de l'augmentation du taux de triaxialité des contraintes. La réduction diamétrale à rupture diminue avec l'augmentation de  $\tau$ .

Concernant le PVDF, il a déjà été mentionné de nombreuses fois que la localisation de la déformation entraînait un très net adoucissement de la charge. Cet adoucissement, appelé communément crochet de traction, ne peut pas en théorie être représenté par le modèle GTN. Les observations microscopiques ont indiqué que la croissance des cavités débute juste avant la force maximale, induisant une augmentation de volume. Le crochet est d'ailleurs d'autant plus significatif que le rayon de courbure diminue. Tous ces résultats confirment le rôle de la triaxialité sur l'importance des mécanismes d'endommagement.

Le second résultat particulier observé sur le PVDF concerne la même charge maximale obtenue entre les éprouvettes AE1.6 et AE0.8. Pour différentes vitesses et également à plus basse température, la force maximale pour les deux types d'éprouvettes est équivalente. Une éprouvette de rayon  $R = 0.15$  mm avait indiqué également la même tendance. Les observations microscopiques et les mesures de déformations volumiques ont indiqué que le taux initial élevé de porosités, ainsi que l'importance de l'endommagement pouvait expliquer ce résultat. Il ne peut pas en théorie être reproduit par le modèle GTN puisqu'une diminution de rayon de courbure implique une augmentation du taux de triaxialité c'est à dire une augmentation de la rigidité de l'éprouvette.

Enfin, le dernier résultat important et différent des matériaux métalliques est la stabilisation (AE1.6, AE0.8) voire l'augmentation de la charge en fin d'essai (AE4). Ce mécanisme communément appelé rhéodurcissement dans les polymères caractérise l'augmentation de rigidité dans la matrice due à l'orientation des chaînes macromoléculaires de phase amorphe, et probablement aux lamelles cristallines plus ou moins orientées dans la direction principale de sollicitation. Même si la réelle augmentation de charge n'est visible macroscopiquement que sur les AE4 à faible vitesse de déplacement, la quasi-stabilité de la charge pour les AE1.6 et AE0.8 indique une augmentation de la rigidité avec la déformation.

Tous ces mécanismes devront être pris en compte pour permettre de représenter correctement les résultats de traction sur les éprouvettes entaillées.

### C.III Prise en compte de l'adoucissement lié à l'endommagement : utilisation de $q_1$ et $q_2$

#### C.III.1 Etude de la sensibilité des paramètres $q_1$ et $q_2$

Les paramètres  $q_1$  et  $q_2$  ont été introduits dans le modèle GTN pour décrire les interactions possibles entre les cavités en cours de croissance. En général, ils sont respectivement pris égaux à 1.5 et 1. Ces valeurs sont choisies pour des matériaux métalliques où le taux de porosité initial est d'environ  $10^{-3}$  et où même en cours de croissance, le pourcentage volumique de cavités reste assez faible ( $\approx 2 \cdot 10^{-3}$ ).

Etant donné que le pourcentage volumique initial de cavités dans le PVDF non plastifié a été estimé à 10%, une différence majeure entre les deux types de matériau, métallique et polymère, existe déjà au départ. Afin d'identifier le rôle de  $q_1$  et  $q_2$  avec une telle fraction volumique de cavités, une étude de sensibilité des paramètres est réalisée sur une éprouvette AE0.8 en les faisant varier entre 0.5 et 2 (limites extrêmes de ces paramètres dans la littérature). Dans un premier temps, on ne regarde que les résultats globaux, c'est à dire la force en fonction de la réduction diamétrale par rapport à une courbe expérimentale. L'essai réalisé à 20°C est piloté en déplacement à 0.05 mm/s. Le tableau IV.2 donne les différentes valeurs des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  étudiés.

$q_1$	0.5	0.5	0.8	0.8	0.8	1	1	1.1	1.3	1.5	1.5	2
$q_2$	2	1.55	1	1.55	2	1.2	1.5	1.55	1.55	0.8	1	0.5

Tableau IV. 2 Valeurs de  $q_1$  et  $q_2$  choisies pour étudier l'influence de chaque paramètre

La figure IV.18 présente les résultats du calcul (trait + symbole) et la courbe expérimentale (trait plein). Ces premiers calculs utilisent les valeurs extrêmes de  $q_1$  et  $q_2$  données dans le tableau IV.2. Le jeu de paramètre  $q_1 = 2$  et  $q_2 = 0.5$  est proche des paramètres habituellement choisis pour les matériaux métalliques. Il permet de représenter une chute de charge assez linéaire après la localisation de la déformation. Cependant, il ne permet pas de représenter la forme du crochet de traction observée

sur le PVDF. Dans le cas de  $q_1 = 0.5$  et  $q_2 = 2$ , excepté en fin de calcul, le crochet de traction est mieux simulé.

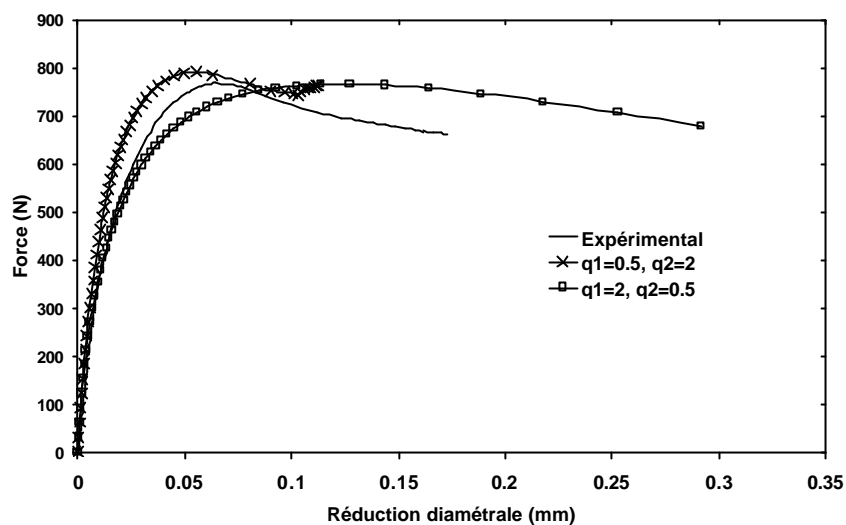


Figure IV.18 Influence de  $q_1$  et  $q_2$  sur les résultats de traction force-réduction diamétrale sur AE0.8, à 20°C et 0.05 mm/s

Afin de vérifier l'influence de chacun des paramètres, la figure IV.19 présente différents calculs avec  $q_2$  variable pour une valeur de  $q_1$  constante prise égale à 0.8. L'augmentation de  $q_2$  permet une diminution de la charge après la localisation et réduit la largeur de la bosse correspondant au crochet de traction. Cependant, une valeur trop élevée induit une cavitation excessive qui provoque une chute de charge violente même avant la charge maximale expérimentale.

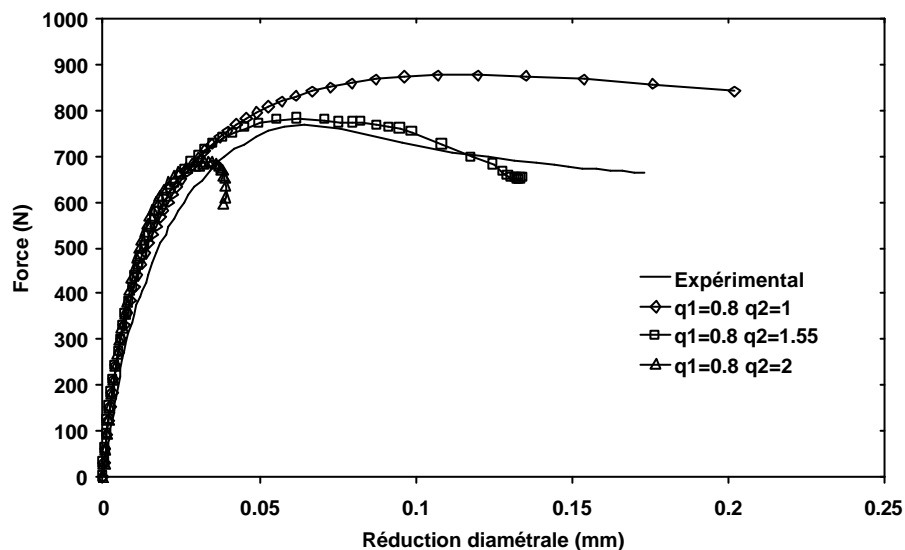


Figure IV.19 Influence du paramètre  $q_2$  pour  $q_1 = 0.8$  sur les résultats de traction force-réduction diamétrale sur AE0.8, à 20°C et 0.05 mm/s

Le même travail est réalisé cette fois-ci sur  $q_1$ , en choisissant  $q_2 = 1$  (cf. Figure IV.20). L'augmentation de  $q_1$  entraîne également une chute de la charge après la force maximale sans qu'il y ait rétrécissement de la largeur de la bosse. La différence entre les deux paramètres est que, dans le modèle où on ne tient compte que de la croissance, la rupture aura lieu pour un taux de porosité égal à  $f_R = 1/q_1$ . Ainsi, pour  $q_1$  élevé, par exemple pour  $q_1 = 1.5$ , la rupture a lieu sur le point de gauss où

le taux de porosité a atteint 66%. C'est le cas par exemple sur la figure IV.20 ( $q_1 = 1.5$ ,  $q_2 = 1$ ), où si toute la courbe avait été représentée on aurait une chute brutale de la charge juste après le dernier point donné. En revanche, dans le cas de  $q_2$  élevé, si  $q_1$  est faible, il n'y a pas numériquement de conditions de rupture imposée. Les éléments continuent à se déformer et compte tenu de leur forme très allongée, les résultats du calcul ne sont plus très pertinents.

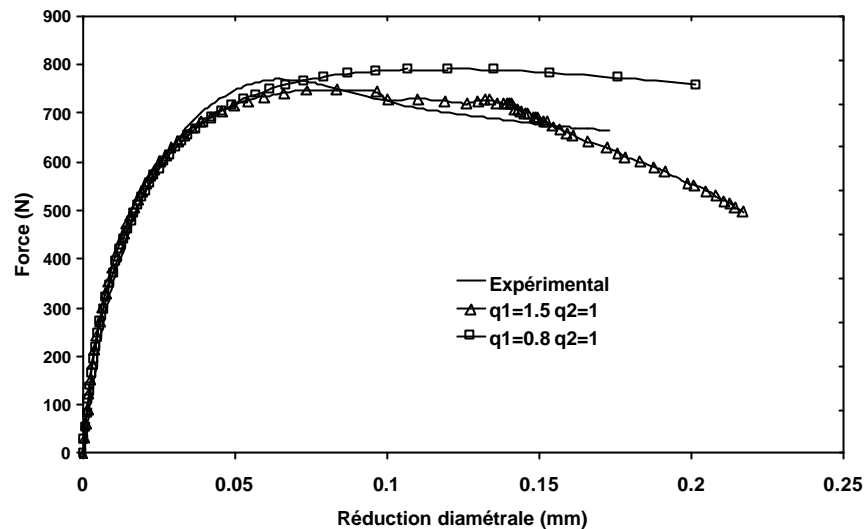


Figure IV.20 Influence du paramètre  $q_1$  pour  $q_2 = 1$  sur les résultats de traction force-réduction diamétrale sur AE0.8, à 20°C et 0.05 mm/s

Une dernière analyse de ces résultats est faite en comparant l'évolution de l'endommagement dans l'élément le plus au centre de l'éprouvette (cf. Figure IV.14, élément en bas à gauche situé au cœur de l'éprouvette), pour différents jeux de paramètres. Cet élément est choisi en particulier car il correspond au lieu d'amorçage expérimental, au maximum de triaxialité au début de l'essai et au maximum d'endommagement en fin d'essai. L'évolution du taux de porosité est donnée pour les différentes configurations (cf. Figure IV.21). La figure IV.22 indique la localisation de cet endommagement pour les paramètres (a)  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1$ , et (b)  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 2$ .

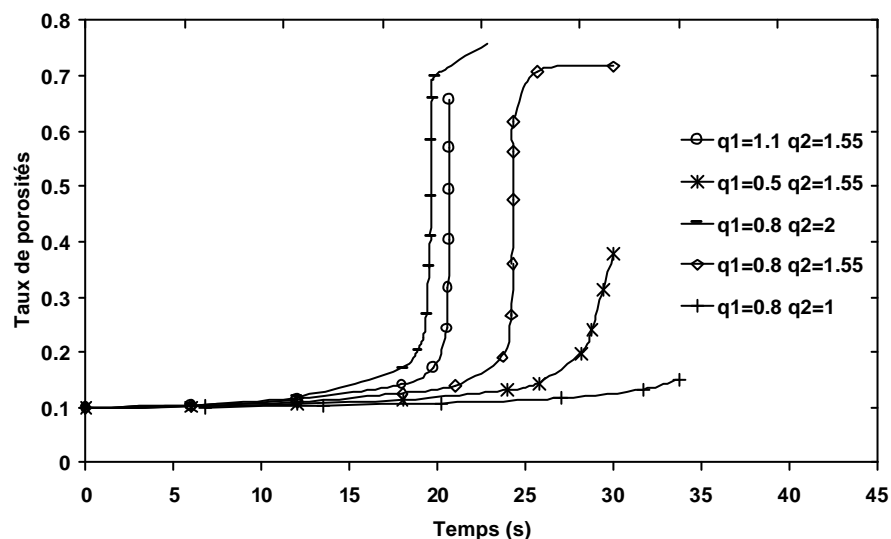


Figure IV.21 Evolution du taux de porosités avec différents jeux de coefficients  $q_1$  et  $q_2$

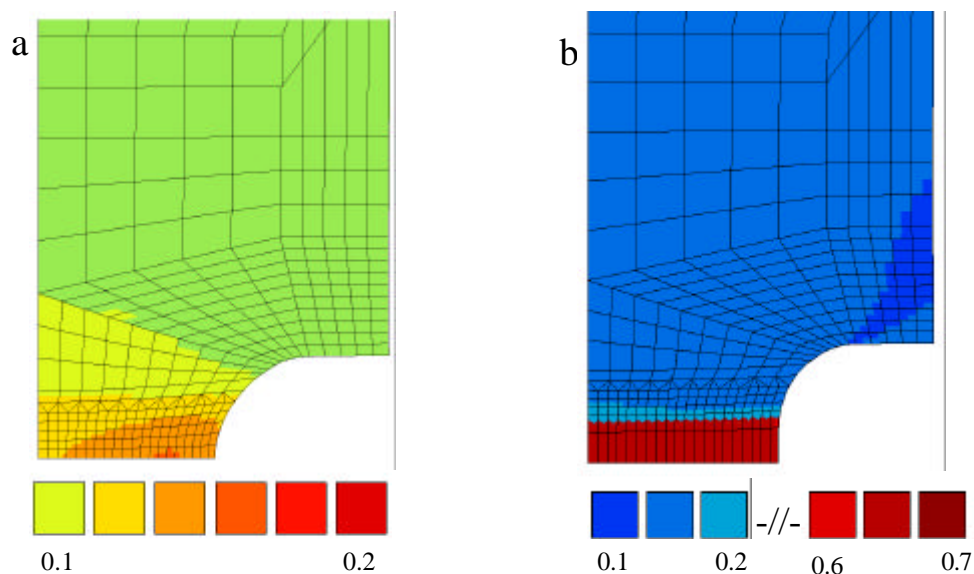


Figure IV.22 Localisation de la porosité pour le même chargement, pour deux jeux de coefficients  $q_1$  et  $q_2$ , (a)  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1$ , et (b)  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 2$ , au temps final

Les deux figures IV.21 et IV.22 révèlent qu'en choisissant des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  proche de 1, on ne crée que très peu d'endommagement dans le matériau. Ce résultat est visible sur la figure IV.21 où la courbe ( $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1$ ) atteint à peine un taux maximal de porosité à rupture de 20%. La figure IV.22a indique également ce résultat. En revanche, pour  $q_2$  constant ( $q_2 = 1.55$ ), comme pour les courbes force-réduction diamétrale, une augmentation de  $q_1$  de 0.5 à 1.1 permet d'accélérer l'apparition de l'endommagement, dans l'élément considéré, cet élément étant significatif de l'évolution de  $f$  dans la structure.

### C.III.2 Détermination de $q_1$ et $q_2$

D'après les résultats présentés, on constate qu'il est nécessaire que l'un des deux paramètres soit supérieur à 1.5 pour modéliser l'importance de l'endommagement. En effet, sur les figures IV.19 et IV.20 pour  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1$ , la chute de charge est très peu marquée et le crochet de traction n'est pas du tout simulé. Ensuite pour choisir lequel des deux paramètres  $q_1$  et  $q_2$  est à fixer à 1.5, on se base sur tous les résultats qui indiquent que  $q_2$  permet de mieux traiter l'endommagement dans le matériau. Même si dans le cas de la figure IV.19 pour  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1.55$  la fin de l'essai est mal prise en compte, on constate que l'allure de la courbe est assez bien représentée.

Si la valeur de  $q_2$  est fixée à 1.55, la figure IV.23 indique les valeurs de  $q_1$  susceptibles de représenter correctement la courbe force-réduction diamétrale. Une valeur trop faible de  $q_1$  ne permet pas de faire diminuer la charge après la force maximale. Une valeur trop élevée entraîne un endommagement tel que la rupture est obtenue pour de très faibles niveaux de déformation. Par contre, il semblerait qu'une valeur proche de 0.8 permette de se rapprocher de la courbe expérimentale.

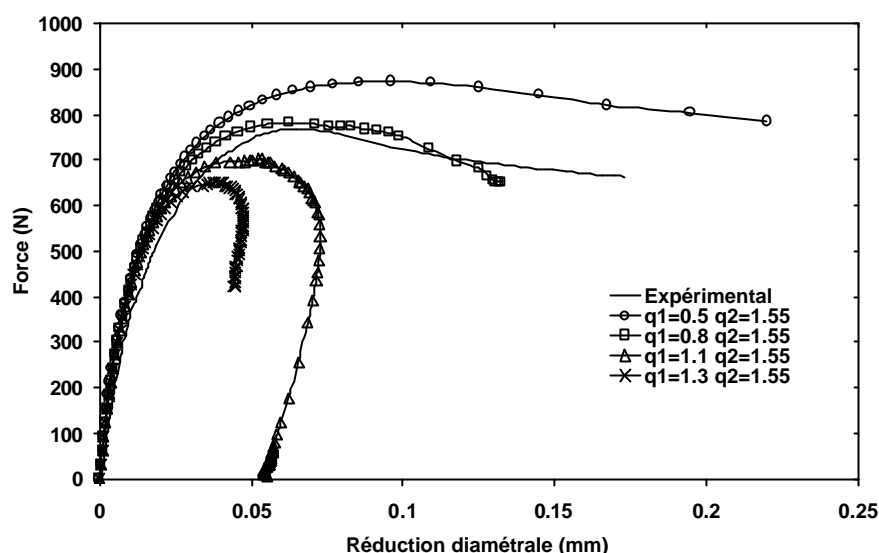


Figure IV.23 Influence de  $q_1$  pour  $q_2 = 1.55$  sur les résultats de traction force-réduction diamétrale sur AE0.8, à 20°C et 0.05 mm/s

### C.III.3 Evolution de l'endommagement avec la déformation

#### C.III.3.a Modification de $q_2$

A partir de cette identification, on s'aperçoit très vite notamment sur les AE4 que même si le crochet de traction est simulé, aucune modification des paramètres ne permet de représenter la quasi-stabilité de la charge qui suit cette localisation, ainsi que le rhéodurcissement en fin d'essai. Au contraire, on obtient en fin de calcul une chute de charge trop significative. Différentes analyses des résultats numériques indiquent que presque indépendamment de la géométrie, la stabilisation de la charge débute pour une déformation plastique principale maximale proche de 20%. Les mesures de déformations volumiques avaient également indiqué que l'importante augmentation du volume au moment de la localisation de la déformation était suivie d'un ralentissement.

Pour des niveaux assez faibles de déformations, les cavités peuvent croître assez aisément de manière sphérique sous l'effet de la contrainte hydrostatique. En revanche, dès que la matière se déforme plus, elle s'oriente dans le sens de sollicitation, limitant alors la croissance sphérique des cavités. On suppose donc qu'au delà d'une certaine déformation, choisie numériquement comme déformation plastique principale  $p_1$ , la croissance des cavités est limitée par l'orientation des chaînes. La forte valeur de  $q_2$  nécessaire pour obtenir une importante cavitation au moment de la localisation de la déformation ne se justifie plus pour les plus grandes déformations. Il devient alors nécessaire de diminuer  $q_2$  pour induire une croissance plus faible des cavités. Pour cela le paramètre  $q_2$  est considéré comme une fonction décroissante de la déformation plastique principale  $p_1$  telle qu'à 20°C (20) :

$$q_2 = 1.55 \quad \text{pour } p_1 < 0.2$$

$$q_2 = (1 + \exp(-3p_1)) \quad \text{pour } p_1 \geq 0.2 \quad (20)$$

$q_2$  permet de cette façon de retranscrire indirectement l'anisotropie de forme des cavités en cours de déformation.

C.III.3.b Conséquence du choix de  $q_2$  sur l'évolution de la porosité

Suivant les valeurs des paramètres  $q_1$  et  $q_2$ , il est possible de représenter différentes évolutions de la porosité. On se base sur les calculs par éléments finis pour prédire l'évolution de  $f$  suivant la valeur de  $q_1$  et  $q_2$ .

La comparaison est faite avec les paramètres choisis pour le modèle, c'est à dire  $q_1 = 0.8$  et  $q_2$  défini par l'équation (20). Les résultats sont appelés « modèle » sur la figure IV.24. Les résultats pour deux autres jeux de paramètres sont également présentés :  $q_1 = 1.55$  et  $q_2 = 0.8$  appelé solution 1, et  $q_1 = 0.8$  et  $q_2 = 1.55$  appelé solution 2. La figure IV.24 s'intéresse à l'évolution de la porosité et de la triaxialité dans l'élément le plus au centre du maillage, c'est à dire l'élément le plus en bas à gauche dans la géométrie (cf. Figure IV.14).

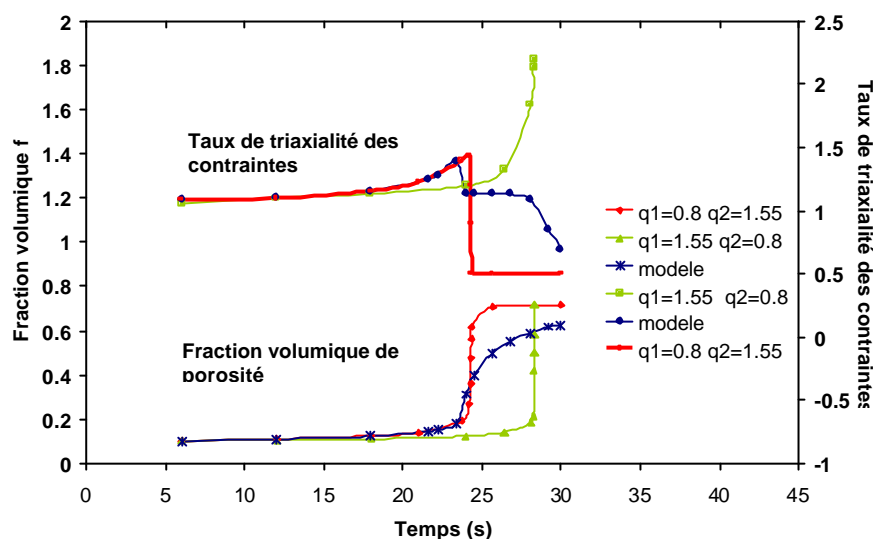


Figure IV.24 Taux de porosité et taux de triaxialité des contraintes, pour trois jeux de paramètres, pour une AE0.8 sollicitée en pilotage LVDT 0.05 mm/s, à 20°C

Les résultats indiquent clairement que le paramètre  $q_2$  a un effet plus important sur l'évolution de la porosité que le paramètre  $q_1$ . En effet, pour la solution 2 (courbes rouges), le taux de porosité  $f$  augmente dès le temps  $t = 24$  secondes, alors que pour la solution 1 celui-ci commence à croître pour  $t = 28$  secondes. Le résultat confirme celui de la figure IV.20 où la chute de charge n'est pas assez significative pour représenter le crochet de traction dans le cas de la solution 1. Dans le cas des paramètres du modèle, on remarque que la croissance est d'abord importante puis ralentit ce qui permet une meilleure simulation des résultats expérimentaux.

Au niveau de la rupture, une valeur de  $q_1$  élevée permet d'obtenir une rupture sur les points de gauss où la condition  $f_R = 1/q_1$  est remplie. C'est le cas de la solution 1 ( $q_1 = 1.55$ ) où le taux de porosité augmente progressivement jusqu'à ce qu'il atteigne une valeur critique qui induit la rupture des éléments. Le taux de triaxialité dans ce cas ne peut plus être déterminé. Dans le cas de la solution 2 ( $q_1 = 0.8$ ), le taux de porosité se stabilise sans entraîner la rupture des éléments. Si on s'intéresse à l'évolution du taux de triaxialité des contraintes  $\tau$ , on constate que le taux de porosité est tel que  $\tau$  décroît très vite dans la zone endommagée. Dans le cas des paramètres retenus pour le modèle, le début de croissance des porosités induit une diminution de  $\tau$  qui se stabilise vers 1.2, puis diminue de nouveau dès que le taux de porosité est trop élevé. Le maximum de  $\tau$  se situe au centre de l'éprouvette jusqu'à environ  $f = 0.6$ , puis se délocalise au dessus de la zone fortement endommagée.

La figure IV.25 donne le profil des taux de porosité pour les trois cas étudiés précédemment.



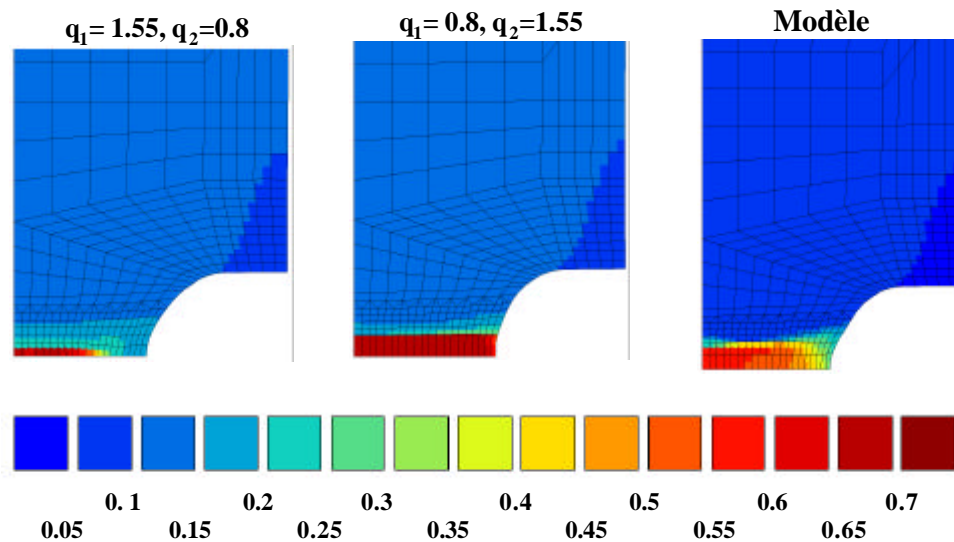


Figure IV.25 Observations de la localisation de l'endommagement pour une AEO.8 sollicitée en traction à 0.05 mm/s, à 20°C, pour différents jeux de paramètres  $q_1$  et  $q_2$

Ainsi, la prise en compte de l'évolution de l'endommagement en fonction de la déformation plastique principale permet :

- De reproduire le ralentissement de l'endommagement volumique observé expérimentalement
- De tenir compte indirectement de l'anisotropie probable de la forme des cavités, qui d'abord sphériques s'orientent dans la direction de sollicitation, limitées par l'étirement des chaînes. Cette anisotropie est indiquée notamment par le ralentissement de l'endommagement
- D'éviter la chute de charge trop importante liée à la forte valeur initiale de  $q_2$ .

#### C.IV Prise en compte du rhéodurcissement

On rappelle que la fonction d'écroissage choisie est de la forme (19) :

$$R = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) + A(\exp(Bp) - 1)$$

avec à 20°C  $R_0 = 10$  MPa ;  $Q = 40$  MPa,  $b = 75$ ,  $A = 11$  MPa,  $B = 1.6$ .

Il est nécessaire de signaler que dans les calculs présentés sur la figure IV.24, la fonction d'écroissage présentée en (19) est prise en globalité, c'est à dire que les paramètres A et B ont été choisis afin de représenter le rhéodurcissement des fibrilles en fin d'essai. Par la diminution progressive de  $q_2$ , la croissance limitée des porosités par étirement de la matière est prise en compte. Par l'utilisation du second écroissage, l'augmentation de rigidité due aux fibrilles et aux cristallites orientés est également représentée. Ces deux modifications par rapport au modèle original permettent de représenter les essais de traction sur éprouvettes entaillées, c'est à dire de retranscrire les évolutions microstructurales du PVDF en cours de déformation.

Pour faciliter l'écriture, on propose  $R = R_0 + (1) + (2)$ , avec (1) :  $Q(1 - \exp(-bp))$ , et (2) :  $A(\exp(Bp) - 1)$ . La figure IV.26 ci-dessous montre l'importance des deux écroissages en fonction de la déformation viscoplastique.

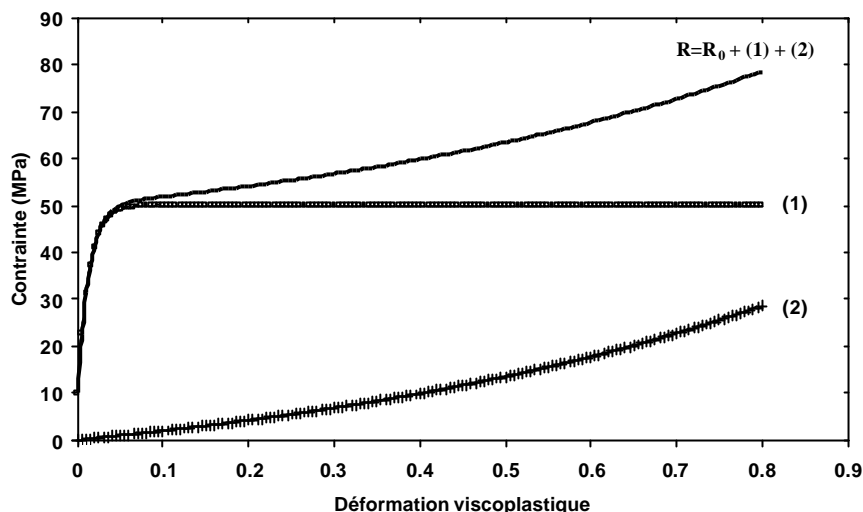


Figure IV.26 Décomposition de la fonction d'érouissage en fonction de la déformation viscoplastique, pour les paramètres  $R_0$ ,  $Q$ ,  $b$ ,  $A$  et  $B$  identifiés à  $20^\circ\text{C}$

Les figures IV.27 et IV.28 présentent l'influence des paramètres  $A$  et  $B$  sur les courbes de traction d'éprouvettes AE, en comparaison avec la courbe expérimentale. Ces calculs sont réalisés sur une éprouvette AE4, en pilotage de réduction diamétrale ( $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s). Le paramètre  $A$  a été choisi à une valeur de 11 MPa, la sensibilité des résultats est étudiée pour une variation de  $\pm 50\%$  de cette valeur (cf. Figure IV.27). Le paramètre  $B$  est identifié à 1.6, et les résultats sont présentés pour une variation de ce paramètre de  $\pm 25\%$  (cf. Figure IV.28). Sur cette dernière figure est indiqué également le résultat pour un calcul sans les paramètres de rhéodurcissement.

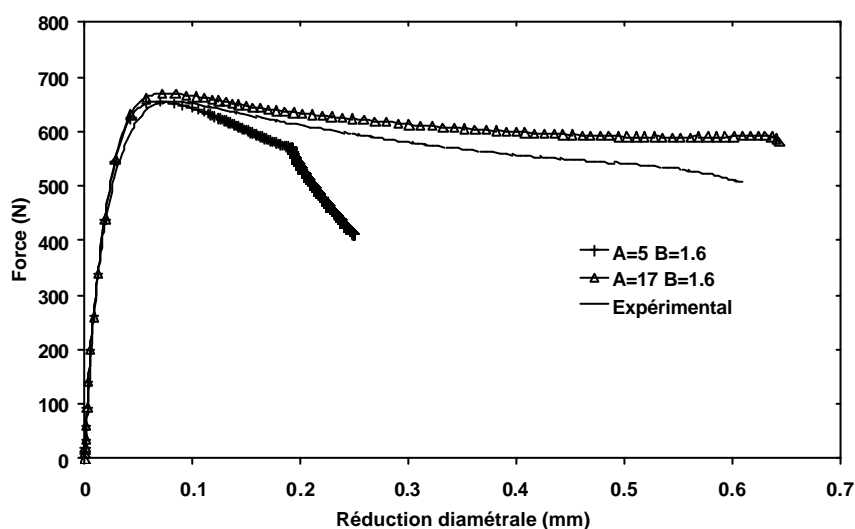


Figure IV.27 Etude de sensibilité du paramètre  $A \pm 50\%$ , AE4,  $20^\circ\text{C}$ , en vitesse de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

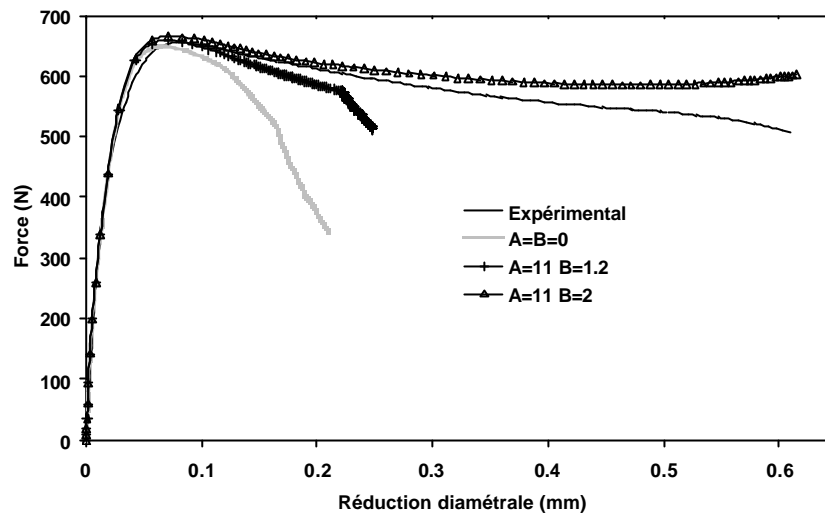


Figure IV.28 Etude de sensibilité du paramètre  $B$  +/- 25%, AE4, 20°C, en vitesse de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

Sans les paramètres de rhéodurcissement, la chute de charge est trop rapide. L'ajustement de A et B sur toutes les géométries indique que les paramètres les plus pertinents sont  $A = 11$  MPa et  $B = 1.6$ . Ils permettent de reproduire au mieux l'augmentation de rigidité liée à l'éirement de la matière.

### C.V Validation des paramètres de comportement et d'endommagement sur éprouvettes AE

Les différentes études de sensibilité réalisées précédemment vont être résumées dans ce paragraphe afin de montrer la bonne correspondance entre les résultats expérimentaux et les calculs par éléments finis.

Les essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont été réalisés à deux vitesses de réduction diamétrale ( $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s notée a,  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s notée b) et à une vitesse de déplacement LVDT ( $5 \cdot 10^{-2}$  mm/s). Les résultats pour le pilotage LVDT seront donnés en annexe A.IV.2.

On rappelle le choix des différents paramètres :

Pour le comportement :  $K = 20$  MPa,  $n = 5$ ,  $R_0 = 10$  MPa,  $Q = 40$  MPa,  $b = 75$ ,  $A = 11$  MPa,  $B = 1.6$

Pour l'endommagement :

$$q_1 = 0.8$$

$$q_2 = 1.55 \text{ pour } p_1 < 0.2$$

$$q_2 = (1 + \exp(-3p_1)) \text{ pour } p_1 \geq 0.2$$

Les éléments constitutifs des géométries sont des éléments axisymétriques à intégration réduite. La figure IV.29 indique les résultats pour l'AE4, la figure IV.30 indique les résultats pour l'AE1.6 et la figure IV.31 indique les résultats pour la géométrie AE0.8. Les résultats des calculs sont en trait gras et les résultats expérimentaux en trait+symbole.

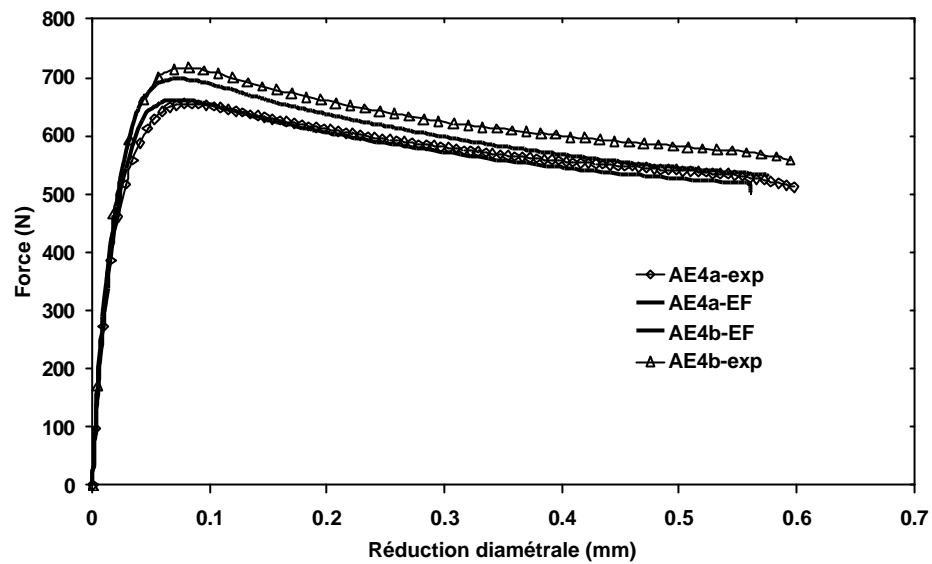


Figure IV.29 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE4, à 20°C, pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s (b)

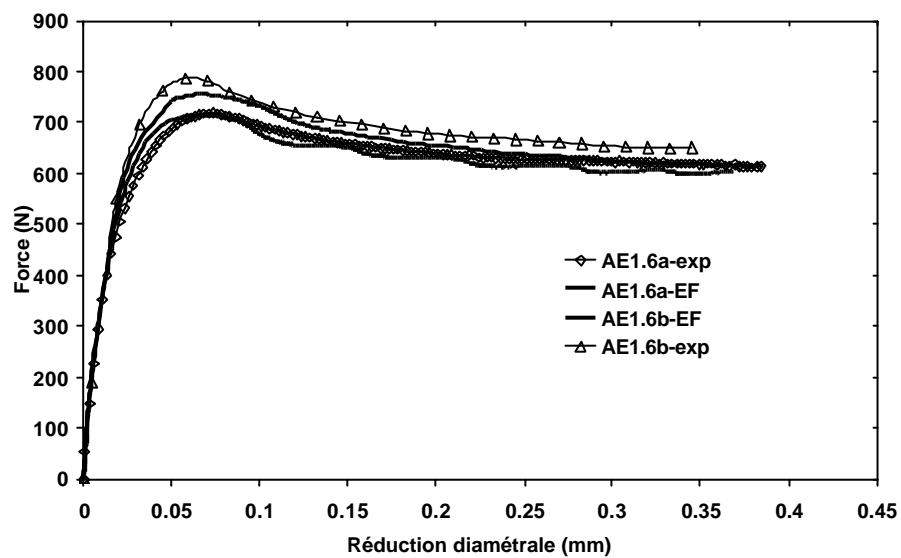


Figure IV.30 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE1.6, à 20°C, pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s (b)

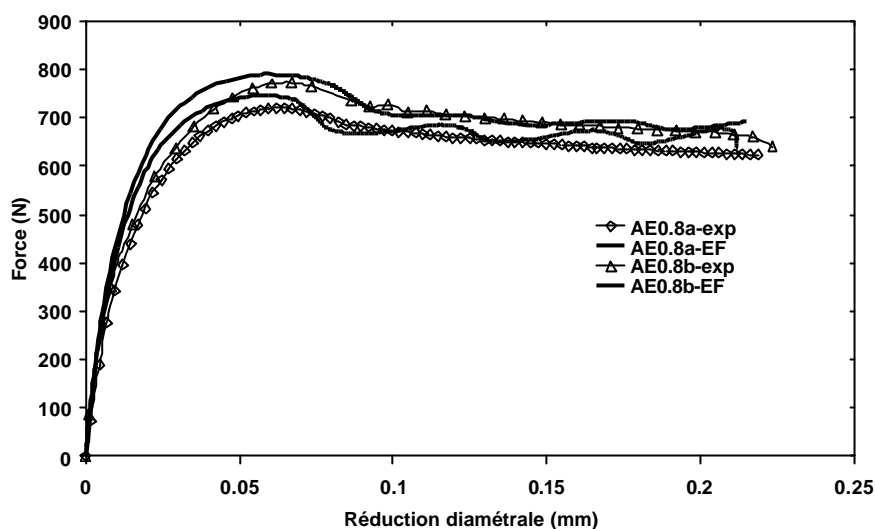


Figure IV.31 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE0.8, à 20°C, pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s (b)

Les comparaisons indiquent que dans tous les cas l'adoucissement après la force maximale est bien reproduit. Dans certains cas, comme par exemple, pour les éprouvettes AE0.8, le calcul par éléments finis donne un crochet trop marqué. Cependant, l'ensemble de ces résultats est issu d'un compromis général entre tous les essais et toutes les géométries. L'accord est donc très satisfaisant avec les expériences.

La rigidité du matériau en fin d'essai est également bien reproduite, surtout pour la vitesse de réduction diamétrale la plus faible (a). Pour la vitesse notée (b), la force est légèrement sous-estimée en fin d'essai.

Pour les calculs où le chargement est en vitesse de réduction diamétrale, l'utilisation de la routine liant le déplacement global de l'éprouvette et la réduction diamétrale peut imposer certaines difficultés de convergence dans le calcul. Ces difficultés sont renforcées par les conditions imposées sur  $q_2$ . Ces difficultés s'observent notamment par des pas de calculs très faibles.

La réponse macroscopique indique également des oscillations de la charge sur les courbes force-réduction diamétrale et notamment aux plus faibles vitesses de réduction diamétrale. Ce résultat sera d'autant plus marqué que le rayon de courbure sera faible. Les mêmes résultats expérimentaux ont été obtenus, mais les oscillations sur la force étaient moins prononcées. Etant donné que les courbes expérimentales présentes sur les figures IV.29 à IV.31 sont moyennées, ces oscillations ne sont plus visibles. Expérimentalement, elles sont dues au temps de réponse de la machine, qui fonctionne en utilisant un PID. Le LVDT impose le déplacement en fonction de la consigne indiquée pour la vitesse de réduction diamétrale. Si par exemple la réduction diamétrale est plus importante que la consigne, le LVDT va imposer une vitesse de déplacement plus faible. La vitesse de réduction diamétrale va alors être inférieure à la consigne, d'où cette fois-ci la nécessité d'une augmentation de la vitesse du LVDT. Ce phénomène est essentiellement vrai dans la seconde partie de la déformation c'est à dire après la localisation de la déformation dans l'entaille. Dans cette zone, le matériau se rigidifie et le LVDT doit sans cesse ré-augmenter la vitesse de déplacement pour imposer la bonne vitesse de réduction diamétrale. En revanche, pour les essais réalisés en pilotage LVDT (cf. Annexe IV.2), les oscillations sont absentes.

Ces oscillations sont d'autant plus marquées que le taux de triaxialité est élevé. Cela s'explique par la localisation de la déformation dans une zone d'autant plus étroite que le rayon de courbure est faible. Etant donnée la longueur du montage et la taille de la zone entaillée, il semble assez évident qu'un faible incrément de déplacement global va provoquer une réduction diamétrale plus importante dans le cas de l'AE0.8 que pour l'AE4. Ainsi, la sensibilité au changement de vitesse LVDT sera plus grande

pour les plus petits rayons de courbure, ce qui explique que les oscillations soient plus marquées sur les éprouvettes AE1.6 et AE0.8.

L'hypothèse est faite que les mêmes remarques expliquent les oscillations dans le calcul numérique, qui traduit assez bien la réponse expérimentale. Sur la figure IV.32 est indiqué l'évolution de la réponse LVDT numérique, comparée à la réponse LVDT obtenue expérimentalement.

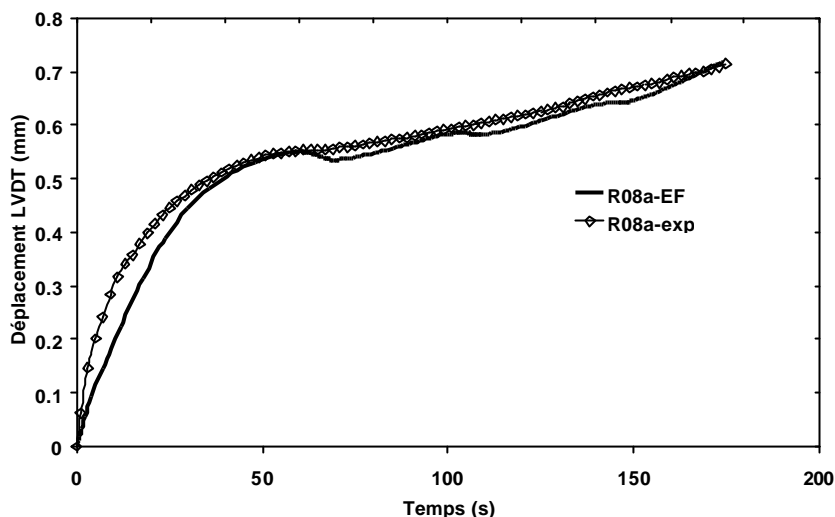


Figure IV.32 Evolution de la réponse LVDT numérique par rapport à la réponse LVDT expérimentale, AE0.8 à 20°C

Juste à titre de comparaison, on propose sur la figure IV.33 les mêmes résultats que la figure IV.32 mais avec cette fois sans utiliser la routine, mais en utilisant le déplacement LVDT. Celui-ci est introduit point par point dans les conditions de chargement. Son évolution permet normalement d'avoir une vitesse de réduction diamétrale constante. Comparativement avec la figure IV.31, les résultats indiquent qu'il y a nettement moins d'oscillations sur la courbe force-réduction diamétrale. Ce résultat est logique puisque la routine n'est pas utilisée. Cependant, même avec le chargement issu du LVDT, on s'aperçoit que le moindre changement de pente de la vitesse de déplacement induit des oscillations sur la force. Si on regarde l'évolution de la réduction diamétrale censée être constante, on constate que bien qu'elle suive globalement la bonne vitesse, celle-ci n'est pas constante mais oscille autour de la réduction diamétrale expérimentale.

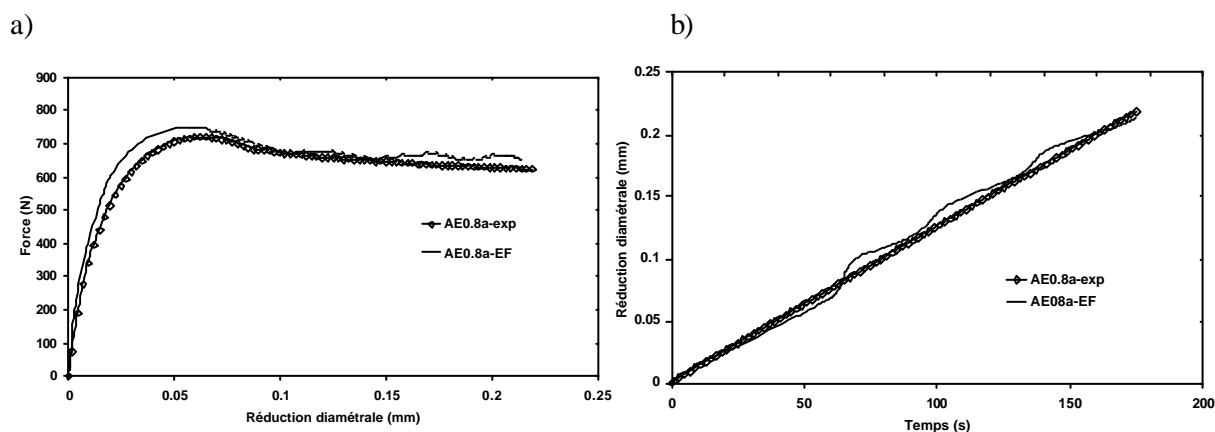


Figure IV.33 (a) Courbes force-réduction diamétrale, (b) Vitesse de réduction diamétrale, pour AE0.8, pilotage LVDT fonction de la réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$ , à 20°C

Ainsi, parce qu'on souhaite reproduire exactement les essais en pilotage de vitesse de réduction diamétrale constante, on utilise la routine dans les calculs en sachant que les oscillations sur la force sont dues au mode de chargement, difficile à reproduire par le calcul.

Enfin concernant la saturation de la charge entre l'AE0.8 et l'AE1.6, le modèle prévoit une force maximale légèrement supérieure pour l'éprouvette de plus petit rayon de courbure. Cependant, le fort endommagement introduit par la valeur  $q_2$  élevée permet néanmoins de se rapprocher de la tendance expérimentale.

## D. Détermination de la déformation volumique par calculs par éléments finis

Les essais mécaniques réalisés sur éprouvettes lisses et éprouvettes entaillées ont permis de calculer expérimentalement une augmentation de volume des éprouvettes en traction. La variation de volume directement liée à l'endommagement permet de vérifier la validité des paramètres d'endommagement choisis pour le modèle. Afin de vérifier que le modèle GTN employé ici confirme ces résultats, on utilise dans un premier temps les éprouvettes lisses et dans un second temps les éprouvettes entaillées. Il faut rappeler que pour les éprouvettes lisses, les mesures de déformation volumique ont été faites avant la localisation de la striction. Pour les éprouvettes entaillées au contraire, la mesure de la déformation volumique est faite dans l'entaille, c'est à dire dans la zone où se localise la déformation.

### D.1 Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume sur éprouvettes lisses

Dans le chapitre II, les mesures de variation de volume sur éprouvettes lisses ont indiqué que pour 20% de déformation (c'est à dire avant striction), l'augmentation de volume pouvait être estimée à 3 %. Ces mesures ont été effectuées sur une éprouvette lisse testée à  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à partir de la mesure de la déformation longitudinale et de la déformation latérale suivant la largeur de l'éprouvette.

Pour le calcul par éléments finis, on utilise un élément de volume de type linéaire, à intégration réduite (c2d4r, c'est à dire 4 nœuds et 1 point de gauss). Le calcul est réalisé en conditions de contraintes planes. La réponse expérimentale est ensuite comparée au calcul numérique en se basant sur les déformations longitudinale et latérale (cf. Figure IV.34).

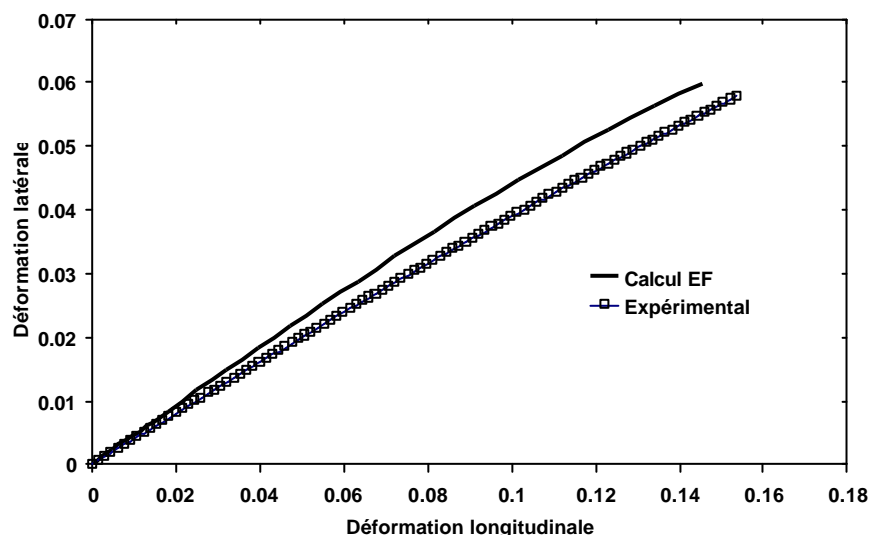


Figure IV.34 Déformation latérale en fonction de la déformation longitudinale, expérimentales et simulées, sur éprouvettes lisses, à  $20^\circ\text{C}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

L'accord entre les deux courbes est très acceptable (environ 8 % d'écart) compte-tenu de l'écart type expérimental qui était d'environ 5 %.

## D.II Utilisation du modèle GTN pour déterminer la variation de volume pour des éprouvettes entaillées

Expérimentalement, la variation de volume sur éprouvettes entaillées a été déterminée sur deux géométries, AE4 et AE0.8. On rappelle que cette mesure s'est faite en déterminant d'abord optiquement lors d'un essai de traction quelle zone dans l'entaille était réellement concernée par le blanchiment. Considérant que le blanchiment provient de l'étirement de la matière et de la croissance des cavités, on se base sur son évolution pour estimer la variation de volume. Ces premières observations avaient indiqué que le blanchiment concernait 2 mm dans la hauteur de l'entaille pour une AE4 et 0.9 mm pour une AE0.8, en sachant que le milieu de cette zone est la section minimale de l'éprouvette (cf. Chapitre II, Figures II.34, 35, 36).

Une fois cette zone pré-déterminée, elle est coloriée en noir avant essai. Le mode de chargement est en vitesse de déplacement LVDT (0.05 mm/s), sachant que l'extensomètre ne peut pas être placé dans la zone entaillée. Par acquisition d'images, on suit la déformation de la zone noircie. Par analyses d'images après essai, le changement de volume est calculé (cf. Annexe IV.4). Par cette méthode, une augmentation de volume expérimentale de 30% est obtenue pour l'AE4 et environ 60% pour l'AE0.8, avant rupture.

### D.II.1 Calcul du volume par post-processeur

Afin de déterminer par EF la variation de volume sur la même zone qu'expérimentalement, on définit un ensemble d'éléments (appelé elset dans le code de calcul Zébulon) qui aura les mêmes dimensions que la zone peinte en noire. La figure IV.35 indique les elsets choisis pour les géométries AE4 et AE0.8.

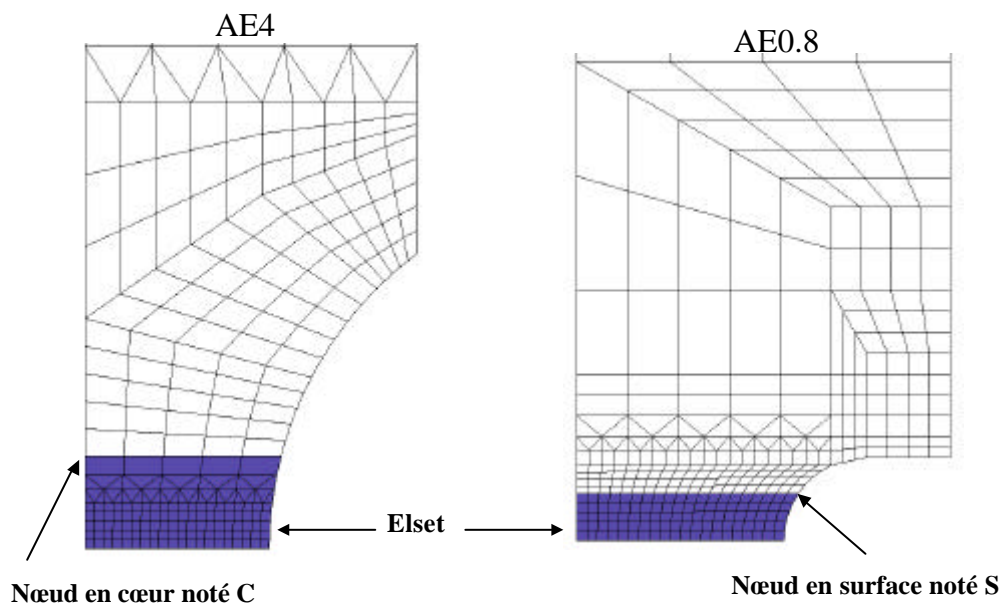


Figure IV.35 Elsets choisis pour les géométries AE4 et AE0.8

La détermination de la variation de volume se fait à l'aide d'un post-processeur, après le calcul relatif à l'essai de traction. Le post-processeur calcule la variation de volume de chaque élément à partir de la déformation aux points de gauss, pour aboutir à la variation de volume sur l'ensemble du elset. Expérimentalement, la déformation surfacique a été assimilée à la déformation volumique (on admet l'isotropie dans la section de l'éprouvette). Numériquement, le calcul donne la variation volumique exacte (éléments axisymétriques), ce qui permet de mettre en évidence l'erreur qui est faite en considérant que la mesure surfacique égale la mesure volumique (cf. Figure IV.36).



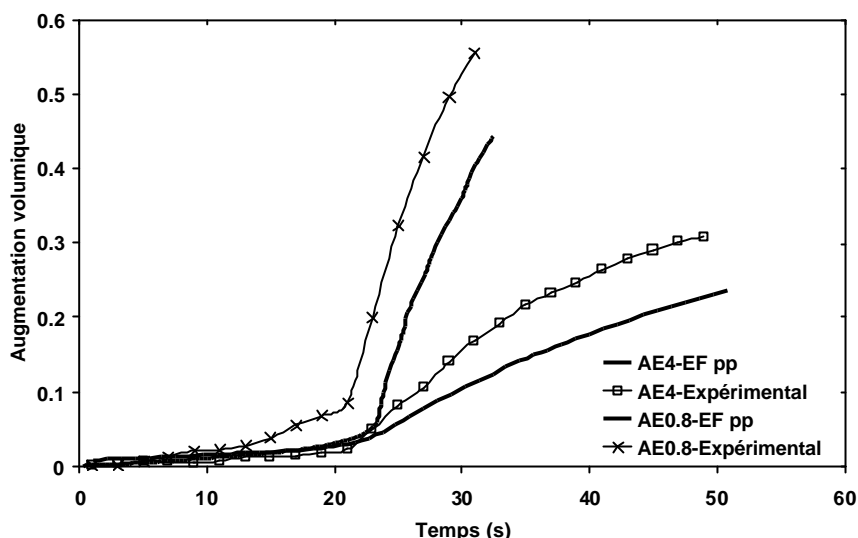


Figure IV.36 Augmentations volumiques obtenues à l'aide du post-traitement (pp) par rapport aux résultats expérimentaux, AE4 et AE0.8, 20°C, 0.05 mm/s

On rappelle que le début de l'augmentation de volume correspond à la localisation de la déformation dans l'entaille. Les résultats indiquent que les mesures surfaciques surestiment d'environ 20% les mesures de déformations volumiques. Cependant dans cet écart, l'erreur liée à la non correspondance exacte du calcul et de l'expérience n'est pas connue. Pour déterminer cette erreur, on compare dans un second temps les déformations surfaciques expérimentales et calculées.

## D.II.2 Calcul du volume à l'aide du déplacement des nœuds

A l'aide du maillage on peut accéder à la comparaison directe avec l'expérience en utilisant le déplacement du nœud situé en surface (noté S sur la figure IV.35). Pour cela, si on considère que la zone noircie expérimentale peut être assimilée à deux troncs de cône accolés par leur petite base, l'elset représenté sur la figure IV.35 correspondra à la moitié d'un tronc de cône. Le volume d'un tronc de cône est donné par la formule (21) ci-dessous. Il est possible alors avec cette formule de déterminer l'évolution du volume de l'elset à partir de l'évolution de h, R, et r. En multipliant ce volume par 4 pour retrouver la totalité de la zone noircie, il est possible de comparer avec les résultats expérimentaux.

$$Volume = \frac{ph(R^2 + r^2 + Rr)}{3} \quad (21)$$

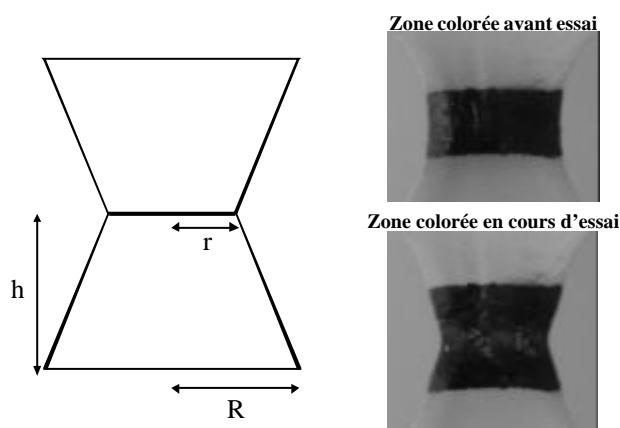


Figure IV.37 Modélisation de la zone endommagée par deux prismes

Expérimentalement, la variation de volume a été déterminée par analyse d'images, mais également en utilisant la formule (21) afin de vérifier que l'hypothèse de la forme en deux troncs de cône accolés était correcte. Les deux méthodes ont fourni des résultats équivalents.

La géométrie axisymétrique permet d'accéder aux déplacements longitudinaux en surface (nœud S) et en cœur d'éprouvette (nœud C). A l'aide de cette formule (21), on calcule d'abord l'augmentation de volume en prenant comme hauteur  $h$  la valeur issue du déplacement longitudinal du nœud S. On procède ensuite au même calcul en prenant cette fois-ci comme valeur de  $h$  le déplacement longitudinal du nœud C. Ces calculs visent à déterminer la différence d'augmentation de volume qui existe entre une mesure issue de la surface et une mesure issue du cœur.

Les résultats sont présentés pour l'AE4 (a) et l'AE0.8 (b) sur la figure IV.38.

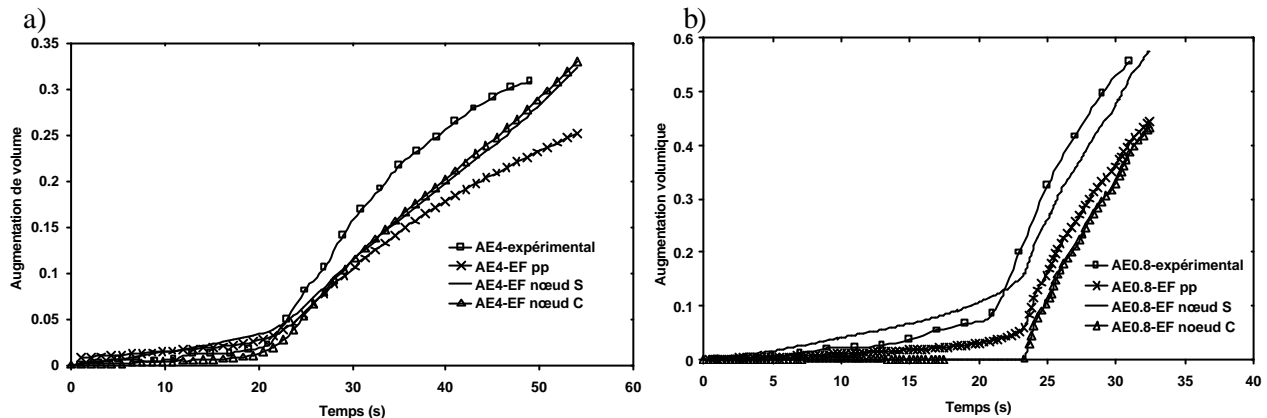


Figure IV.38 Comparaison de l'évolution de la déformation volumique suivant que le déplacement est pris en surface ou en cœur, par rapport aux résultats expérimentaux obtenus à 20°C, et 0.05 mm/s, et par rapport au calcul par post-processeur, AE4 (a) et AE0.8(b)

Une distinction assez nette doit être faite suivant le type d'éprouvette. Pour l'AE4, peu de différences sont obtenues entre la déformation volumique basée sur le déplacement du nœud S et celle issue du déplacement du nœud C. En revanche, on observe une meilleure correspondance avec l'expérience, en sachant que l'écart entre les deux est dû aux erreurs expérimentales de détermination du volume et à la non correspondance parfaite du modèle aux mesures. En revanche, il est à noter que si le calcul du post-processeur sous-estime le volume, il reproduit bien la diminution de la pente. Il traduit donc le ralentissement de la croissance des cavités.

Concernant l'AE0.8, la mesure de la variation de volume issue du déplacement du nœud S donne de meilleurs résultats avec l'expérience. Celle issue du nœud C indique que la déformation volumique serait nettement plus faible en cœur d'éprouvette. C'est ce que traduit en partie le calcul en post-processeur. On notera un léger décalage dans le temps relatif au début de l'augmentation de volume pour l'AE0.8. Concernant les calculs précédents, les erreurs de mesures expérimentales expliquent sans doute les écarts par rapport au modèle. Afin de vérifier maintenant que les profils des éprouvettes déformées correspondent qualitativement à ceux des calculs par EF, on choisit de comparer les éprouvettes avant rupture, pour l'éprouvette AE4 (cf. Figure IV.39) et AE0.8 (cf. Figure IV.40).

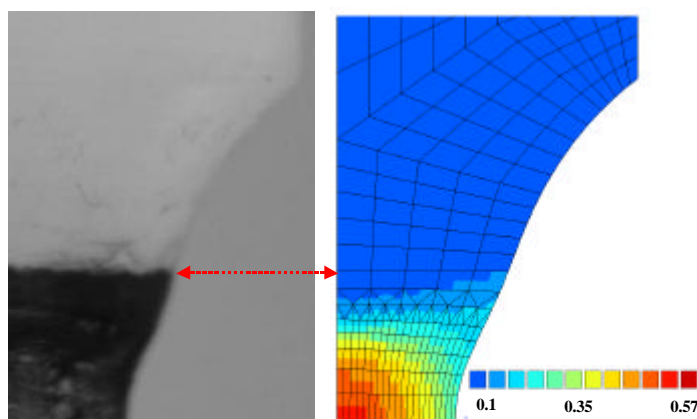


Figure IV.39 Comparaison des profils de déformation en surface pour l'AE4 avant rupture, 20°C et 0.05 mm/s

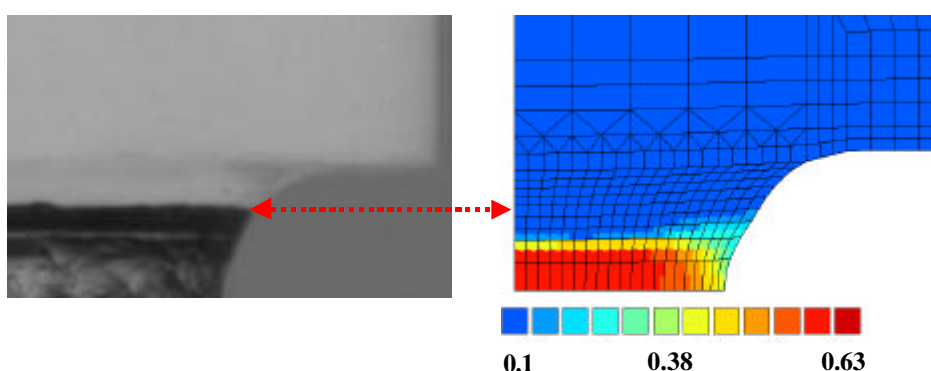


Figure IV.40 Comparaison des profils de déformation en surface pour l'AE0.8 avant rupture, 20°C et 0.05 mm/s

Les deux figures précédentes indiquent une bonne reproduction du profil de déformation expérimentale par le calcul par EF. Les iso-valeurs représentées correspondent au taux de porosité dans le matériau, la couleur rouge correspondant au taux de porosité le plus élevé. On peut constater que la hauteur de la zone noircie a sans doute été surestimée si on se base sur les résultats EF. Il semble que la zone réellement concernée par le blanchiment soit plus confinée. Les éléments au centre de l'éprouvette sont très étirés et traduisent ainsi le fort allongement des fibrilles dans cette zone très endommagée.

Si maintenant on regarde le profil des éléments dans l'épaisseur, on s'aperçoit essentiellement sur l'AE0.8 que les éléments situés sur le haut de l'elset en cœur sont moins déformés que ceux situés au bord. Il semble donc bien qu'il y ait un profil d'endommagement lié à la triaxialité plus importante dans l'éprouvette qu'en surface. L'erreur commise en mesurant la déformation surfacique pourrait donc s'expliquer par le schéma suivant qui indique le profil d'endommagement dans l'éprouvette suivant l'épaisseur (cf. Figure IV.41).

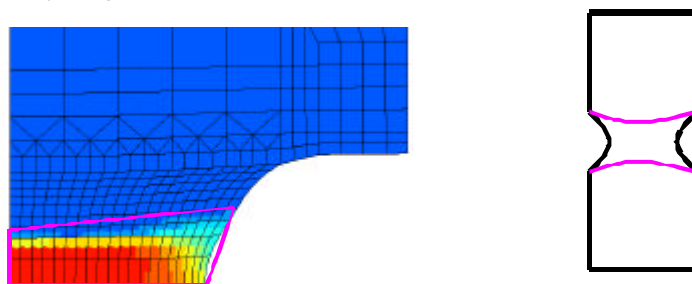


Figure IV.41 Profil d'endommagement volumique d'une éprouvette AE0.8 dans l'épaisseur

### D.II.3 Utilisation du déplacement du nœud S

En considérant les résultats précédents sur le calcul de volume, on décide de vérifier la validité des paramètres, à partir uniquement du déplacement du nœud S qui correspondra au déplacement longitudinal de la zone noircie prise dans sa partie haute. Cette validation permet de vérifier l'importance de la variation volumique dans la zone entaillée. Les résultats de comparaison sont donnés sur la figure IV.42, pour l'AE4 (a) et l'AE0.8 (b).

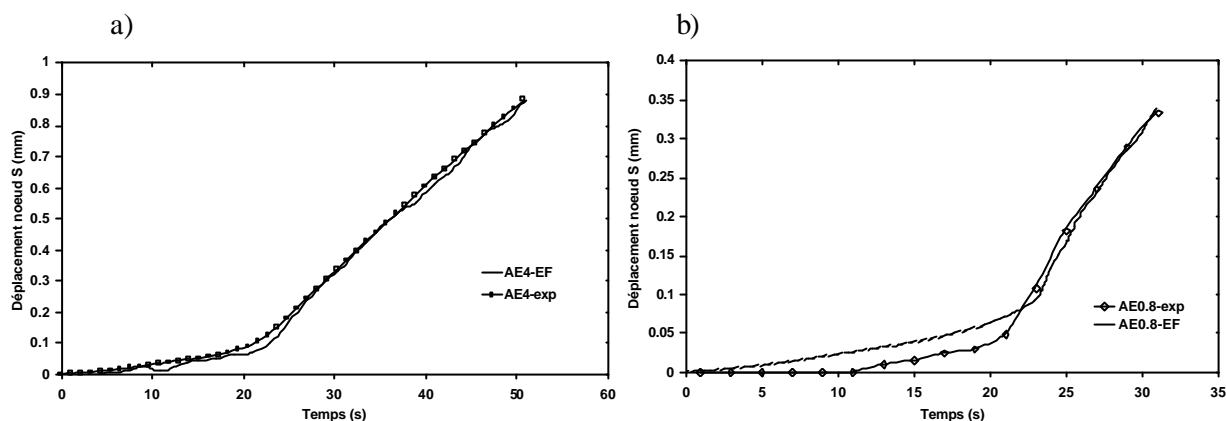


Figure IV.42 Comparaison des déplacements longitudinaux expérimentaux et calculés pour l'AE4 et l'AE0.8, 20°C, 0.05 mm/s

La comparaison entre les déplacements expérimentaux et calculés est correcte pour les deux géométries. L'étude de sensibilité des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  a également été réalisée sur les mesures volumiques et a permis de confirmer que les valeurs choisies pour simuler le crochet de traction rendaient compte de l'importance de l'endommagement.

## E. Utilisation du calcul de cellule

Le calcul de cellule est utilisé généralement pour justifier les valeurs des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  choisies. Dans le cas de la modélisation des matériaux métalliques utilisant le modèle GTN, ces calculs sont utilisés comme validation.

### E.I Principe du calcul de cellule

Les modifications du modèle de Gurson introduite par Tvergaard [Tvergaard, 1982] ont été principalement l'introduction des paramètres  $q_1$  et  $q_2$ . On rappelle que cette modification visait à tenir compte de l'interaction possible des cavités. De nombreux auteurs ont cherché à calibrer ces paramètres afin de rendre compte des résultats expérimentaux [Faleskog et al, 1998], [Gao et al, 1998ab], [Kim et al, 2004]. Ils se sont basés uniquement sur le comportement de matériaux métalliques et ils montrent que le choix de  $q_1$  et  $q_2$  se base entre autre sur la valeur du coefficient N d'érouissage défini par l'équation (22) et du rapport de la limite d'élasticité sur le module d'young.

$$\mathbf{e}_0 = \frac{\mathbf{s}_0}{E} \left( \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} \right)^{\frac{1}{N}} \quad (22)$$

Différentes études réalisées sur différents matériaux ont ainsi permis de vérifier que suivant les valeurs de  $q_1$  et  $q_2$ , il était possible de trouver un meilleur accord avec l'expérience.

Pour calibrer  $q_1$  et  $q_2$ , Gao et Faleskog utilisent la méthode suivante :

**Modèle 1** : il consiste à calculer le comportement d'une cellule à l'intérieur de laquelle est placée une cavité sphérique unique dont le volume correspond exactement au pourcentage volumique de cavités dans le matériau. Le calcul sur cette cellule est réalisé en tenant compte des caractéristiques élastiques et d'écroutissage de la matrice.

**Modèle 2** : il consiste en un calcul sur un élément de volume utilisant le modèle GTN, en considérant le taux de porosité initial du matériau

Les calculs sont réalisés à différents taux de triaxialité afin de voir l'influence de ce paramètre sur les valeurs de  $q_1$  et  $q_2$ . Ces travaux sont habituellement pris comme référence pour la détermination de  $q_1$  et  $q_2$ . Dans le cas du PVDF, il ne s'agira évidemment pas de reprendre les valeurs déterminées par la littérature étant donné que les paramètres matériaux sont complètement différents. Concernant le taux de porosité initial, les auteurs analysent une valeur de  $f_0$  comprise entre 0.001 et 0.01. Ils montrent également que la correspondance entre les deux modèles est moins bonne pour  $f_0 > 0.05$ . Or, pour le PVDF déplastifié, le taux de porosité initial est de 10 %. De plus, la loi utilisée pour décrire la courbe contrainte-déformation (22) ne décrit pas le comportement du PVDF, il faut utiliser une autre loi du type (23) :

$$\frac{\mathbf{e}}{\mathbf{e}_0} = \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} + \mathbf{a} \left( \frac{\mathbf{s}}{\mathbf{s}_0} \right)^{\frac{1}{N}} \quad (23)$$

Ainsi, sans chercher à comparer les valeurs données dans la littérature par rapport à nos propres valeurs, on va néanmoins réaliser les mêmes calculs à différents taux de triaxialité pour indiquer l'évolution de la forme des cavités, et expliquer pourquoi 10% de cavités dans une matrice ne peut se simplifier à une cavité unique représentant 10% du volume.

## E.II Application de la méthode au cas du PVDF

La même méthode que celle décrite précédemment va être employée. On s'intéresse d'abord au modèle 1 qui nécessite de construire une cellule axisymétrique de volume  $V$  contenant une cavité sphérique dont le volume  $V_f$  correspond au pourcentage volumique de cavités.

Ainsi, sachant qu'il y a avant essai 10% de cavités dans le matériau :  $\frac{V_f}{V} = 0.1$  avec  $V = \pi R^2 \cdot 2H$  et

$V_f = \frac{4}{3}\pi r^3$ . En prenant  $H = R = 1$  mm, on obtient  $V = 6.28$  mm<sup>3</sup>, donc  $V_f = 0.628$  mm<sup>3</sup>, d'où  $r = 0.531$  mm

La Figure IV.43 représente la cellule avec le maillage utilisé. La cellule est chargée avec une vitesse de déplacement constante ( $1.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>) dans la direction axiale et la pression radiale est contrôlée pour avoir un taux de triaxialité constant. Les calculs sont réalisés avec un taux de triaxialité de 0.33, 1 et 2.

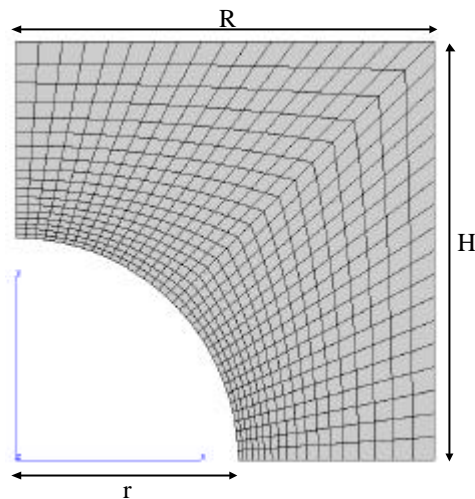


Figure IV.43 Maillage utilisé pour le modèle 1

Les calculs correspondants aux modèles 1 et 2 sont réalisés simultanément (i.e. pour la même histoire de chargement) et permettent de montrer une réelle différence entre les deux modèles. La figure IV.44 présente la comparaison entre le modèle 1 (noté Cell sur les courbes) et le modèle 2 (noté RVE). Les différences entre les deux modèles s'expliquent très bien par le taux anormalement élevé de porosité dans le matériau.

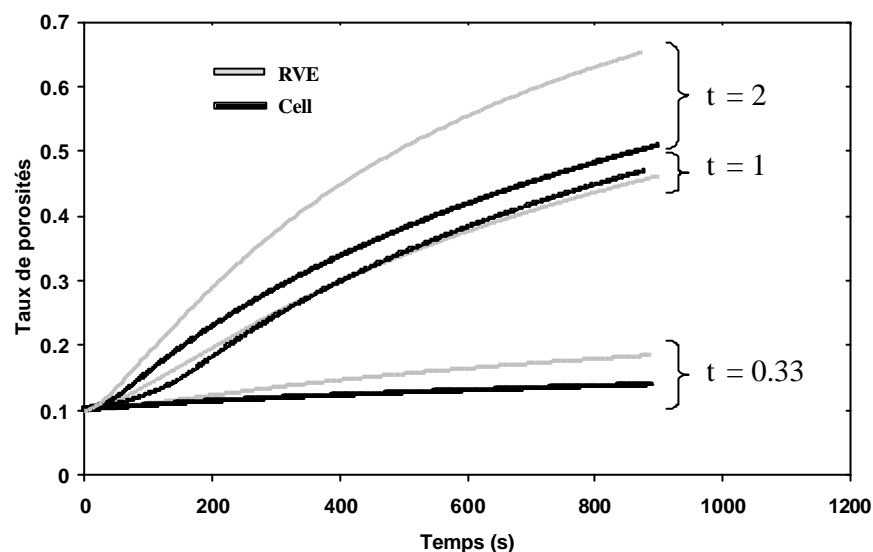


Figure IV.44 Taux de porosité en fonction du temps obtenus par les deux modèles, pour trois taux de triaxialité 0.33, 1 et 2.

Les courbes indiquent que la correspondance est bonne entre les deux modèles uniquement pour un taux de triaxialité  $\tau$  de 1. Pour  $\tau = 0.33$ , la correspondance est moins bonne mais s'explique par le fait que le modèle de Gurson implique une croissance sphérique de cavités, or si on regarde sur la figure IV.45, on s'aperçoit que pour cette valeur de  $\tau$ , la cavité est très allongée. Ce résultat explique également pourquoi le modèle de Gurson est moins pertinent pour les essais uniaxiaux (traction ou compression).

Pour le taux de triaxialité de 2, on remarque également un écart important entre les deux modèles. Dans ce cas, la cavité se développe sphériquement, donc on est dans un cas de validité du modèle de Gurson. Cependant, comme il a été montré dans les références citées précédemment, les paramètres  $q_1$

et  $q_2$  sont fonction du taux de triaxialité des contraintes et ils peuvent varier nettement en fonction de  $\tau$ .

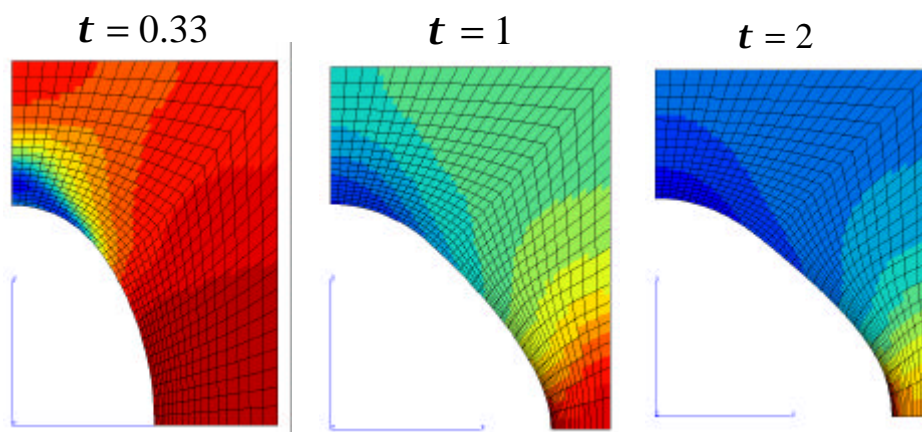


Figure IV.45 Isovaleurs de  $S_2$  à  $t = 250$  s pour  $t = 0.33$ ,  $t = 1$ ,  $t = 2$

Ainsi, les travaux de Kim et al indiquent que pour un taux initial de porosité considéré,  $q_1$  augmente dans un premier temps avec  $\tau$ , puis redescend après avoir atteint un maximum (cf. Figure IV.46a).  $q_2$  varie dans le sens contraire de  $q_1$ , puisqu'il ré-augmente aux grandes valeurs de triaxialité (cf. Figure IV.46b). La variation sera d'autant plus importante que la fraction initiale de cavités sera grande.

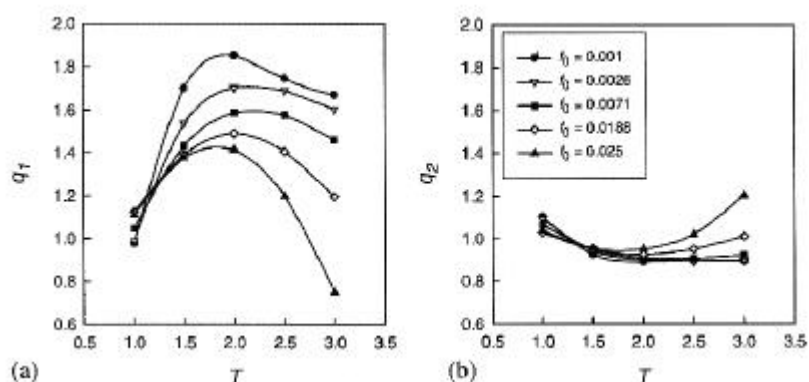


Figure IV.46 Influence de  $\tau$  sur les valeurs de  $q_1$  et  $q_2$  [Kim et al, 2004]

La validation des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  choisis est basée sur la comparaison entre le résultat du calcul GTN sur un RVE et le résultat d'un calcul viscoplastique sur une cellule unique ayant une cavité unique. Il est supposé que le volume de toutes les cavités présentes dans le matériau peut être assimilé à celui d'une cavité unique. Cette hypothèse est totalement remise en cause dès que le taux de porosité initial est important et que l'interaction entre les cavités n'est plus négligeable.

Le modèle GTN suppose également une croissance parfaitement sphérique des cavités. Or, pour les faibles taux de triaxialité des contraintes, la cavité devient plutôt ovale, ce qui introduit des erreurs par rapport aux prévisions du modèle.

Ainsi, sans avoir une confirmation quantitative de la validité des paramètres  $q_1$  et  $q_2$  choisis, les calculs de cellules ont permis de montrer pourquoi le modèle GTN n'était pas parfaitement pertinent aux faibles triaxialités. Ils ont permis de confirmer que les valeurs de  $q_1$  et  $q_2$  devaient en théorie être fonction de la triaxialité, d'autant plus que le taux initial de porosité était élevé. On retiendra

simplement de ces calculs qu'il n'y a pas de paramètres uniques pour représenter tous les résultats et surtout tous les états de contraintes. Les valeurs déterminées pour le PVDF permettent de moyenniser tous les effets rencontrés sur toutes les géométries, tout en donnant les bonnes tendances d'endommagement.

## F. Optimisation des paramètres à $-10^{\circ}\text{C}$ et $-50^{\circ}\text{C}$

Le travail d'études de sensibilité et de validation des paramètres a d'abord été réalisé à  $20^{\circ}\text{C}$ . Afin d'identifier l'évolution et la pertinence des paramètres à plus basses températures, on utilise comme précédemment les essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées. Dans les deux cas, des essais ont été réalisés à  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $-50^{\circ}\text{C}$ . Concernant les mesures de variation volumique, les essais n'ont été faits qu'à  $-10^{\circ}\text{C}$  sur éprouvettes lisses. Il sera alors nécessaire de postuler certaines hypothèses concernant l'endommagement du PVDF à basse température.

### F.I Résultats de la validation des paramètres de comportement à $-10^{\circ}\text{C}$

Les essais mécaniques réalisés au chapitre II ont montré une augmentation de la rigidité avec la diminution de température. L'augmentation de la pente viscoélastique, l'augmentation de la contrainte maximale et la diminution de la déformation à rupture ont notamment été constatées.

L'étude de sensibilité réalisée sur les paramètres de comportement a permis d'indiquer les changements nécessaires pour représenter le comportement à  $-10^{\circ}\text{C}$ . Il est nécessaire d'augmenter les valeurs de  $K$ ,  $n$ ,  $Q$  et  $b$ . En plus de ces modifications, la limite d'élasticité et le module d'Young sont augmentés avec la diminution de température.

Ainsi, les paramètres de comportement optimisés pour  $-10^{\circ}\text{C}$  sont :

$$E = 3\text{GPa}, R_0 = 20\text{MPa}, K = 25\text{MPa}, n = 7, Q = 48\text{MPa}, b = 75$$

La figure IV.47 indique les courbes expérimentales et simulées. Il n'est représenté que les deux vitesses de déformation les plus faibles ( $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Etant donné que les essais sur éprouvettes entaillées et éprouvettes fissurées ont été réalisés à ces mêmes vitesses, on considère comme à  $20^{\circ}\text{C}$  que seule la modélisation de ces vitesses est pertinente. Pour les essais réalisés à des vitesses 10 et 100 fois plus grandes, la contrainte maximale d'écoulement sera sous-estimée par le modèle GTN si on ne tient pas compte de l'évolution de  $E$  et  $R_0$  avec la vitesse.

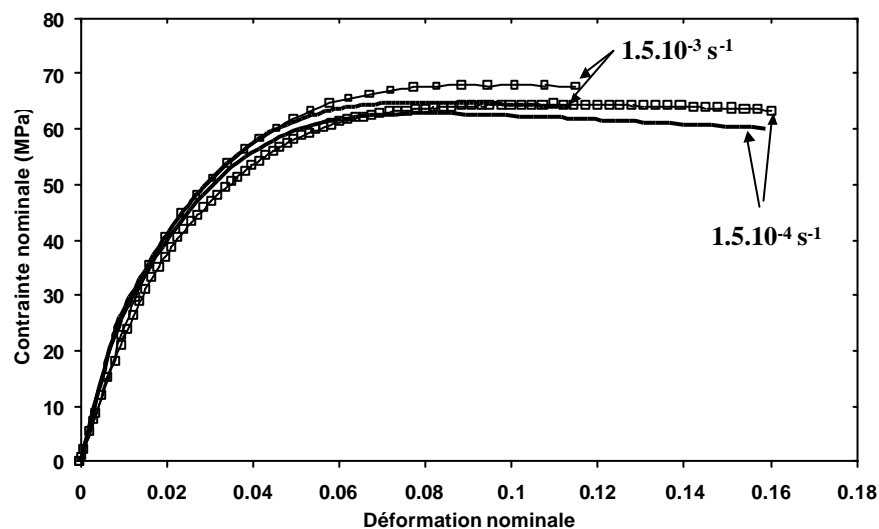


Figure IV.47 Résultats de la modélisation d'éprouvettes lisses, à  $-10^{\circ}\text{C}$ , à  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



## F.II Hypothèses et validation des paramètres du modèle sur éprouvettes entaillées à $-10^{\circ}\text{C}$

### F.II.1 Evolution de l'endommagement avec la diminution de température

Les observations macroscopiques ont indiqué que le blanchiment des éprouvettes diminuait considérablement avec la diminution de la température. Encore visible à  $-10^{\circ}\text{C}$  sur le faciès de rupture, le blanchiment des éprouvettes est quasi-inexistant à  $-50^{\circ}\text{C}$ . La diminution de température crée une diminution du volume libre des chaînes. La ductilité du matériau est fortement diminuée, les chaînes amorphes ne peuvent pas se débobiner aussi facilement qu'à  $20^{\circ}\text{C}$ . Pour les mêmes raisons, les cavités ne pourront pas croître aussi facilement, étant donné la rigidité du matériau avoisinant. Il a été observé qu'à basse température la déformation se localise sur une zone d'épaisseur plus faible. Ainsi, pour un même chargement imposé, la déformation est plus confinée, d'où une croissance locale des cavités plus rapide et plus importante qu'à  $20^{\circ}\text{C}$ . Cela peut expliquer en partie pourquoi l'augmentation de volume est plus rapide pour une éprouvette lisse testée à  $-10^{\circ}\text{C}$ , que pour la même éprouvette sollicitée à  $20^{\circ}\text{C}$ .

On choisit d'imposer une valeur de  $q_2$  initiale à  $-10^{\circ}\text{C}$  plus élevée qu'à  $20^{\circ}\text{C}$  afin de rendre compte de la croissance accélérée des cavités. Comme la matière se déforme moins, on choisit également de diminuer la valeur critique de déformation plastique principale limite  $p_1$ . On rappelle que cette valeur, au delà de laquelle  $q_2$  diminue avec la déformation plastique, a été fixée pour décrire la difficulté des cavités à croître de manière sphérique quand les chaînes amorphes s'étirent dans la direction de traction. On écrit ainsi  $q_2$  tel que (24) :

$$\begin{aligned} q_2 &= 1.65 \text{ pour } p_1 < 0.15 \\ q_2 &= (1 + \exp(-2.87p_1)) \text{ pour } p_1 \geq 0.15 \end{aligned} \quad (24)$$

La figure IV.48 suivante indique l'effet de la valeur de  $q_2$  et de la limite  $p_1$  sur la forme du crochet de traction, pour une éprouvette AE0.8 testée en vitesse de réduction diamétrale à  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$ . Les résultats du modèle utilisant l'équation (24) sont donnés en trait continu et les résultats expérimentaux sont représentés par un trait+carré. Si on reprend la valeur de  $q_2$  à  $20^{\circ}\text{C}$ , c'est à dire 1.55 pour une limite  $p_1$  fixée à 0.2, on surestime la largeur du crochet, de la même façon qu'avec  $p_1$  fixée à 0.15. En revanche, avec  $q_2$  fixée à 1.75, on surestime l'endommagement et la chute de charge est trop rapide.

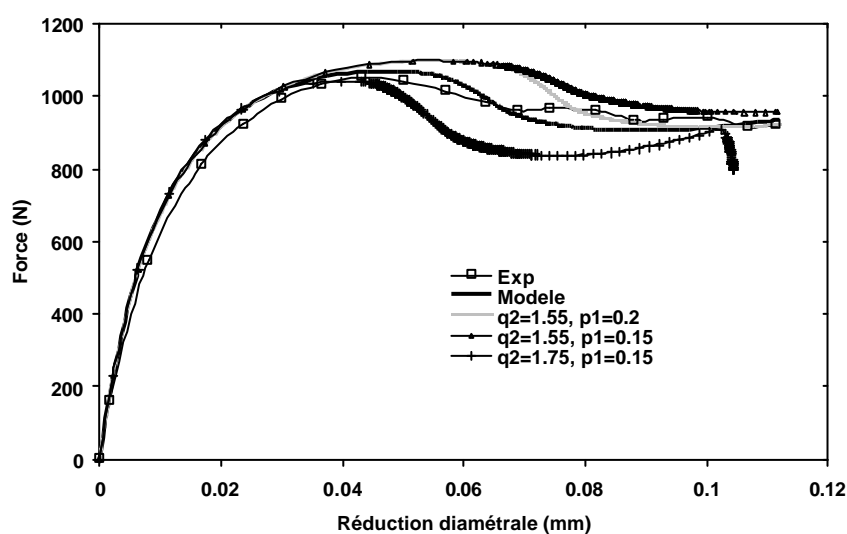


Figure IV.48 Résultats du calcul sur AE0.8 pour trois évolutions de  $q_2$  en vitesse de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s, à  $-10^\circ\text{C}$

Afin de justifier la valeur de  $p_1$  choisie à 0.15, la figure IV.49 indique le même calcul avec la même valeur de  $q_2$  pour deux autres valeurs de  $p_1$  : 0.2, valeur choisie à  $20^\circ\text{C}$  et 0.1. On observe que prendre  $p_1 = 0.1$  à  $-10^\circ\text{C}$  surestime la largeur du crochet de traction en sous-estimant l'importance de l'endommagement, et prendre  $p_1 = 0.2$  fait diminuer  $q_2$  trop tard, provoquant une chute de charge trop importante.

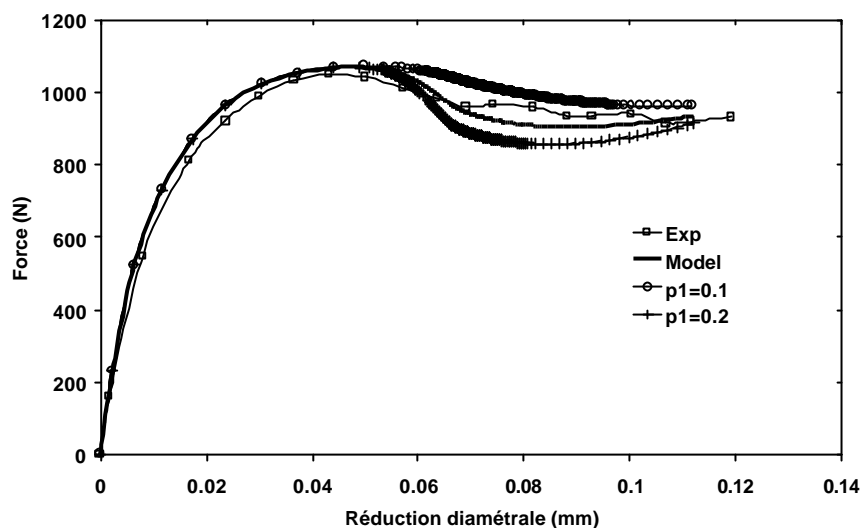


Figure IV.49 Résultats du calcul sur AE0.8 pour trois valeurs de  $p_1$ ,  $q_2 = 1.65$ , en vitesse de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s, à  $-10^\circ\text{C}$

On vérifie ainsi que les paramètres  $q_2$  et  $p_1$  choisis (24) sont les plus pertinents pour représenter les résultats expérimentaux. Concernant le second écrouissage décrivant le rhéodurcissement, on choisit de laisser les paramètres constants par rapport à  $20^\circ\text{C}$ , c'est à dire  $A = 11$  MPa et  $B = 1,6$ .

## F.II.2 Validation sur la variation volumique

Comme à  $20^\circ\text{C}$ , on détermine sur un volume élémentaire représentatif les déformations longitudinales et latérales à  $-10^\circ\text{C}$ . Les résultats sont ensuite comparés à ceux de l'expérience, réalisés à  $1,5 \cdot 10^{-3}$  s $^{-1}$  (cf. Figure IV.50).

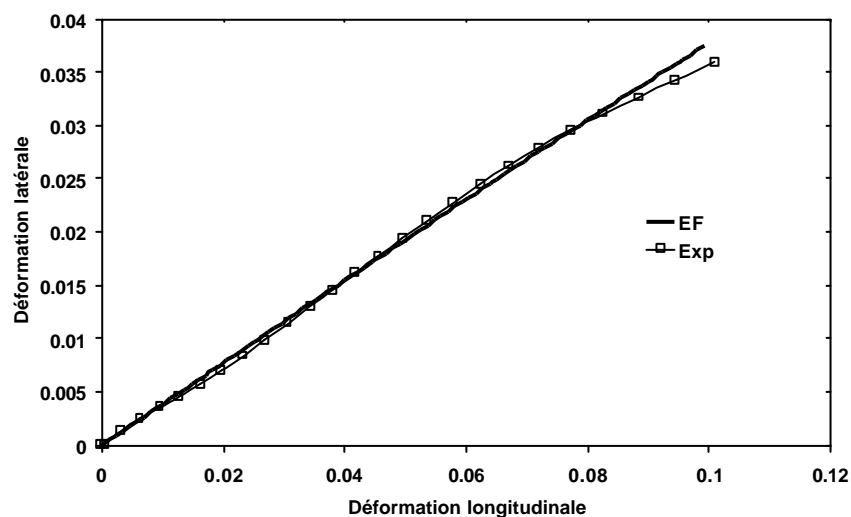


Figure IV.50 Déformation latérale en fonction de la déformation longitudinale, expérimentales et simulées, à  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

La correspondance entre les deux courbes est correcte. A cette température, on rappelle que l'augmentation de volume était de 2% pour 10% de déformation longitudinale.

### F.II.3 Validation sur éprouvettes axisymétriques entaillées

La validation sur éprouvettes AE se fait en utilisant les résultats sur les trois rayons de courbures étudiés : AE4 (cf. Figure IV.51), AE1.6 (cf. Figure IV.52) et AE0.8 (cf. Figure IV.53). La comparaison entre l'expérience et le modèle est faite pour les deux vitesses de réduction diamétrale étudiées  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$  (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$  (b).

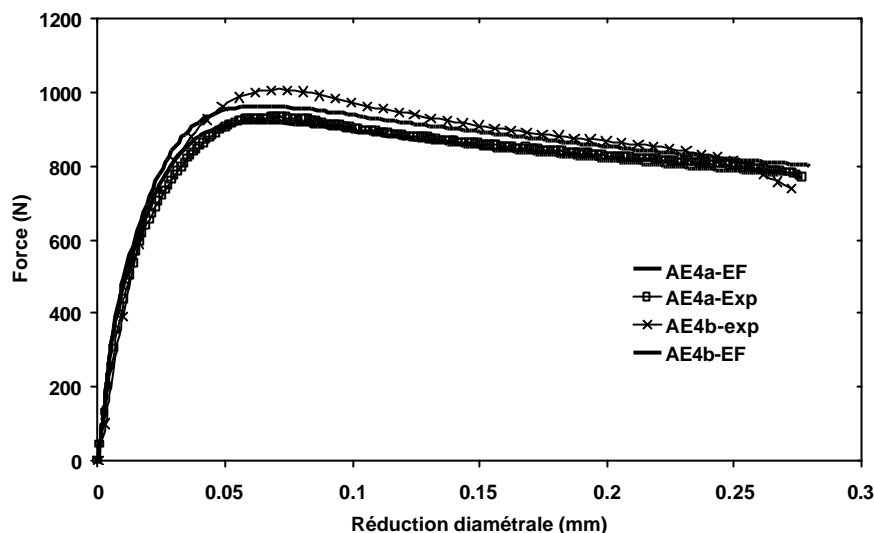


Figure IV.51 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE4 pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$  (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$  (b), à  $-10^{\circ}\text{C}$

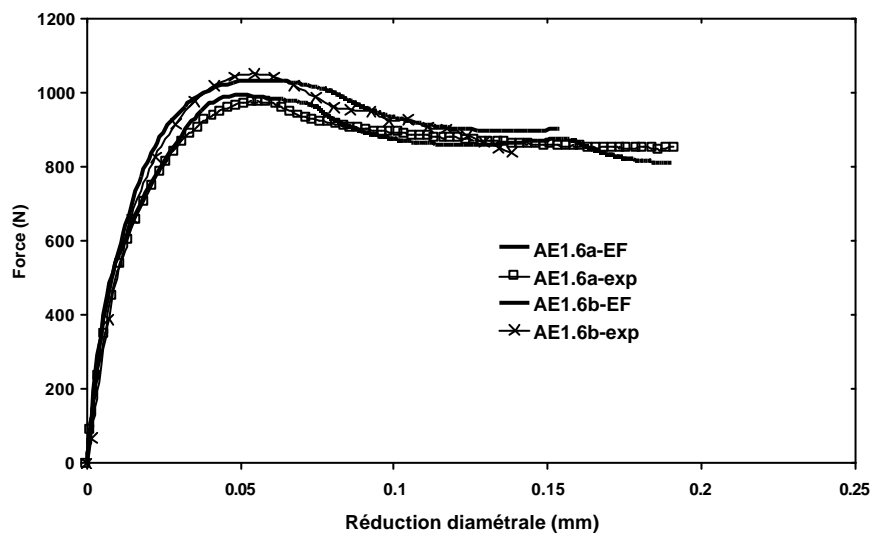


Figure IV.52 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE1.6 pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$  (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mm/s}$  (b), à  $-10^{\circ}\text{C}$

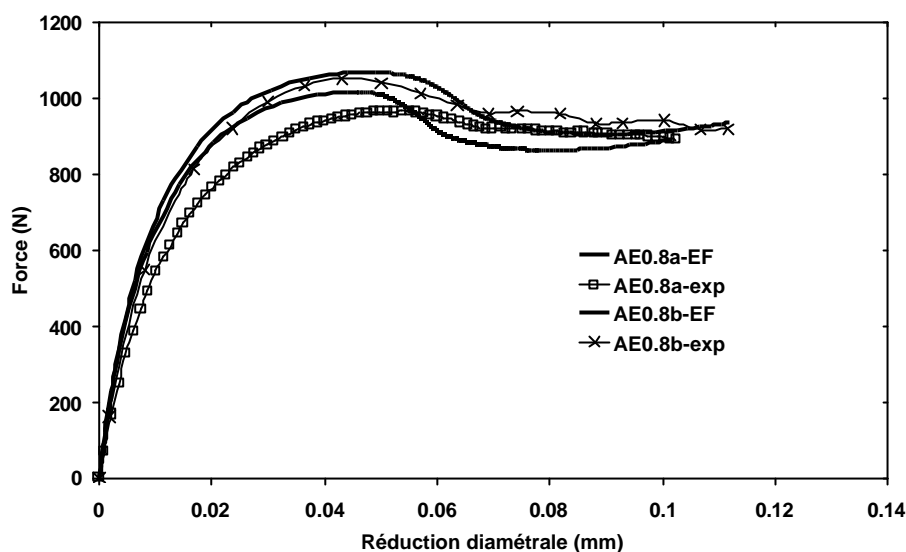


Figure IV.53 Comparaison des résultats expérimentaux et EF pour la géométrie AE0.8 pour deux vitesses de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s (a) et  $2,5 \cdot 10^{-2}$  mm/s (b), à  $-10^{\circ}\text{C}$

Plusieurs remarques concernant les courbes peuvent être faites :

Tout d'abord les oscillations sur les résultats des éprouvettes les plus entaillées sont toujours visibles. Comme à  $20^{\circ}\text{C}$ , on limiterait ces oscillations en entrant le chargement LVDT dans le calcul à la place de l'utilisation de la routine. Cependant, on choisit comme à  $20^{\circ}\text{C}$  de privilégier le bon suivi de la réduction diamétrale. En annexe sont données les courbes de comparaison pour différentes valeurs du coefficient de pénalisation (cf. Annexe IV.3).

La chute de charge simulée après la force maximale se fait parfois pour une déformation trop faible ou trop forte par rapport aux résultats expérimentaux. Ce résultat s'explique par le choix d'une limite  $p_1$  unique en fonction du type d'éprouvette. L'étude de sensibilité de ce paramètre réalisée précédemment a montré l'influence de sa valeur sur l'aspect de la courbe force-réduction diamétrale. Encore une fois, la valeur  $p_1$  choisie permet de moyenniser la déformation limite correspondante à la chute de charge.

On observe que le modèle retranscrit bien la saturation de la force maximale entre l'AE1.6 et l'AE0.8 pour les deux vitesses de réduction diamétrale. Il permet également de reproduire correctement l'évolution de la forme du crochet de traction avec le rayon de courbure.

### F.III Résultats de la validation des paramètres de comportement à $-50^{\circ}\text{C}$

Comme à  $-10^{\circ}\text{C}$ , les résultats expérimentaux utilisés ne sont que ceux réalisés aux plus faibles vitesses de déformation,  $1,5 \cdot 10^{-5}$  s $^{-1}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4}$  s $^{-1}$  et  $1,5 \cdot 10^{-3}$  s $^{-1}$ . A cette température d'ailleurs, on a montré au chapitre II notamment la grande évolution du module d'Young avec la vitesse. Il est alors évident que la non prise en compte de l'importance de la viscosité dans le modèle limite la validité d'un seul jeu de paramètres pour simuler le comportement à plusieurs vitesses.

La température de transition vitreuse étant de  $-42^{\circ}\text{C}$ , à  $-50^{\circ}\text{C}$  la phase amorphe peut être considérée comme totalement vitreuse. Ce changement de comportement explique en grande partie l'augmentation significative de rigidité.

Concernant les paramètres élastiques, il est possible de se référer au chapitre II (cf. Figure II.14) qui indiquait l'évolution de E avec la vitesse et la température. Compte tenu que la vitesse des essais sur

éprouvettes entaillées est faible ( $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), la valeur du module élastique choisie est de 3.5 GPa. Sur la figure II.19, il est évident que conserver une si faible valeur pour les essais réalisés à des vitesses supérieures n'est pas représentatif de la réalité physique. La même remarque peut être faite concernant la limite élastique qui varie également avec la vitesse à  $-50^\circ\text{C}$ . La figure IV.54 indique la modélisation des essais sur éprouvettes lisses en conservant les mêmes paramètres élastiques. La figure IV.55 indique la modélisation de ces mêmes essais en faisant varier les paramètres élastiques avec la vitesse (cf. Tableau IV.3). Sur ces figures, les résultats de la simulation sont en trait plein et les expériences sont représentées par des symboles.

Vitesse de déformation	$1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	$1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$E$ (GPa)	3.5	3.9	4.7
$R_0$ (MPa)	25	30	38

Tableau IV. 3 Paramètres élastiques à  $-50^\circ\text{C}$  en fonction de la température

Les autres paramètres de comportement augmentent également et sont donnés dans le tableau IV.4 avec un récapitulatif des paramètres aux trois températures c'est à dire  $20^\circ\text{C}$ ,  $-10^\circ\text{C}$  et  $-50^\circ\text{C}$ .

Température	Paramètres de comportement						Paramètres d'endommagement	
	$E$ (GPa)	$K$ (MPa)	$n$	$R_0$ (MPa)	$Q$ (MPa)	$b$	$q_2$	$p_1$
$20^\circ\text{C}$	2	20	5	10	40	75	1.55	0.2
$-10^\circ\text{C}$	2.5	25	7	20	48	75	1.65	0.15
$-50^\circ\text{C}$	3.5	40	7	30	82	75	1.85	

Tableau IV. 4 Paramètres de comportement et d'endommagement à  $20^\circ\text{C}$ ,  $-10^\circ\text{C}$  et  $-50^\circ\text{C}$

On choisit d'augmenter  $K$  et  $Q$ , pour représenter l'augmentation de rigidité et l'augmentation de la contrainte maximale. Les paramètres  $n$  et  $b$  sont gardés constants avec la diminution de température.

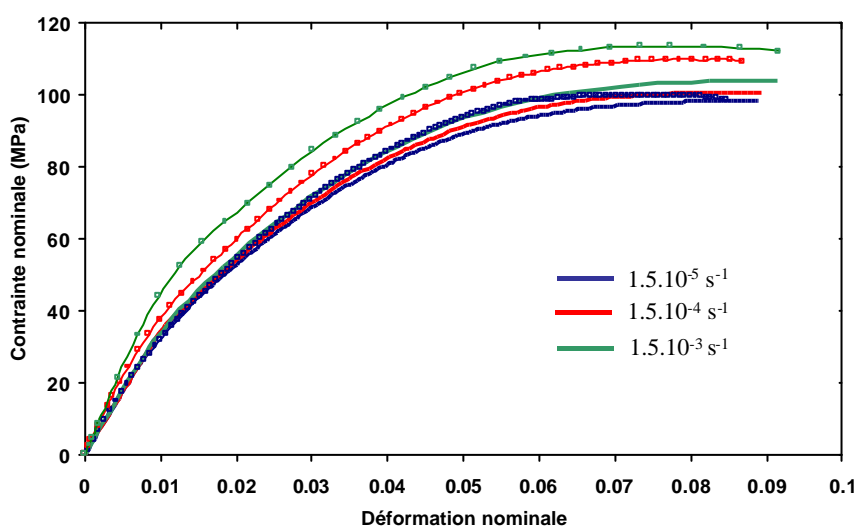


Figure IV.54 Résultats de la modélisation du comportement sur éprouvettes lisses à  $-50^\circ\text{C}$ , avec  $E$  et  $R_0$  constants, pour trois vitesses de déformation  $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

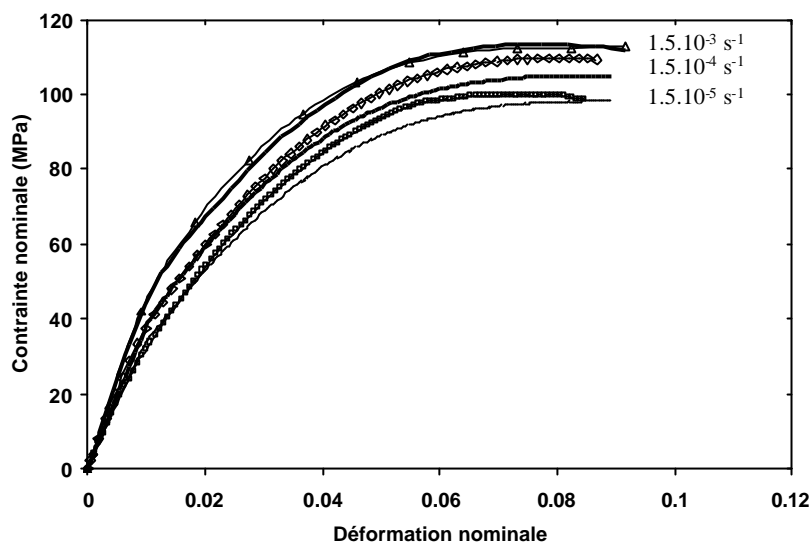


Figure IV.55 Résultats de la modélisation du comportement sur éprouvettes lisses à  $-50^{\circ}\text{C}$  avec  $E$  et  $R_0$  variant pour trois vitesses de déformation  $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Les résultats indiquent l'importance d'ajuster la valeur de  $E$  et de  $R_0$  sur les résultats de comportement.

#### F.IV Prise en compte de l'endommagement à $-50^{\circ}\text{C}$ : Validation sur éprouvettes AE

Comme à  $-10^{\circ}\text{C}$ , il est postulé que l'endommagement concerne une zone très réduite de la section minimale et que la diminution de température impose une déformation très localisée. Cette forte localisation aboutit à un endommagement local très rapide. Pour représenter ce résultat,  $q_2$  est augmenté. Les résultats expérimentaux ont indiqué qu'il n'y avait pratiquement pas de déformation après la charge maximale. La force chute très rapidement indiquant une rupture brutale. Ainsi, à la différence des modélisations à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$ , la valeur de  $q_2$  est conservée constante et ne diminue pas au-delà d'une certaine déformation plastique principale limite. A cette température, la rigidité de la matière est telle que la croissance des cavités ne sera pas assez importante pour être limitée par l'étirement des fibrilles, qui lui même sera très faible.

Les paramètres de rhéodurcissement ne sont pas changés, à basse température l'allongement de la matière étant limité, il est postulé qu'il n'y aura pas de rhéodurcissement. La valeur de  $q_1$  est conservée à 0.8.

Compte-tenu de la rapidité des essais à ces basses températures, les vitesses de réduction diamétrale ( $1 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$  et  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$ ) sont plus faibles qu'à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$ . La figure IV.56 indique les résultats expérimentaux et simulés à  $1 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$  et la figure IV.57 indique les résultats expérimentaux et simulés à  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$ . On a choisi ici de présenter sur les courbes les résultats pour une même vitesse pour les trois rayons de courbure (AE4 en bleu, AE1.6 en rouge et AE0.8 en vert). Cette comparaison permet de montrer que la chute de charge est d'autant plus rapide que le rayon de courbure diminue. On montre encore ici l'augmentation de fragilité avec la triaxialité.

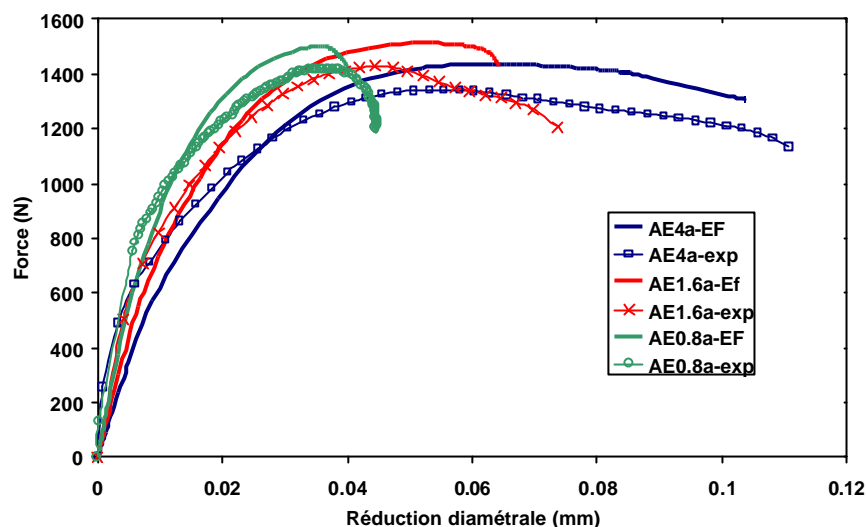


Figure IV.56 Résultats de la modélisation des AE4, AE1.6 et AE0.8 en vitesse de réduction diamétrale à  $1.10^{-3}$  mm/s, à  $-50^{\circ}\text{C}$

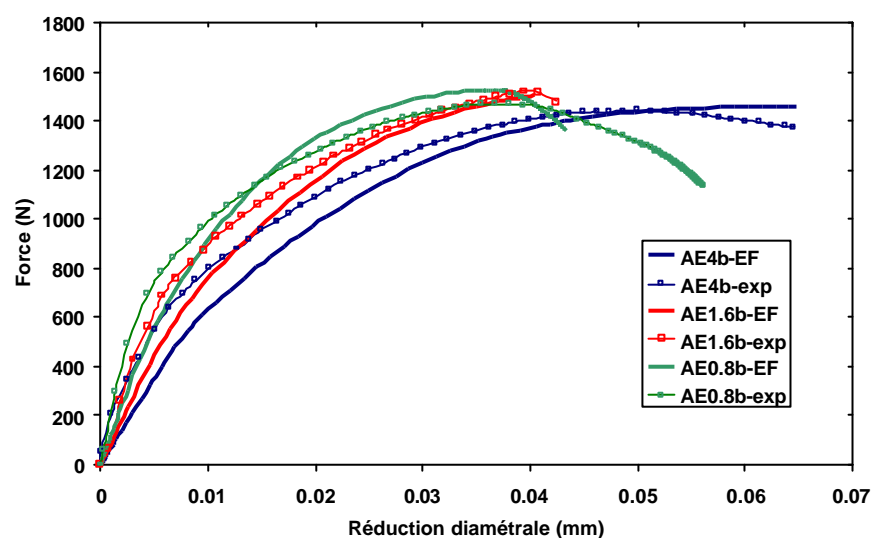


Figure IV.57 Résultats de la modélisation des AE4, AE1.6 et AE0.8 en vitesse de réduction diamétrale à  $2,5.10^{-3}$  mm/s, à  $-50^{\circ}\text{C}$

La figure IV.57 indique d'abord que la valeur unique des paramètres élastiques n'est pas une hypothèse de calcul correcte à  $-50^{\circ}\text{C}$  puisque comme pour les éprouvettes lisses, il n'est pas possible de représenter l'augmentation de la rigidité avec l'augmentation de la vitesse. Il serait alors nécessaire d'ajuster  $E$  et  $R_0$ . Néanmoins le modèle retranscrit très correctement la saturation de la charge observée entre l'AE1.6 et l'AE0.8. Il permet même à  $-50^{\circ}\text{C}$  de tenir compte de l'évolution de l'endommagement. La valeur de  $q_2$  constante durant tout le calcul permet de rendre compte de l'absence de plateau de charge pour les AE0.8. La forme des courbes est également très bien reproduite.

Expérimentalement, il a été observé un confinement de la déformation avec la diminution de la température tout comme une diminution du blanchiment à rupture. La figure IV.58 suivante indique

l'importance et la localisation de l'endommagement à travers de taux de porosité  $f$ , pour une éprouvette AE4 sollicitée en vitesse de réduction diamétrale à  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s, à  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-10^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$ .

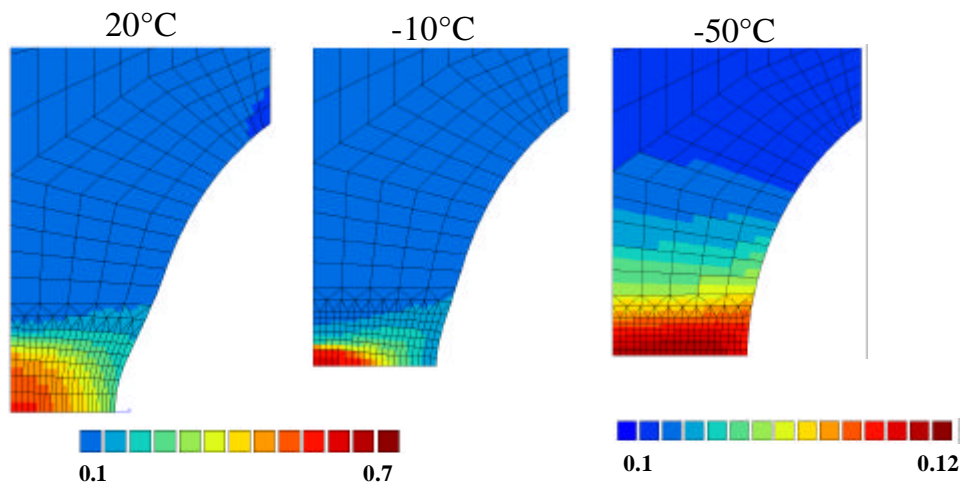


Figure IV.58 Localisation de l'endommagement à  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-10^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$  sur AE4, pour une vitesse de réduction diamétrale de  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

Les résultats du calcul par EF indiquent le confinement de la déformation, qui se réduit aux deux premières rangées d'éléments à  $-50^\circ\text{C}$ . Les valeurs de porosité à  $-50^\circ\text{C}$  montrent que très peu d'endommagement s'est créé dans l'AE4 avant rupture. La position du maximum de porosité change également avec la température. On remarque qu'à  $20^\circ\text{C}$  à rupture  $f$  est maximum au centre de l'éprouvette, au même endroit que le maximum de triaxialité. A  $-50^\circ\text{C}$ , il se délocalise sur toute la section utile. On verra dans le chapitre V le lien entre la localisation de l'endommagement calculée et les lieux d'amorçage de la rupture.

### Conclusion

Le modèle couplé Gurson-Tvergaard-Needleman est généralement employé sur les matériaux métalliques pour décrire l'endommagement par cavitation, en représentant les phases de germination, croissance et coalescence. Le modèle est employé ici avec succès sur un polymère semi-cristallin.

Le comportement est décrit en utilisant une vitesse de déformation viscoplastique de type Norton et un double écrouissage isotrope. Le premier écrouissage représente la déformation des phases cristallines et amorphes pour les déformations viscoplastiques inférieures à 0.1, le second écrouissage permet de décrire la phase de rhéodurcissement observée sur les éprouvettes AE aux grandes déformations. Le rhéodurcissement est le résultat d'un étirement important des fibrilles et de l'orientation de la phase cristalline.

L'endommagement est décrit en utilisant les paramètres  $q_1$  et  $q_2$ . La valeur de  $q_1$  est fixée à 0.8 et  $q_2$  est choisi comme dépendant de la déformation plastique principale  $p_1$ . Pour  $p_1 < 0.2$ , la croissance des cavités est importante et est représentée par une valeur élevée de  $q_2 = 1.55$ . Pour  $p_1 > 0.2$ , la croissance des cavités est limitée par l'étirement de la matière entourant les cavités. La limite  $p_1$  est choisie arbitrairement comme étant la déformation à partir de laquelle la matrice se renforce par étirement des chaînes. Cette limite traduit également le ralentissement de l'endommagement volumique lié à l'étirement des chaînes qui gênent l'expansion isotrope des cavités. Celles-ci s'orientent alors préférentiellement dans la direction de sollicitation. Le modèle GTN tel qu'il est



employé ici ne permet pas en théorie de reproduire l'anisotropie de forme des cavités. Cependant, l'introduction d'une évolution de  $q_2$  avec la déformation plastique permet indirectement d'en rendre compte.

Dans la modélisation de l'endommagement, on ne considère que la phase de croissance des cavités, sans la phase de germination bien que celle-ci ait été mise en évidence sur du PVDF plastifié. On postule que sur les 10% de cavités initiales, toutes ne vont pas croître. Ainsi, l'endommagement calculé par le modèle à partir de la croissance des 10% de porosités initiales sera considéré comme représentatif de la phase de croissance d'une partie des cavités et de la phase de germination.

L'optimisation des paramètres de comportement sur éprouvettes lisses a été effectuée à plusieurs vitesses de déformation. La validation des paramètres de comportement a ensuite été réalisée sur les éprouvettes axisymétriques entaillées, ainsi que l'optimisation des paramètres d'endommagement. La comparaison entre l'expérimentale et la simulation a été menée à  $-50^\circ\text{C}$ ,  $-10^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$ . La diminution de température induit une augmentation de la rigidité, qui est prise en compte dans le modèle en augmentant la valeur des paramètres de comportement. A  $-50^\circ\text{C}$ , le confinement de la déformation induit une augmentation locale de la croissance des porosités, qui est prise en compte en augmentant la valeur initiale de  $q_2$ . Les paramètres de rhéodurcissement ne sont pas changés suivant la température.

Les calculs sur éprouvettes lisses ont indiqué que le modèle ne permettait pas de représenter correctement l'influence de la viscosité et notamment que les forces issues des essais réalisés à de grandes vitesses de déplacement étaient sous-estimées. Ce résultat s'explique par l'utilisation dans la loi d'une seule vitesse de déformation plastique. Il serait sans doute judicieux d'introduire une seconde composante viscoplastique pour bien différencier le comportement de la phase amorphe et celui de la phase cristalline.

Le modèle GTN suppose un endommagement sphérique, il est pour cela en général employé pour des sollicitations multiaxiales. L'utilisation de ce modèle pour identifier les paramètres de comportement sur éprouvettes uniaxiales est donc discutable. Cependant, avec 10% de cavités initialement présentes dans le matériau, il n'est pas possible de s'affranchir de l'endommagement. En compression, le modèle prévoit une fermeture continue des cavités alors qu'expérimentalement elle sature assez rapidement entraînant une augmentation de la rigidité. Le modèle n'est donc pas a priori très pertinent en compression uniaxiale.

Il va s'agir désormais de s'intéresser à la rupture. Le dernier chapitre va permettre de valider les paramètres sur deux structures fissurées sollicitées en traction et en flexion. L'analyse des résultats numériques va permettre de proposer différents mécanismes de rupture suivant le type de géométrie et suivant la température. L'ensemble devra être lié aux observations microscopiques présentées au chapitre III, afin de proposer un critère de rupture pertinent.

- [**Beremin, 1981**] : F.M. Beremin, Cavity formation from inclusions in ductile fracture of A508 steel, Metallurgical transactions, 1981, 12A, p. 723-731
- [**Besson et al, 2001**] : J. Besson, D. Steglich, W. Brocks, Modeling of crack growth in round bars and plane strain specimens, International journal of solids and structures, 2001, 38, p. 8259-8284
- [**Brown et Embury, 1973**] : L.M. Brown, J.D. Embury, The initiation and growth of voids at second phase particles, in : Microstructure and design of alloys, Proc. 3<sup>rd</sup> International conference on strength of metals and alloys, Cambridge, p. 164-169, 1973, Inst. of metals
- [**Budiansky et al, 1982**] : B. Budiansky, J.W. Hutchinson, S. Slutsky, Void growth and collapse in viscous solids, in : Mechanics of solids, The Rodney Hill 60<sup>th</sup> anniversary volume, ed. H.G. Hopkins and M.J. Sewell, Pergamon, 1982, p. 13-45
- [**Castagnet, 1998**] : S. Castagnet, Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux, Thèse, Université de Poitiers, 1998
- [**Danielsson et al, 2002**] : M. Danielsson, D.M. Parks, M.C. Boyce, Three dimensional micromechanical modeling of voided polymeric materials, Journal of the mechanics and physics of solids, 2002, 50, 351-379
- [**Faleskog et al, 1998**] : J. Faleskog, X. Gao, C. Fong Shih, Cell model for nonlinear fracture analysis. I. Micromechanics calibration, International journal of fracture, 1998, 89, p. 355-373
- [**Gao et al, 1998a**] : X. Gao, J. Faleskog, C. Fong Shih, Cell model for nonlinear fracture analysis. II. Fracture process calibration and verification, International journal of fracture, 1998, 89, p. 375-398
- [**Gao et al, 1998b**] : X. Gao, J. Faleskog, C.F. Shih, R.H. Dodds, Ductile tearing in part through cracks : experiments and cell model predictions, Engineering fracture mechanics, 1998, 59, p. 761-777
- [**Gurson, 1977a**] : A.L. Gurson, Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth-I. Yield criteria and flow rules for porous ductile media, Journal of engineering materials and technology, 1977, 99, p. 2-15
- [**Gurson, 1977b**] : A.L. Gurson, Porous rigid-plastic materials containing rigid inclusions-yield function, plastic potential, and void nucleation, in : Fracture 1977, international conference of fracture, ed. D.M.R. Taplin, 1977, 2A, p. 357-364
- [**Hamouda, 2000**] : H. Ben Hadj Hamouda, Endommagement et fissuration en fluage de polyéthylènes extrudés : approche locale-approche globale, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000
- [**Hancock et Brown, 1983**] : J.W. Hancock, D.K. Brown, On the role of strain and stress-state in ductile failure, Journal of the mechanics and physics of solids, 1983, 31, p. 1-24
- [**Hancock et Mackenzie, 1976**] : J.W. Hancock, A.C. Mackenzie, On the mechanisms of ductile failure in high strength steels subjected to multi-axial stress-states, Journal of the mechanics and physics of solids, 1976, 24, p. 147-160
- [**Kim et al, 2004**] : J. Kim, X. Gao, T.S. Srivatsan, Modelling of void growth in ductile solids : effects of stress triaxiality and initial porosity, Engineering fracture mechanics, 2004, 71, p. 379-400
- [**Lazzeri et Bucknall, 1993**] : A. Lazzeri, C.B. Bucknall, Dilatational bands in rubber-toughened polymers, Journal of materials science, 1993, 28, p. 6799-6808

- [**Leblond et al, 1995**] : J.B. Leblond, G. Perrin, J. Devaux, An improved Gurson-type model for hardenable ductile metals, European journal of mechanics A./solids, 1995, 14, p. 499-527
- [**Lefebvre, 2002**] : X. Lefebvre, Fissuration fragile lente du polyamide 11 : mécanismes et durées de vie en fluage, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2002
- [**Lemaître, 1985**] : J. Lemaître, A continuous damage mechanics model for ductile fracture, Journal of engineering materials and technology, 1985, 107, p. 83-89
- [**McClintock, 1968**] : F.A. McClintock, A criterion for ductile fracture by growth of holes, Journal of applied mechanics, 1968, 35, p. 363-375
- [**Needleman et Rice, 1978**] : A. Needleman, J.R. Rice, Limits to ductility set by plastic flow localization, in : Mechanics of sheet metal forming, ed. D.P. Koistinen et al., 1978, Plenum, p. 237-267
- [**Puttick, 1959**] : D.E. Puttick, Ductile fracture in metals, Philosophical magazine, 1959, 4, p. 964-969
- [**Rice et Tracey, 1969**] : J.R. Rice, D.M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, Journal of the mechanics and physics of solids, 1969, 17, p. 201-217
- [**Rogers, 1960**] : H.C. Rogers, The tensile fracture of ductile metals, Transactions AIME, 1960, 218, p. 498-506
- [**Steenbrink et al, 1997**] : A.C. Steenbrink, E. Van der Giessen, P.D. Wu, Void growth in glassy polymers, Journal of the mechanics and physics of solids, 1997, 45, p. 405-437
- [**Tanguy, 2001**] : B. Tanguy, Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de la transition, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001
- [**Tvergaard, 1981**] : V. Tvergaard, Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions, International journal of fracture, 1981, 17, p. 389-407
- [**Tvergaard, 1982a**] : V. Tvergaard, Material failure by void coalescence in localized shear bands, International journal of solids and structures, 1982, 18, p. 659-672
- [**Tvergaard, 1982b**] : V. Tvergaard, Influence of void nucleation on ductile shear fracture at a free surface, Journal of the mechanics and physics of solids, 1982, 30, p. 399-425
- [**Tvergaard, 1982**] : : V. Tvergaard, On localization in ductile materials containing spherical voids, International journal of fracture, 1982, 18, p. 237-252
- [**Tvergaard et Needleman, 1984**] : V. Tvergaard, A. Needleman, Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar, Acta metallurgica, 1984, 32, p. 157-169
- [**Zhang et Hauge, 1999**] : Z. Zhang, H. Hauge, On the Gurson micro-mechanical parameters. In Panotin, T. and Shepard, S., editors, in Fatigue and Fracture mechanics : twenty-ninth volume, p. 364-383. ASTM STP 1332

## **Chapitre V : Modélisation de la rupture**

### **Sommaire**

<b>Introduction .....</b>	<b>211</b>
<b>A. Quelques pistes tirées de la littérature .....</b>	<b>211</b>
<b>B. Analyse de la rupture ductile pour les éprouvettes lisses et entaillées à 20°C .....</b>	<b>212</b>
B.I Critère en déformation plastique principale critique $p_c$ .....	214
B.II Compétition entre deux critères de rupture ductile suivant la triaxialité .....	215
B.III Conclusions sur les paramètres de rupture .....	219
<b>C. Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes DENT .....</b>	<b>219</b>
C.I Résultats des calculs en 2D sur éprouvettes DENT .....	219
C.II Résultats des calculs en 3D sur éprouvettes DENT .....	221
C.III Importance de la taille de maille sur la rupture des éprouvettes DENT en 3D .....	224
<b>D. Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes SENB .....</b>	<b>225</b>
D.I Maillage des éprouvettes SENB en 2D .....	225
D.II Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D .....	227
D.III Influence de la taille de maille sur l'amorçage et la vitesse de propagation .....	228
D.IV Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D3D et 3D .....	230
<b>E. Critères d'instabilité de la fissure suivant le chargement .....</b>	<b>234</b>
E.I L'instabilité de propagation expliquée par l'approche globale .....	234
E.II Paramètres critiques de propagation déterminés par éléments finis .....	237
E.III Critères d'instabilité ductile-fragile .....	242
<b>F. Résultats du modèle sur éprouvettes fissurées à plus basse température .....</b>	<b>245</b>
F.I Modélisation des éprouvettes DENT à 0°C et -20°C .....	246
F.II Modélisation des éprouvettes de flexion trois points à -10°C et -30°C .....	247
F.III Extension des paramètres de rupture à plus basses températures .....	248
<b>Conclusion .....</b>	<b>249</b>



## Introduction

Le modèle GTN a permis avec succès de représenter les résultats des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées, entre  $-50^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ , pour différentes vitesses. Il s'agit maintenant de vérifier que ce modèle permette de représenter les résultats sur éprouvettes fissurées, en terme de courbes globales (force-ouverture) en traction et en flexion. Il va s'agir ensuite d'étudier le ou les paramètre(s) critique(s) responsable(s) de la rupture ductile expérimentale. Pour cela dans un premier temps, on s'intéresse aux résultats sur les éprouvettes lisses et entaillées. Ensuite, le modèle de comportement-endommagement va être validé d'abord sur éprouvette DENT puis sur éprouvette SENB en 2D et 3D, en vérifiant l'influence du maillage sur les résultats de propagation. Il s'agira aussi d'expliquer l'instabilité de propagation de fissure observée lors de certains essais. Enfin, on s'attachera à trouver le critère permettant d'expliquer la rupture fragile obtenue pour les éprouvettes DENT à  $20^{\circ}\text{C}$ . Une analyse en température de tous ces paramètres sera également effectuée.

### A. Quelques pistes tirées de la littérature

La rupture ductile ou fragile des polymères a déjà été présentée dans le chapitre I (A.III.4), où il a été montré que de nombreux paramètres interviennent pour expliquer le mode de rupture comme la température, la vitesse, le poids moléculaire [Vincent, 1972], la vitesse de cristallisation [Brown et Ward, 1983], la présence de défauts ou d'entaille [Argon et Cohen, 2003]. Dans l'étude du PVDF, on s'intéresse essentiellement à décrire le crazing, sous différentes conditions de sollicitations dépendant du mode de chargement. On va chercher ainsi dans ce chapitre à mettre en évidence l'influence de la triaxialité sur l'amorçage et sur la propagation de la fissure. Le schéma de Friedrich (*cf. Figure V.1*) permet de résumer une partie du problème en faisant une distinction nette entre les conditions de contraintes planes et de déformations planes sur le mode de rupture.

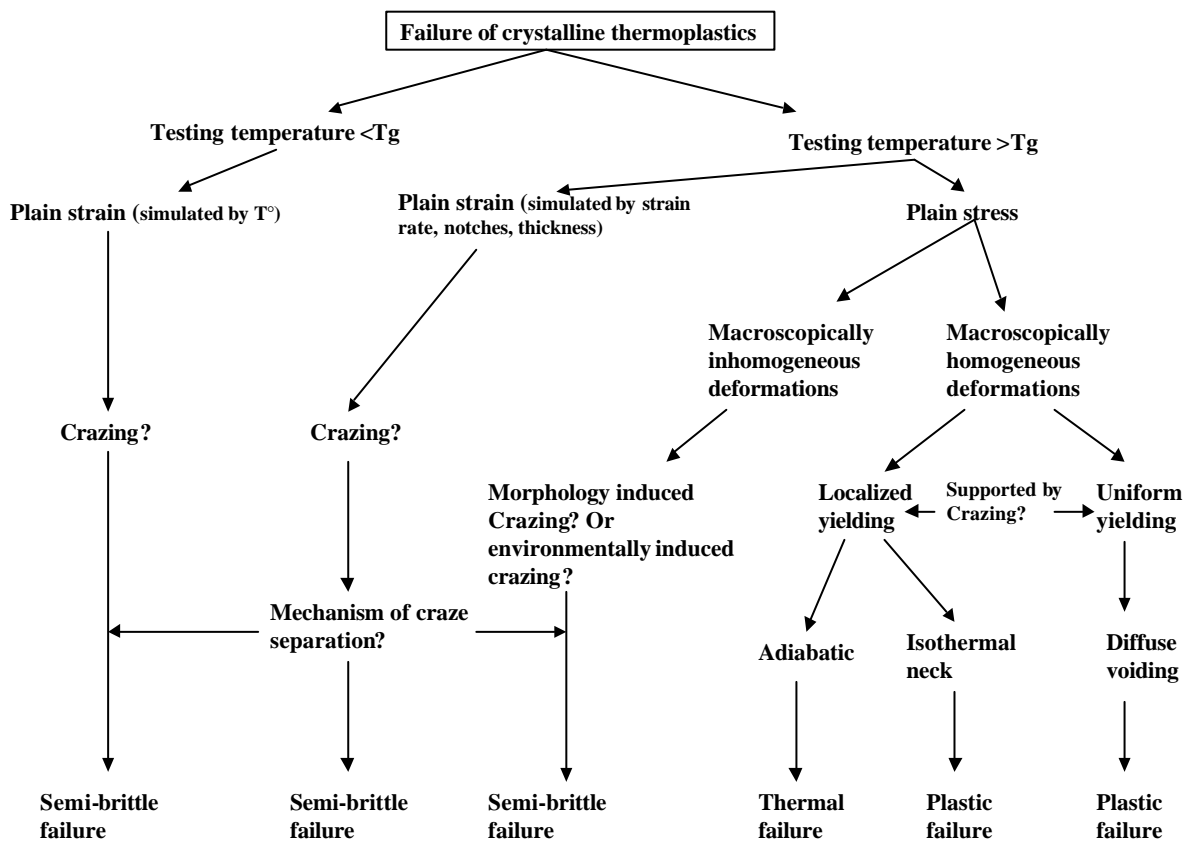


Figure V.1 Processus de rupture d'un polymère semi-cristallin en traction [Friedrich, 1983]

Dans la littérature, le mode de rupture par crazing a été beaucoup étudié notamment sur les polymères vitreux. Il l'a été moins dans les polymères semi-cristallins et pourtant dans le cas du PVDF ce mode d'endommagement puis de rupture a été clairement identifié. Il s'agit maintenant de déterminer le critère qui expliquera pourquoi le crazing se transforme en fissure impliquant la rupture ensuite des éprouvettes.

Pour les polymères vitreux, le crazing n'est en général observé que sur des éprouvettes fissurées, testées en traction ou en flexion. La présence d'une entaille ou d'une fissure accroît le niveau général des contraintes c'est à dire le taux de triaxialité, expliquant le lien existant entre la notion de contrainte hydrostatique et le crazing [Nimmer et Woods, 1992]. De nombreux travaux, numériques notamment, ont postulé l'existence d'une contrainte de crazing, contrainte au-delà de laquelle la rupture était immédiate. Les critères de rupture habituellement utilisés sont alors soit la contrainte hydrostatique [Ishikawa et al, 1977], soit un double critère en contrainte hydrostatique et en contrainte principale [Nimmer et Woods, 1992]. Plus récemment, les travaux purement numérique d'Estevez et al s'affranchissent de la réalité expérimentale du phénomène de crazing en considérant comme paramètre de rupture une longueur et une largeur critiques de craze [Estevez et al, 2000]. La fissure est amorcée par la rupture des fibrilles dans le craze mais c'est la largeur critique de celui-ci qui semble être la mieux à même d'expliquer la rupture globale de l'éprouvette.

Disposant de nombreuses observations microscopiques, on a souhaité expliquer la rupture ductile du PVDF suivant d'autres critères que la contrainte. La cavitation est le mode d'endommagement du PVDF aux températures étudiées et c'est sans conteste le précurseur du crazing dans les zones de fortes contraintes hydrostatiques (en pointe de fissure par exemple). Outre par la coalescence des cavités, la rupture d'un craze peut également être expliquée par le désenchevêtrement des fibrilles, ou par leur rupture [Ivankovic et al, 2004]. Les critères de rupture qui vont être exposés dans la suite sont liés à la fois aux observations microscopiques et aux résultats des calculs par EF. Ils permettront d'expliquer les modes de rupture en fonction de la triaxialité dans l'éprouvette, et d'émettre des hypothèses expliquant pourquoi le crazing dans le PVDF a mené à des propagations stables en flexion et instables en traction.

### **B. Analyse de la rupture ductile pour les éprouvettes lisses et entaillées à 20°C**

Dans le chapitre IV, les résultats des calculs utilisant le modèle GTN sur les éprouvettes lisses et entaillées ont été présentés. A chaque fois, la comparaison des courbes globales a été effectuée entre le numérique et l'expérimentale sous divers types de sollicitation. Il a été mentionné à plusieurs reprises que dans le modèle classique utilisant uniquement la croissance des cavités, la rupture sur un point de

Gauss se faisait pour une valeur de porosité atteinte de  $f_R = \frac{1}{q_1}$ .  $f_R$  sera dans la suite la porosité

maximale obtenue à l'instant de la rupture sur un point de Gauss, dans le cas de la croissance. Etant donné que la valeur de  $q_1$  choisie est de 0.8, la rupture des éléments ne peut pas avoir lieu puisque elle implique une valeur  $f_R = 1.25$ . Or, 125 % de trous dans un matériau n'a pas de sens. Ainsi, une modification du critère est nécessaire, pour permettre la rupture numérique des points de gauss concernés par une telle porosité.

Les observations microscopiques comparatives effectuées entre les éprouvettes lisses et les éprouvettes de petit rayon de courbure (AE0.8 par exemple) ont indiqué que le faciès de rupture ductile pouvait être très différent suivant le taux de triaxialité (cf. Figure V.2 et chapitre III, C.V). Sur les faciès de rupture des éprouvettes lisses et faiblement entaillées, la matière est très déformée avec de nombreux ligaments étirés (cf. Figure V.2, ex : AE4). Sur les faciès de rupture des éprouvettes AE0.8, la porosité est très importante (cf. Figure V.2, ex : AE0.8). Les mesures de variation volumique ont indiqué également que l'endommagement par cavitation était une fonction croissante du taux de triaxialité des contraintes.

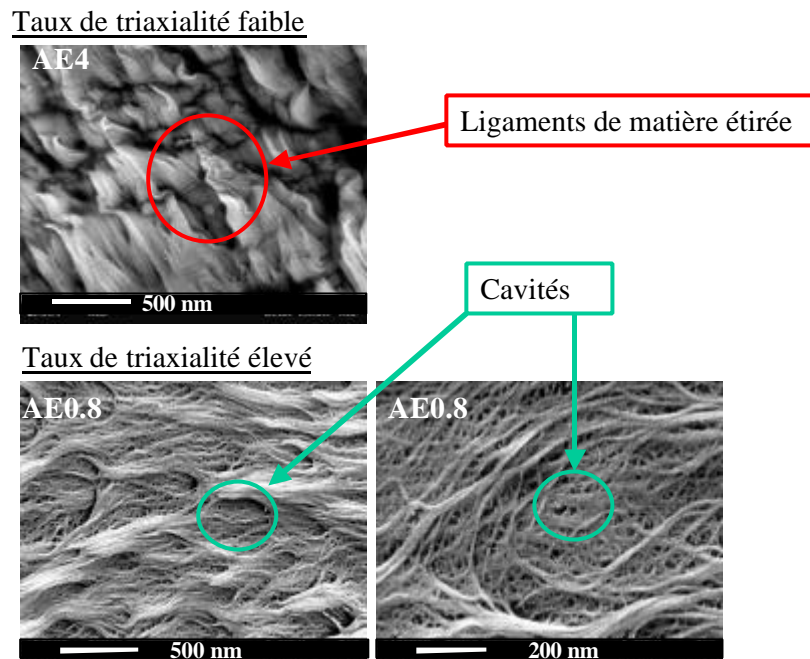


Figure V.2 Observations de la microstructure ductile sur des faciès de rupture d'éprouvettes AE4 et AE0.8 obtenus à 20°C, vitesse de réduction diamétrale  $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

Il a déjà été montré que le crazing était caractérisé par une zone fortement endommagée composée de ligaments de matière étirés et de cavités entre ces fibrilles. Le passage de l'étape de craze à l'étape de fissure peut se produire a priori soit par la rupture des fibrilles pour des taux de triaxialité faibles [Friedrich, 1983], [Schirrer 1995] soit par la coalescence des cavités pour des taux de triaxialité élevés. Dans les deux cas, la fissure se propage dans le matériau, amenant à rupture. On fait l'hypothèse que ces deux mécanismes sont possibles et dépendent du taux de triaxialité des contraintes dans la zone endommagée.

La rupture du PVDF à 20°C est expliquée comme étant dépendante de deux paramètres distincts dépendant de  $\tau$  : un critère en déformation plastique principale critique  $p_c$  pour les faibles taux de triaxialité, et un critère en taux de porosités critique  $f_c$  pour les taux de triaxialité élevés. La schématisation des deux mécanismes de rupture est donnée sur la figure V.3.

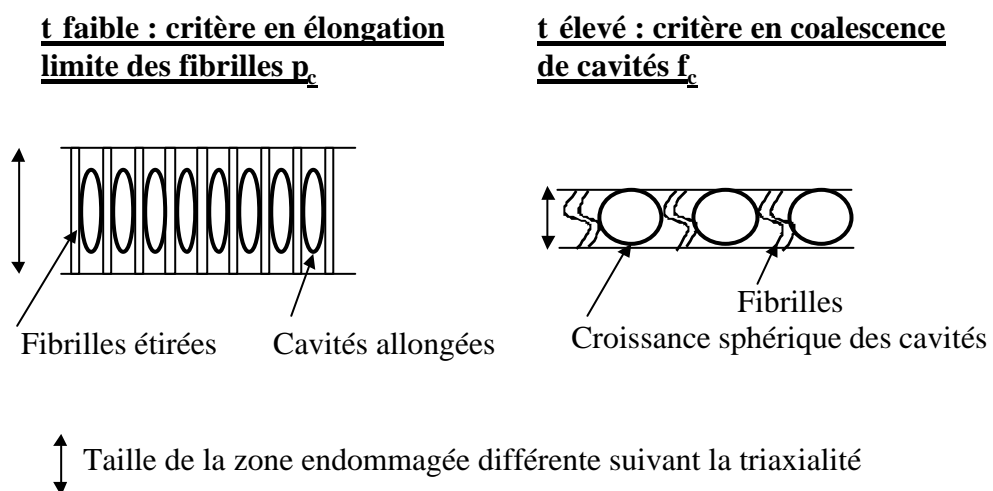


Figure V.3 Mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture suivant le taux de triaxialité des contraintes



La figure V.3 illustre ainsi deux résultats importants utilisés pour la modélisation de la rupture :

➤ Le premier est la taille de la zone concernée par l'endommagement qui est inversement proportionnelle au taux de triaxialité des contraintes, comme cela a été montré expérimentalement (cf. Chapitre II, C.IV.2 et Chapitre III, B.II). Pour un chargement équivalent, le confinement de la déformation induit un endommagement local plus important, avec notamment une croissance sphérique des cavités plus marquée

➤ Le second résultat concerne le critère induisant la rupture : pour les taux de triaxialité faibles, l'étirement de la matière est important, les cavités ont une croissance sphérique très vite limitée par les chaînes voisines qui s'orientent suivant la sollicitation. Ce sera la rupture des fibrilles étirées au delà d'une certaine déformation qui entraînera la rupture de l'ensemble de la zone endommagée. Pour les taux de triaxialité élevés, la croissance sphérique des cavités est facilitée par le confinement, ce sera leur coalescence qui entraînera la rupture dans le craze.

Une telle distinction expliquant la rupture suivant la triaxialité a déjà été effectuée pour du polycarbonate [Gearing et Anand, 2004]. Dans ces travaux, la distinction est faite pour expliquer la compétition entre la rupture ductile observée sur des éprouvettes faiblement entaillées en flexion trois points et la rupture fragile observée sur des éprouvettes fortement entaillées pour le même type d'essai.

Pour toutes les géométries d'éprouvettes étudiées, la rupture s'est amorcée soit sur un défaut de surface pour les éprouvettes lisses, soit sur une impureté ou une cavité pour les éprouvettes entaillées, soit à partir de la pointe de la fissure pour les éprouvettes SENB et DENT. Ainsi, il est envisagé que suivant la géométrie, le craze deviendra fissure soit par une déformation excessive des fibrilles, soit par une cavitation importante menant à la coalescence des porosités.

### **B.I Critère en déformation plastique principale critique $p_c$**

Le schéma de Peterlin [Peterlin, 1971] peut représenter l'évolution de la microstructure d'un polymère semi-cristallin lors d'un essai de traction sur une éprouvette lisse testée au dessus de la température de transition vitreuse. En cours de déformation, les chaînes amorphes sont très étirées. A rupture, elles atteignent une elongation limite qui entraînent leur rupture. La rupture en chaîne des macromolécules voisines entraîne la rupture complète du matériau. On va faire l'hypothèse que la déformation maximale des chaînes de polymère est identique à la déformation maximale des fibrilles dans un craze.

Expérimentalement, des défauts présents sur la surface des éprouvettes lisses ont entraîné des ruptures précoces des éprouvettes. En revanche, dans le cas d'éprouvettes fraisées, l'amorçage de la rupture s'est fait soit dans l'éprouvette (localement par concentration des contraintes sur une impureté) soit à partir des bords. Il est possible à partir des résultats expérimentaux de ces éprouvettes de déterminer quelle est la déformation plastique principale critique  $p_c$  à rupture pour le PVDF, dans le cas des plus faibles valeurs de triaxialité.

On choisit alors de réaliser un calcul 3D sur une éprouvette haltère lisse, jusqu'au temps de rupture expérimentale afin de déterminer la déformation plastique critique  $p_c$ . Les polymères semi-cristallins sont caractérisés par une importante déformation plastique à rupture qui dépend de la vitesse de sollicitation. La modélisation des essais ici s'est limitée aux faibles vitesses de sollicitation ( $1.5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Dans ce cas, il est possible de déterminer une valeur de  $p_c$  commune aux deux vitesses.

Etant donné la symétrie, seul un huitième de l'éprouvette est maillé. On maille également une partie du congé de l'éprouvette pour induire une localisation de la déformation. On simule avec le congé la localisation expérimentale engendrée par un défaut sur la surface de l'éprouvette. La figure V.4

indique les résultats du calcul par rapport à la courbe force-déplacement expérimentale obtenue à 20°C, pour une vitesse de  $1.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , ainsi que le maillage initial avec le maillage final déformé.

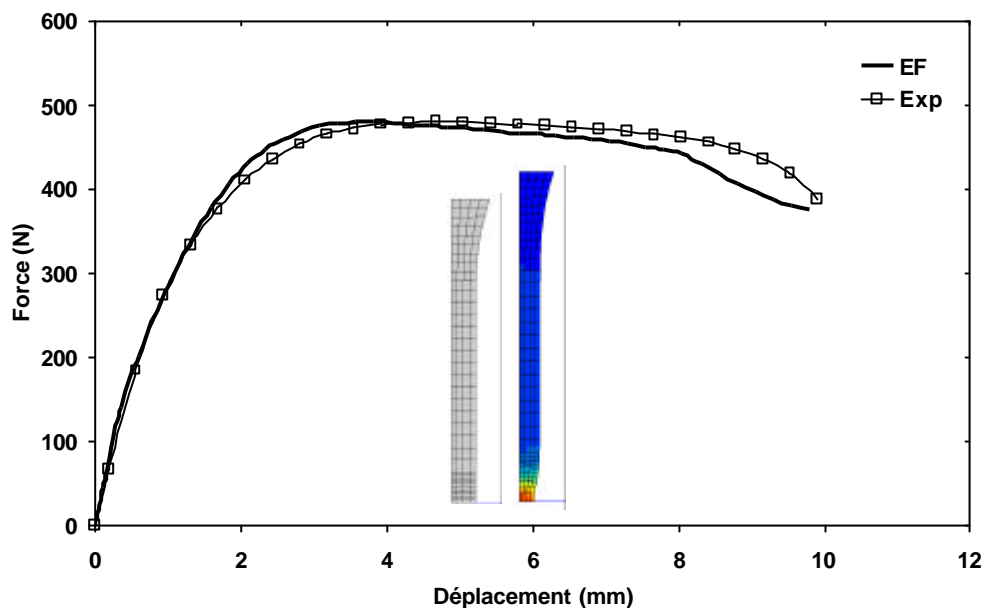


Figure V.4 Courbes force-déplacement expérimentale et simulée et maillages de l'éprouvette lisse en 3D avant et après calcul (isovaleurs de  $p_c$ ), à 20°C,  $1.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

La striction est bien simulée à la fin du calcul, ce qui permet de rendre compte des résultats expérimentaux. Il est ici nécessaire de signaler que la striction sur une éprouvette lisse n'est pas un résultat facile à prévoir étant donné que la présence de défauts sur la surface peut entraîner des localisations plus ou moins rapides. Expérimentalement d'ailleurs, on a déjà montré les dispersions sur les déformations nominales à rupture (cf. Chapitre II, B.I.3).

Cependant, on considère que la valeur de déformation plastique principale  $p_c$  à rupture obtenue par ce calcul sera représentative des résultats sur éprouvettes lisses à 20°C. Elle est déterminée au cœur de l'éprouvette dans le plan de symétrie comme étant la valeur de déformation plastique maximale mesurée sur un point de gauss. Sa valeur est  $p_c = 1.1$ .

Cette valeur constitue le premier critère induisant la rupture ductile des éprouvettes lisses et entaillées avec un rayon de courbure assez grand (ex :  $R = 4 \text{ mm}$ ). Il va être vérifié sur les éprouvettes AE4 que ce paramètre est atteint dans la zone entaillée de l'éprouvette, au temps expérimental correspondant à la rupture.

## B.II Compétition entre deux critères de rupture ductile suivant la triaxialité

Se baser uniquement sur le critère  $p_c$  ne permet pas d'expliquer la rupture de toutes les éprouvettes entaillées. On choisit alors de considérer un des résultats expérimentaux importants : l'endommagement est pour le PVDF une fonction croissante de la triaxialité. Il semble alors assez logique de se baser sur un taux de porosité critique pour expliquer la rupture des éprouvettes les plus entaillées. On postule qu'au delà d'un taux de porosité critique  $f_c$ , la coalescence des cavités peut se dérouler, provoquant la formation d'une fissure, qui se propage et induit la rupture de l'éprouvette. Les essais sur éprouvettes entaillées ont révélé que même en pilotant les essais en vitesse de réduction diamétrale, la coalescence était trop rapide pour être enregistrée expérimentalement. La fréquence d'acquisition de l'essai (1000 Hz) n'est pas suffisante pour enregistrer la décroissance de charge liée à cette coalescence. Ainsi, celle-ci ne peut se dérouler qu'en toute fin d'essai. Les observations

microscopiques ont également montré que dans la zone d'amorçage, de très grosses cavités étaient présentes et qu'elles se situaient exclusivement dans le cœur de l'éprouvette. Expérimentalement, on ne dispose que du faciès de rupture qui est une coupe de la zone endommagée avant rupture. Même si de nombreuses porosités sont visibles, celles de plus petites tailles ne le sont pas (cf. Chapitre III, B.2). Or elles jouent sans doute la part la plus importante de l'endommagement (cf. Chapitre III, B.2). Ainsi, faute de moyen d'observation permettant de quantifier  $f_c$  ou de suivre l'évolution de la porosité au cours de la coalescence, seul le calcul par éléments finis permettra d'évaluer cette fraction critique de porosités.

### B.II.1 Résultats des calculs EF sur la rupture des éprouvettes AE

On choisit d'abord de s'intéresser aux éprouvettes AE0.8 sollicitées en traction à 20°C en vitesse de réduction diamétrale. La détermination de la valeur de  $f$  à rupture s'avère pertinente sur cette éprouvette de par son rayon de courbure faible qui permet une valeur de  $\tau$  assez élevée. Il y a donc une probabilité certaine que la rupture ductile sur cette géométrie soit liée à une forte valeur de  $f$ . On regarde pour le temps correspondant à la rupture expérimentale quel est le taux de porosité. Il s'avère que ce taux est entre 0.63 et 0.65. Cette valeur est alors choisie comme paramètre critique entraînant la coalescence qui induit la rupture. Cette fonction a été explicitée dans le chapitre IV (équation 7). Deux paramètres sont en fait nécessaires : le paramètre  $f_c$  (taux de porosité critique) estimé à 0.65, et le paramètre  $f_U$  (taux de porosité ultime à rupture) qui fixe pour quelle valeur de porosité la rupture sur les points de gauss est effective. Cela permet de donner la vitesse de coalescence (pente  $\delta$ , cf. Figure V.5). La valeur de  $f_U$  choisie est de 0.68.  $f_U$  est identique à  $f_R$ , mais la première notation est employée dans le cas de la coalescence, la seconde est employée quand il n'y a que de la croissance.

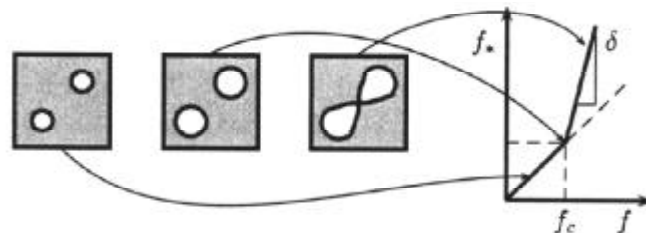


Figure V.5 Fonction de coalescence

On s'intéresse ensuite aux résultats pour les géométries AE4 et AE1.6. Au temps de rupture expérimental pour les éprouvettes AE4, le critère  $p_c$  est atteint en premier. Le taux de porosités dans ce cas est proche de 0.55. Pour les éprouvettes AE1.6, les deux critères semblent être atteints à peu près en même temps. Il est difficile alors d'identifier précisément lequel sera le paramètre de rupture. Pour les AE0.8, le critère  $p_c$  est inférieur à 1.1, quand le taux de porosité critique est atteint. Ainsi, on vérifie sur les calculs par éléments finis que les deux critères de rupture choisis permettent de représenter la rupture de toutes les éprouvettes AE. La différenciation entre les deux vitesses de réduction diamétrale n'a pas été faite car il n'a pas été observé de tendance significative, liée certainement à la dispersion expérimentale. Il faut en effet rappeler que les résultats expérimentaux ont indiqué une dispersion assez importante de la réduction diamétrale à rupture, due à la présence d'impuretés dans le matériau qui peuvent être des lieux de concentration de contrainte induisant une rupture trop précoce. Les réductions diamétrales à rupture choisies pour la modélisation permettent donc simplement de donner une moyenne des résultats expérimentaux.

Il est alors intéressant de réaliser un calcul sur chaque géométrie en indiquant l'évolution de  $f$  et de la déformation plastique principale  $p_1$  par rapport à la réduction diamétrale à rupture. On indique les valeurs de  $p_1$  et de  $f$  sur tout le domaine de dispersion expérimentale pour l'AE4, AE1.6 et AE0.8 (cf. Figures V.6-8). Les résultats EF relatifs à la réduction expérimentale moyenne sont encadrés.

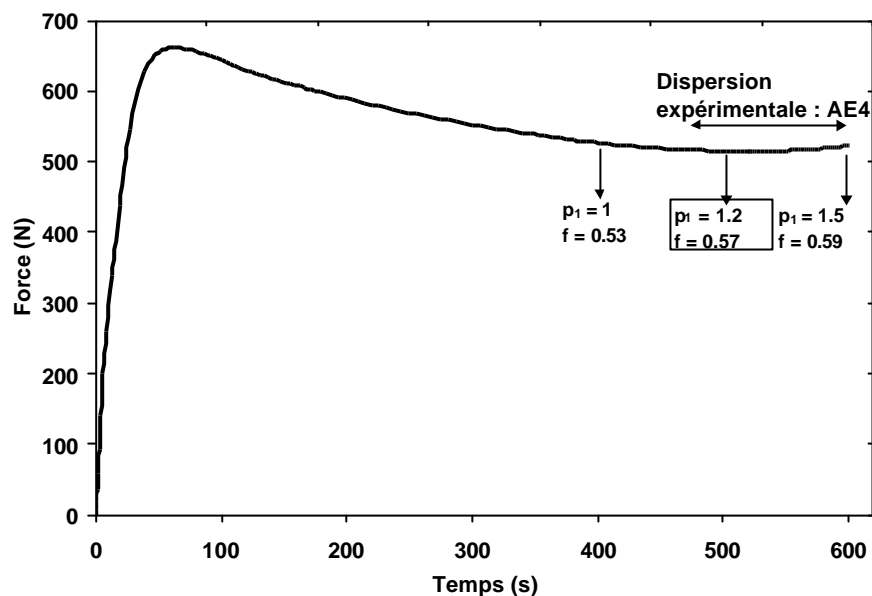


Figure V.6 Valeurs de  $p_1$  et de  $f$  en cours de déformation pour l'AE4, à 20°C, déterminées pour un calcul en vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mms}^{-1}$

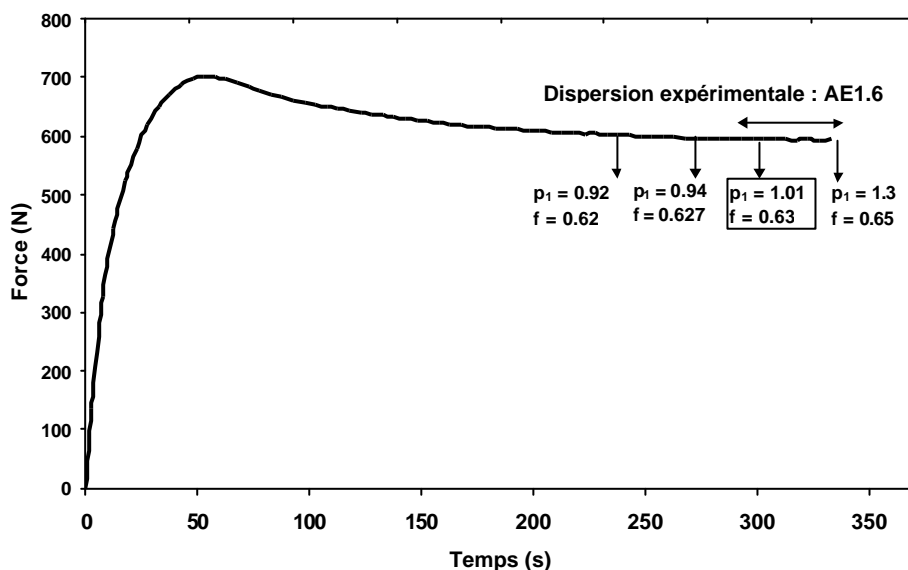


Figure V.7 Valeurs de  $p_1$  et de  $f$  en cours de déformation pour l'AE1.6, à 20°C, déterminées pour un calcul en vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mms}^{-1}$

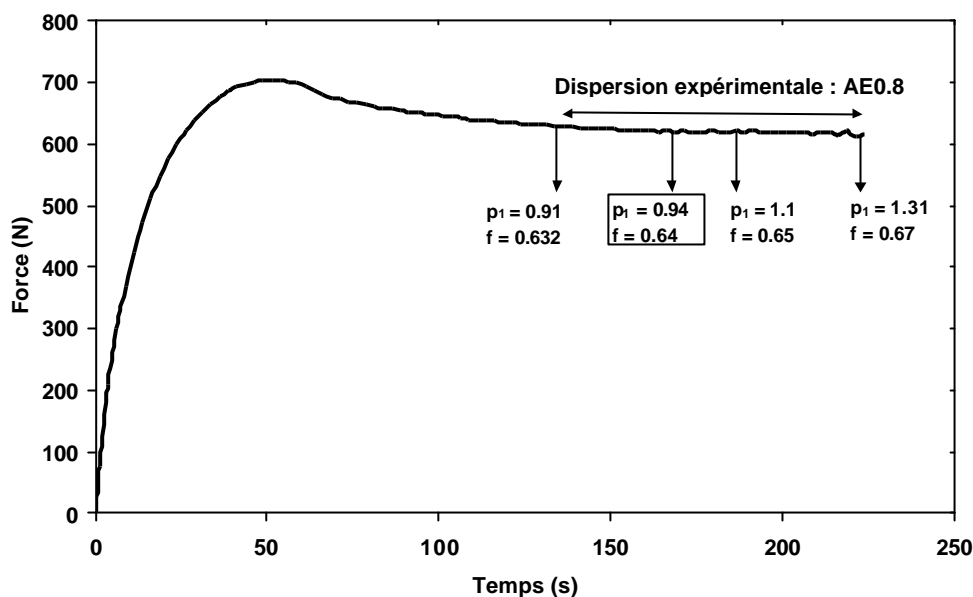


Figure V.8 Valeurs de  $p_1$  et de  $f$  en cours de déformation pour l'AE0.8, à 20°C, déterminées pour un calcul en vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mms}^{-1}$

On constate que la valeur de  $f$  évolue assez peu sur la plage de dispersion expérimentale. En revanche, il est observé que sa valeur à la fin de l'essai est plus élevée pour l'AE0.8 et l'AE1.6, puisqu'elle est proche de 0.63-0.65. On constate également que pour l'AE4, on est toujours en dessous de 60% de porosité à rupture. Ainsi, il existe bien un lien direct entre la porosité à rupture et le rayon de courbure, c'est à dire la triaxialité.

Concernant les résultats sur AE4, le temps à rupture extrême de 600 s n'a été obtenu qu'une seule fois. Dans le cas de cet essai, une partie de la zone entaillée était devenue quasiment lisse et se déformait comme une éprouvette uniaxiale. Cette situation n'étant pas représentative de tous les essais, on l'a signalée juste pour indiquer dans ce cas la valeur extrême de  $p_1$ .

Il est intéressant de signaler que pour les éléments fortement endommagés (valeur de  $f$  élevée), si aucune condition de rupture n'est insérée dans le fichier de calcul, les éléments continuent à se déformer, ce qui explique les valeurs élevées de  $p_1$  en fin de calcul (cf. Figures V.6, V.7, V.8).

### B.II.2 Effet du mode de pilotage sur les paramètres à rupture

Les résultats concernant le pilotage LVDT à 0.05 mm/s ont révélé l'importance de la vitesse et surtout du mode de pilotage sur le choix du paramètre à rupture. Il s'avère qu'au temps expérimental correspondant à la rupture  $p_1 = 1.1$  et  $f = 0.53$  pour l'AE4,  $p_1 = 1.1$  et  $f = 0.60$  pour l'AE1.6, et  $p_1 = 1.1$  et  $f = 0.62$  pour l'AE0.8. Ces résultats mettent en évidence que pour une valeur de vitesse assez élevée, la croissance des porosités est un peu plus limitée, et la porosité critique n'est plus le paramètre induisant la rupture. Celle-ci semble plutôt être engendrée par la rupture de fibrilles. Ces résultats mettent également en exergue l'influence du rayon de courbure sur le taux de porosité critique. Ils soulignent aussi que le pilotage en vitesse de déplacement LVDT ne favorise pas la croissance des cavités et encore moins leur coalescence.

### B.III Conclusions sur les paramètres de rupture

La rupture ductile des éprouvettes axisymétriques entaillées peut donc être expliquée comme un craze qui dégénère en fissure par deux processus différents : soit par la rupture des fibrilles étirées quand le taux de triaxialité est faible et que la déformation principale prédomine, soit par la coalescence des cavités quand celles-ci se sont très développées sous l'effet de la contrainte hydrostatique.

Pour les taux de triaxialité faibles, pour induire la rupture, le paramètre critique est introduit par l'intermédiaire de  $q_1$ . Pour  $p_1 \leq 1.1$ ,  $q_1 = 0.8$ , ensuite pour  $p_1 > 1.1$ ,  $q_1$  augmente suivant l'équation (1) pour atteindre une valeur telle que  $q_1 = 1/f_R$ . Pour cette valeur, la rupture a lieu sur les points de Gauss où  $f = f_R$ .

$q_1$  est alors écrit dans le calcul de la façon suivante :

$$\begin{aligned} q_1 &= 0.8 \text{ pour } p_1 \leq 1.1 \\ q_1 &= (0.8 \cdot \exp(5 \cdot (p_1 - 1.1))) \text{ pour } p_1 > 1.1 \end{aligned} \quad (1)$$

Il y a rupture sur les points de Gauss où la valeur de  $f$  correspond à  $1/q_1$ . Sans augmentation de  $q_1$ , la rupture des points de Gauss n'est pas prévue numériquement.

Pour les taux de triaxialité élevés, pour les points de Gauss ayant atteint la limite  $f_c$ , la fonction de coalescence s'active et permet de faire croître rapidement  $f$  jusqu'à une valeur  $f_U$ , qui correspond à la rupture numérique du point de Gauss.

Ainsi, suivant la géométrie, la rupture des éléments sera obtenue soit par l'intermédiaire de  $q_1$  soit par la fonction de coalescence.

## C. Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes DENT

Les éprouvettes de traction doublement fissurées ont été étudiées en considérant plusieurs rapports a/B. On rappelle à cette occasion que les éprouvettes ont été fissurées sur la largeur pour favoriser les conditions de déformations planes, ce qui explique qu'on parle de rapport a/B et non de rapport a/W. Dans l'analyse des paramètres en 2D et 3D, seuls les rapports a/B = 0.07 et a/B = 0.5 seront présentés. Pour la présentation finale des résultats, toutes les longueurs de fissure seront exploitées.

### C.I Résultats des calculs en 2D sur éprouvettes DENT

Dans le cas du calcul 2D, la distinction peut être faite entre les conditions de contraintes planes (CP) et les conditions de déformations planes (DP). Par l'étude des fissures longues et courtes, on va s'attacher à montrer les différences de résultats entre ces conditions. Les éprouvettes sont maillées finement dans la zone fissurée. Le maillage est indiqué sur la figure V.9 où l'exemple choisi correspond au cas de la fissure longue. Le maillage est réalisé sur un quart de l'éprouvette, c'est à dire qu'une seule fissure est maillée. Le calcul est réalisé en grande déformation et les éléments choisis sont quadratiques à intégration réduite.

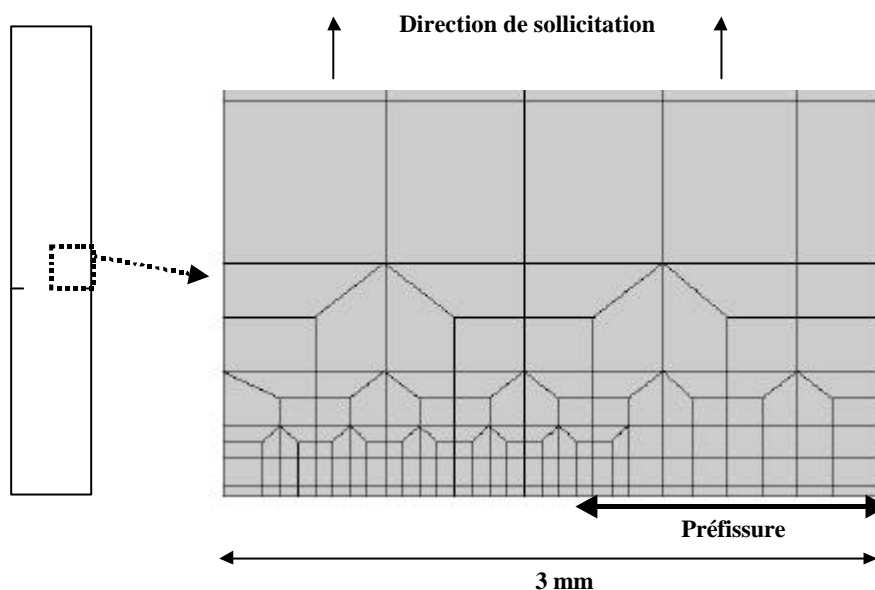


Figure V.9 Maillage initial d'une éprouvette DENT en 2D pour  $a/B = 0.5$

Les éléments en pointe de fissure ont une hauteur de  $50\ \mu\text{m}$  et une largeur de  $80\ \mu\text{m}$ . La taille de maille est choisie comme étant caractéristique de la taille de la zone endommagée en pointe de fissure (cf. Chapitre III, B.II). La pré fissure est signalée par la double-flèche, la fissure se propage de la droite vers la gauche sur la figure V.9. Les résultats en force-ouverture sont donnés sur la figure V.10 pour deux longueurs de fissure,  $a/B = 0.5$  (cf. Figure V.10a) et  $a/B = 0.1$  (cf. Figure V.10b). Les résultats expérimentaux sont indiqués par des croix, les résultats en contraintes planes sont indiqués par un trait plein, les résultats en déformations planes sont indiqués par un trait en pointillé. La température et la vitesse de déplacement LVDT sont respectivement de  $20^\circ\text{C}$  et  $0.15\ \text{mm/s}$ .

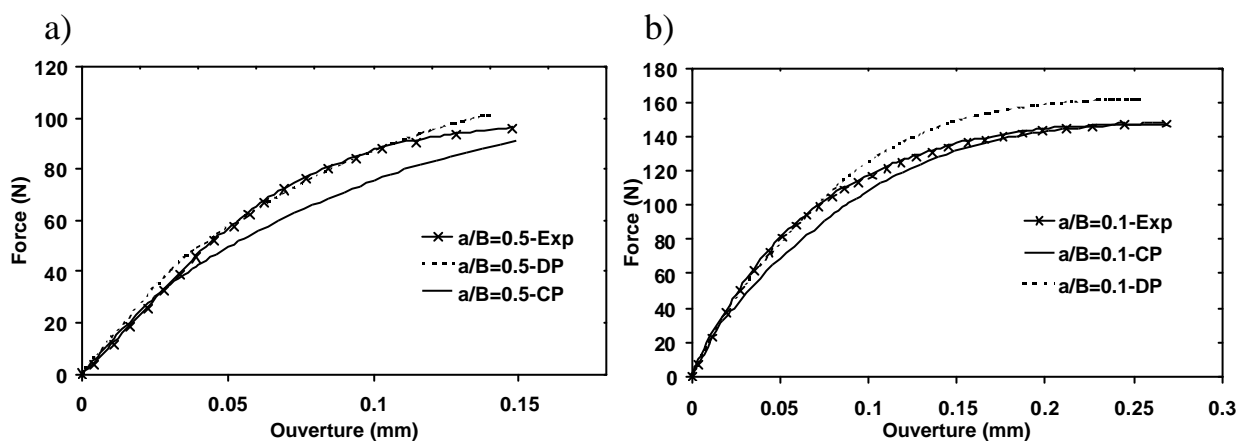


Figure V.10 Courbes force-ouverture obtenues sur éprouvettes DENT à  $20^\circ\text{C}$ ,  $0.15\ \text{mm/s}$ , pour  $a/B = 0.5$  (a) et  $a/B = 0.1$  (b)

Le calcul en conditions de déformations planes induit une rigidification de la réponse matériau, d'où une surestimation de la force maximale expérimentale. Les résultats indiquent que le calcul en contraintes planes permet de bien simuler les résultats pour les petites longueurs de fissure, alors que le calcul en déformations planes simule mieux l'essai sur grandes longueurs de fissure. Le calcul révèle ainsi un résultat déjà bien connu qui est qu'une fissure longue permet de mieux garantir les conditions DP en pointe de fissure. Le calcul 3D se révèle donc indispensable si on veut ne pas avoir à faire un choix entre CP et DP, puisque même avec une grande longueur de fissure, il n'est pas certain de pouvoir s'affranchir de l'effet des bords, c'est à dire de l'effet d'épaisseur.

Cependant ces premiers calculs apportent des résultats très intéressants : le premier concerne la bonne reproduction des essais de traction sur éprouvettes fissurées, où l'ouverture et la force sont bien prises en compte. Le second résultat intéressant concerne les valeurs de taux de porosité  $f$  et de déformation plastique principale  $p_1$  déterminées à chaque fois en fin du calcul, en pointe de fissure dans le plan de symétrie, c'est à dire en cœur d'éprouvette. Pour expliquer la rupture, en conditions CP, c'est le critère  $p_c$  qui est atteint en pointe de fissure sur le premier point de gauss dans le ligament non fissuré, et en conditions DP c'est le critère  $f_c$ . En revanche, peu de différences existent entre les deux longueurs de fissure pour les valeurs des paramètres critiques. La figure V.11 donne des comparaisons concernant le taux de porosité et la valeur de déformation plastique principale au temps final de l'essai pour les deux types de conditions (CP ou DP) pour le rapport  $a/B = 0.5$ .

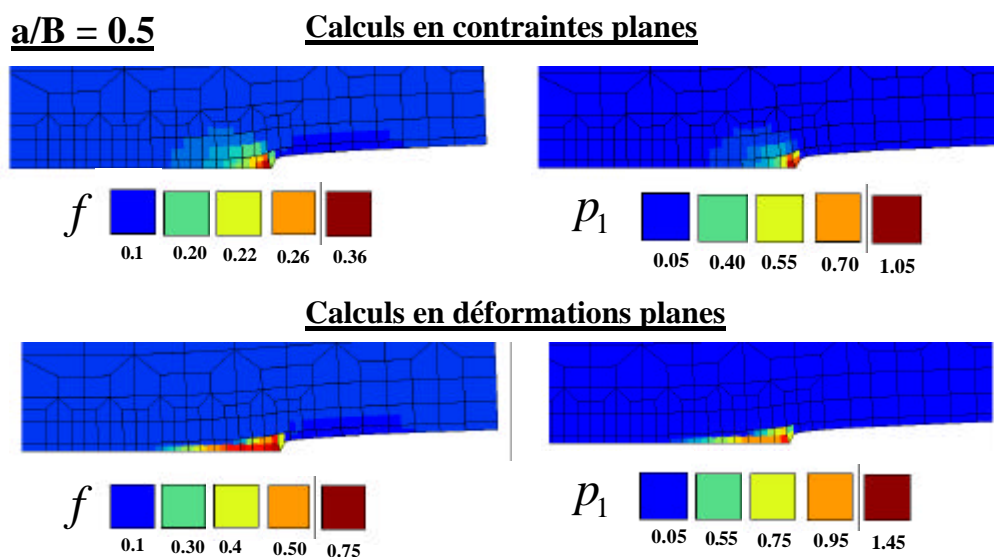


Figure V.11 Comparaisons des valeurs de taux de porosités  $f$  et de déformation plastique principale  $p_1$  en 2D, éprouvette DENT, conditions de contraintes planes ou de déformations planes, pour  $a/B = 0.5$ , à  $20^\circ\text{C}$  et  $0.15\text{ mm/s}$

On remarque que pour un temps final égal pour un même chargement entre les deux conditions de calcul, pour le calcul en CP,  $p_1$  atteint la valeur de 1.05, c'est à dire très proche de la valeur de  $p_c$  fixée à 1.1, et dans ce cas le taux de porosité ne dépasse pas 0.3. Pour le calcul en DP, le taux de porosité atteint 0.65 avant que la valeur de  $p_1$  ne soit à 1.1. On rappelle que ces valeurs sont prises sur un point de gauss situé en pointe de fissure dans le ligament non fissuré, dans le plan de symétrie de l'éprouvette. Le confinement de la déformation en DP est confirmé par ces premiers calculs.

### C.II Résultats des calculs en 3D sur éprouvettes DENT

Etant donné la bonne correspondance des réponses globales expérimentales et simulées en 2D, on cherche à déterminer maintenant les critères locaux en réalisant les calculs en 3D. Pour cela, le maillage est étendu dans la troisième direction sur la moitié de la largeur (c'est à dire sur 6 mm). On rappelle que la moitié de l'épaisseur fait 3 mm et que la taille de maille choisie ( $80 \times 50$ ) est celle établie sur la taille de la zone endommagée déterminée expérimentalement sur les éprouvettes fissurées. La symétrie de l'éprouvette est induite dans le calcul en fixant le déplacement nul sur certains côtés. Le maillage est présenté sur la figure V.12. Sur cette figure est présentée la partie basse de l'éprouvette c'est à dire principalement la zone fissurée, l'éprouvette ne pouvant être présentée en entier sachant que la demi-longueur fait 55 mm. Une condition de déplacement nul suivant  $U_1$  est



imposée pour tous les nœuds du plan de symétrie 1, une condition de déplacement nul suivant  $U_2$  est imposée pour tous les nœuds du plan de symétrie 2, et une condition de déplacement nul suivant  $U_3$  est imposée pour tous les nœuds du plan de symétrie 3. Le plan de symétrie 2 est indiqué sur la figure V.12 et représente une coupe de l'éprouvette parallèlement à la fissure et perpendiculairement au sens de sollicitation. Ce plan sera repris souvent par la suite pour indiquer les localisations de l'endommagement et l'importance de la zone de propagation de fissure.

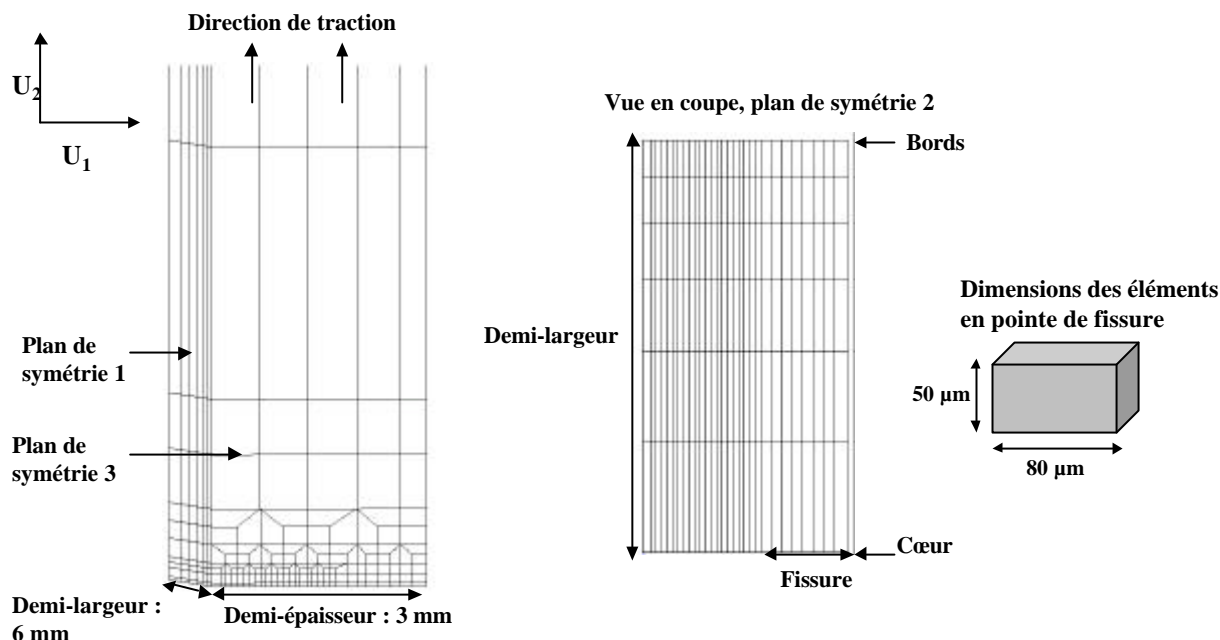


Figure V.12 Maillage d'une éprouvette DENT en 3D

Dans le sens de la largeur, les six millimètres sont divisés en 6 éléments dont la largeur varie suivant la position par rapport aux bords de l'éprouvette. Compte tenu de la plasticité plus grande sur les bords (conditions de contraintes planes), les éléments sont plus rapprochés sur les bords qu'en cœur d'éprouvette où les conditions de déformations planes permettent un confinement plus important. L'étude du nombre d'éléments à placer dans l'épaisseur a été réalisée et 6 éléments semblent être le nombre minimal au-delà duquel il n'y a plus d'influence sur les résultats si ce n'est d'accroître le temps de calcul. En dessous de six éléments, il y a une perte de confinement de la plasticité. La figure V.13 indique les résultats des calculs en 3D pour les deux rapports  $a/B$ ,  $a/B = 0.1$  (gris) et  $a/B = 0.5$  (noir).

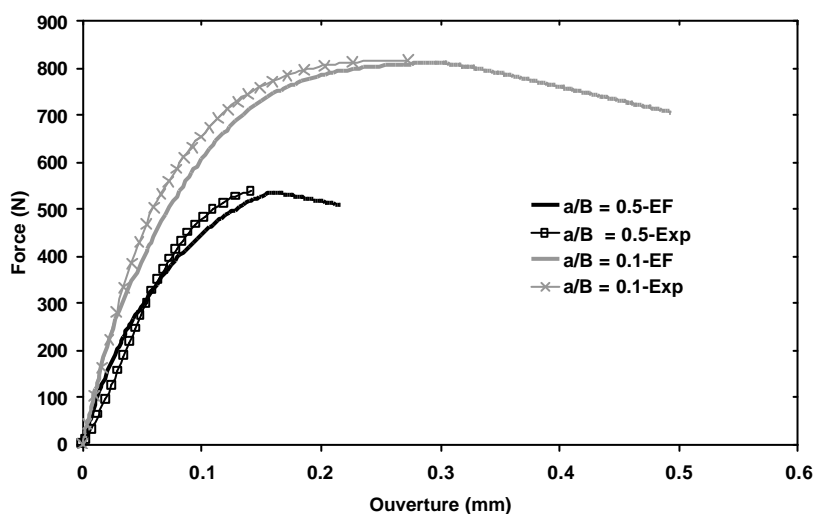


Figure V.13 Courbes force-ouverture pour les éprouvettes DENT en 3D, à 20°C, en pilotage LVDT 0.15 mm/s, pour  $a/B = 0.1$  et  $a/B = 0.5$

Dans un premier temps, les résultats sont présentés pour les rapports de profondeur de fissure  $a/B = 0.1$  et  $a/B = 0.5$ . La figure V.13 indique une bonne corrélation entre les courbes simulées et les courbes expérimentales. Dans le cas du calcul par EF, la propagation de la fissure se matérialise par une chute progressive de la charge. Expérimentalement, il n'est pas possible d'enregistrer cette chute de charge qui est trop rapide par rapport à l'acquisition dont on dispose. Afin de vérifier que le calcul traduit également une fissuration rapide, la figure V.14 indique les comparaisons force-temps expérimentaux et calculés pour les mêmes essais.

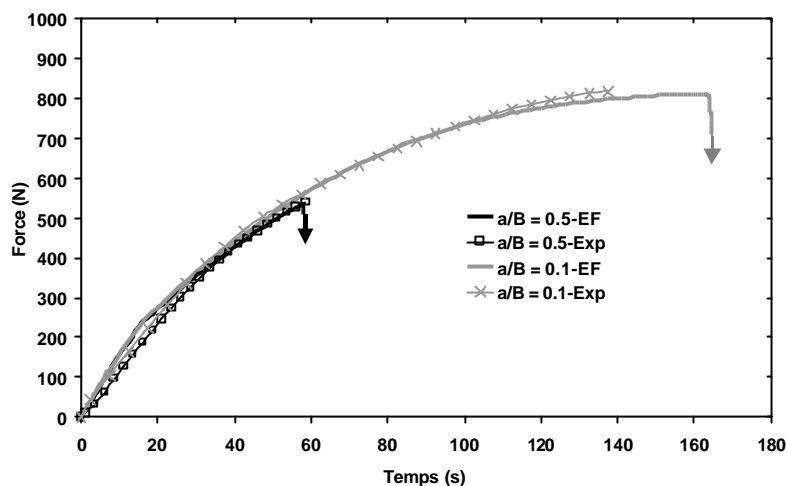


Figure V.14 Courbes force-temps pour les éprouvettes DENT en 3D à 20°C, en pilotage LVDT 0.15 mm/s, pour  $a/B = 0.1$  et  $a/B = 0.5$

Dans le cas de la fissure longue, on observe une très bonne corrélation entre le temps à rupture expérimental et le temps à rupture calculé. Sur cette figure V.14, la fissuration se matérialise par une chute de charge verticale, qui traduit bien la rupture rapide des éprouvettes. Dans le cas de la fissure longue, on observe un retard dans le temps à rupture par rapport à l'expérience. Deux raisons peuvent expliquer ce résultat : tout d'abord expérimentalement la fissuration n'est pas symétrique et les faciès de rupture ont révélé que la fissure s'était propagée souvent d'un seul côté. Ce résultat peut expliquer que le calcul qui simule une fissuration symétrique ne reproduise pas exactement le temps à rupture expérimental. De plus, le critère de coalescence  $f_c = 0.65$  unique permet de bien reproduire la rupture pour une fissure longue, c'est à dire une éprouvette où la triaxialité en pointe de fissure est plus élevée que pour la fissure courte. Pour les fissures plus courtes, un critère plus proche de 0.63 semblerait mieux rendre compte des temps à rupture expérimentaux. Le temps nécessaire pour atteindre le critère  $f_c = 0.65$  explique le retard dans le début de la propagation numérique. Ces résultats confirment ceux obtenus sur éprouvettes axisymétriques entaillées montrant que le taux de porosité critique diminuait avec la diminution de triaxialité. A titre de rappel, la triaxialité maximale en pointe de fissure en cœur d'éprouvette avant propagation pour une géométrie  $a/B = 0.5$  est de 1.7, et pour  $a/B = 0.1$  est de 1.1 (cf. Chapitre II, figure II.43).

Les réponses globales pour les deux autres longueurs de fissure sont données sur la figure V.15. Elles sont très satisfaisantes et permettent de valider les paramètres de comportement et d'endommagement identifiés sur éprouvettes lisses et entaillées.

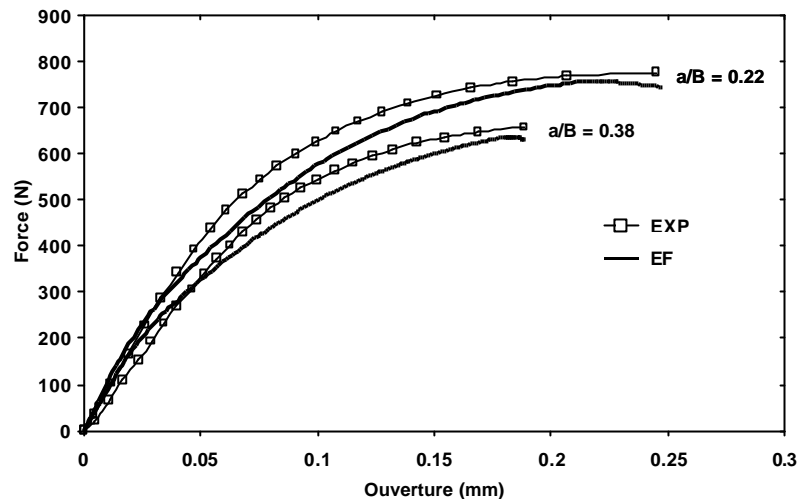


Figure V.15 Courbes force-ouverture pour les éprouvettes DENT, à 20°C, en pilotage LVDT à 0.05 mm/s, pour  $a/B = 0.22$  et  $a/B = 0.38$

### C.III Importance de la taille de maille sur la rupture des éprouvettes DENT en 3D

La taille de maille dans la zone non fissurée a été fixée à  $80 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ . On rappelle que  $80 \mu\text{m}$  est la longueur de l'élément et  $50 \mu\text{m}$  est la hauteur (cf. Figure V.12). La hauteur a été préalablement choisie sur les éprouvettes entaillées comme représentative de la hauteur de la zone endommagée pour les éprouvettes fissurées. Les essais étant de la traction, les éléments vont se déformer plus dans le sens  $U_2$ . On a choisi alors une longueur légèrement supérieure à la hauteur afin de conserver des éléments à peu près « carré » pendant la déformation. La troisième dimension de ces éléments ne joue pas de rôle particulier sur les résultats. Ainsi, on a choisi d'étudier uniquement l'influence de la longueur et de la hauteur des éléments sur les résultats force-ouverture et sur les résultats des paramètres atteints à rupture.

On étudie l'influence de deux autres tailles de maille :  $160 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ , et  $80 \mu\text{m} * 100 \mu\text{m}$ . Les trois résultats correspondants aux trois tailles de maille sont présentés sur la figure V.16. Les fichiers de chargement et de comportement sont exactement les mêmes.

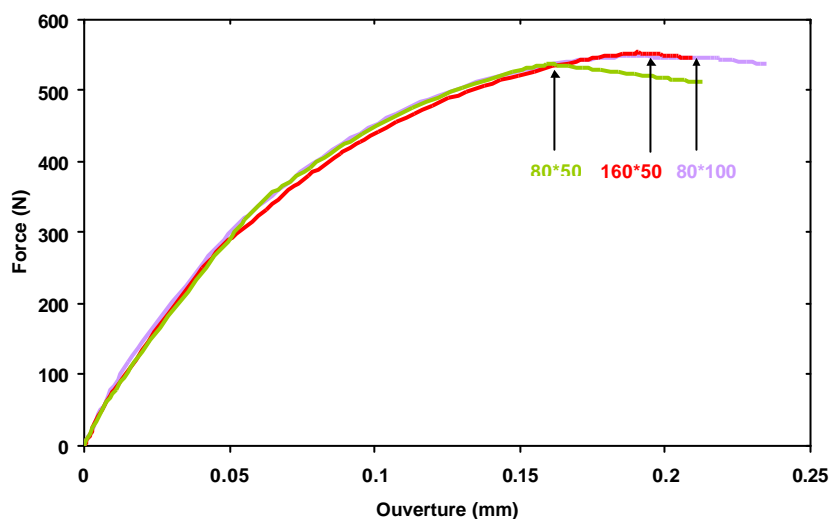


Figure V.16 Courbes force-ouverture pour les éprouvettes DENT à 20°C, en pilotage LVDT à 0.05 mm/s, pour  $a/B = 0.5$ , et trois tailles de maille en  $\mu\text{m}$  (80-50, 160-50 et 80-100).

Les flèches représentent le début de la propagation numérique de la fissure. On constate que la hauteur de l'élément a une influence plus grande, puisque quand cette hauteur est multipliée par deux (maille 80-100), la propagation débute pour une ouverture plus grande c'est à dire un temps plus élevé. Une augmentation de la hauteur de la maille, tout comme une augmentation de la longueur induit une perte de confinement de la déformation. Cela induit une délocalisation des maxima de porosité et de déformation plastique, un chargement supérieur est alors nécessaire pour induire la rupture des éléments. Ce résultat est classiquement rencontré dans le cas de calculs avec des modèles adoucissants [Rousselier, 1987]. Le choix de la taille de maille 80\*50, représentatif de la taille de la zone endommagée sur une éprouvette fissurée, s'avère donc pertinent pour représenter la rupture sur les éprouvettes DENT, comme c'était le cas précédemment sur les éprouvettes AE.

#### D. Validation des paramètres de comportement, d'endommagement et de rupture pour les éprouvettes SENB

Pour tous les essais de traction, il n'est pas utile de mailler les mors ou la ligne d'amarrage nécessaire à l'essai. En revanche en flexion trois points, il faut mailler non seulement l'éprouvette mais également le marteau qui vient impacter l'éprouvette ainsi que les appuis. De plus, il faut assurer les conditions de contact entre toutes ces structures. Pour des conditions de symétries évidentes, en 2D seul la moitié de l'éprouvette est maillée et un quart en 3D. Les résultats en 2D vont d'abord être présentés avec une étude précise de l'influence de la taille de maille. Par la suite on verra les calculs en 3D ainsi qu'en maillage mixte 2D3D.

##### D.1 Maillage des éprouvettes SENB en 2D

Les éprouvettes de flexion trois points en 2D sont maillées suivant les schémas exposés sur les figures V.17 et V.18.

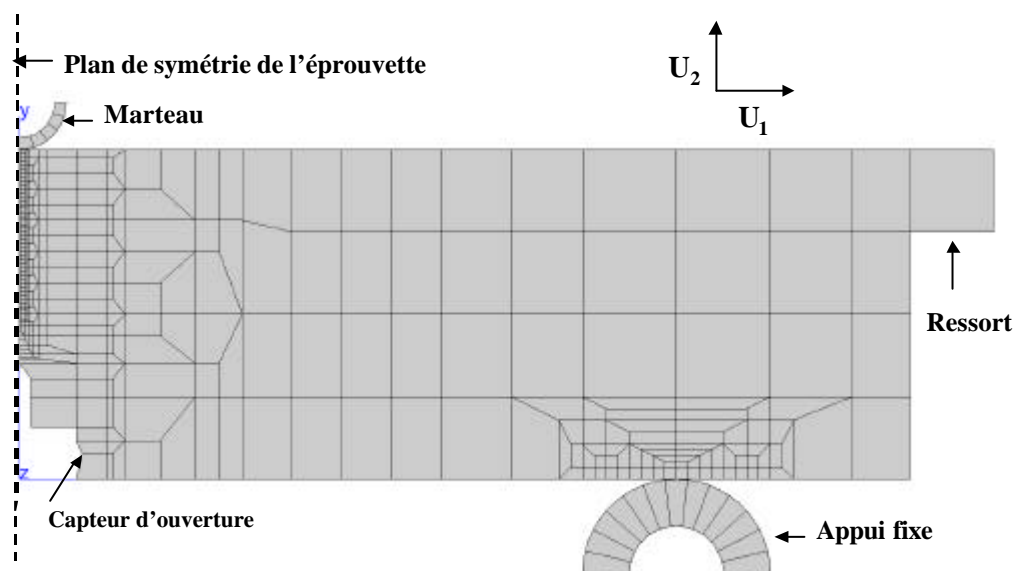


Figure V.17 Maillage d'une éprouvette sollicitée en flexion trois points, en 2D

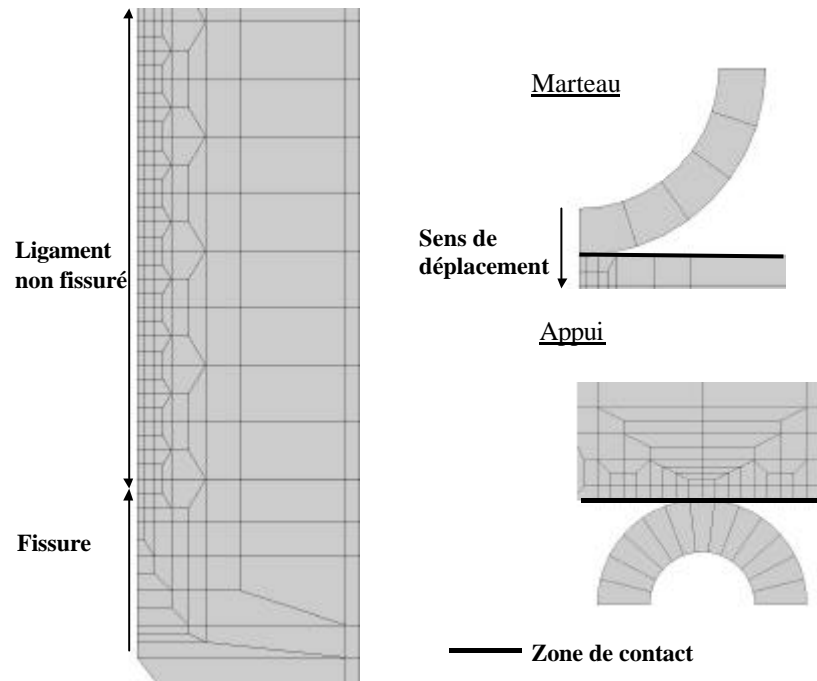


Figure V.18 Maillage du ligament non fissuré, du marteau, de l'appui et des zones de contact pour une éprouvette sollicitée en flexion trois points, en 2D

La moitié de l'éprouvette est représentée, ainsi que la moitié du marteau et un seul appui. On ajoute également un élément nommé ressort qui permet d'empêcher l'éprouvette d'avoir un mouvement de solide rigide. Les déplacements des nœuds du ressort sont égaux à zéro suivant  $U_1$  et  $U_2$  et son comportement est élastique ( $E = 1 \text{ MPa}$ ,  $\nu = 0.3$ ), avec un module d'Young faible.

L'appui est maillé en fixant également les déplacements nuls suivant  $U_1$  et  $U_2$ . Afin de permettre un bon contact, c'est à dire que l'éprouvette glisse correctement sur l'appui sans l'interpénétrer, il est nécessaire d'éviter tout contact direct entre les nœuds de l'appui et ceux de l'éprouvette.

Concernant le marteau, le déplacement est bloqué suivant  $U_1$  et le déplacement suivant  $U_2$  est imposé sur la partie haute du marteau. Le déplacement est celui du LVDT mesuré lors de l'essai expérimental. La vitesse est constante à  $0.15 \text{ mm/s}$ . Les mêmes conditions de contact sont à respecter c'est à dire que les nœuds entre l'éprouvette et le marteau ne doivent pas fusionner. Cela concerne principalement le nœud le plus à gauche et pour éviter toute fusion, le marteau est décalé en hauteur de quelques microns.

Le nœud représentant le capteur d'ouverture est placé dans l'encoche prévue à cet effet, au même endroit que l'éprouvette réelle. La zone fissurée et le ligament non fissuré sont maillés finement. L'étude de l'influence de la taille de maille sur la localisation et sur la propagation sera présentée par la suite.

Toutes les dimensions de l'éprouvette sont particulièrement respectées afin de représenter fidèlement l'expérience. Il manque cependant un paramètre pour réaliser le calcul. Il concerne le coefficient de frottement à utiliser pour représenter les contacts marteau-éprouvette et éprouvette-appui, en sachant que le marteau est en acier et l'appui en aluminium. Les données générales concernant le PVDF sur le site internet d'Arkéma indiquent que le coefficient de frottement entre le PVDF et l'acier ou l'aluminium est d'environ  $0.2$ . On choisit donc cette valeur comme coefficient de frottement dans les calculs. On verra également l'influence de ce paramètre sur la rigidité obtenue.

## D.II Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D

Le calcul en 2D comme pour les éprouvettes SENB peut se faire soit en conditions de contraintes planes soit en conditions de déformations planes. La taille de maille est identique à celles des autres éprouvettes, c'est à dire 80  $\mu\text{m}$  dans le sens de propagation et 50  $\mu\text{m}$  sur la hauteur.

Les paramètres  $f_c$  et  $p_c$  généralement obtenus à la fin de l'essai dans le cas de la traction, ont en flexion un rôle différent car ils ne seront pas les paramètres mesurés à la rupture mais ceux nécessaires à la propagation de la fissure dans l'éprouvette. Or, les comparaisons entre les deux conditions de calcul effectuées sur éprouvettes DENT ont révélé qu'en DP, à rupture le critère de coalescence est rempli, et en CP c'est le critère de plasticité limite qui est valable.

Pour que la propagation corresponde à la propagation expérimentale, on s'aperçoit très rapidement qu'un seul paramètre ne suffit pas. C'est la compétition entre les deux qui permet de respecter la propagation expérimentale. Celle-ci débute au moment de la force maximale. On rappelle que les valeurs de  $p_1$  et  $f$  dont il est question par la suite sont celles déterminées en pointe de fissure, dans le plan de symétrie de l'éprouvette (c'est à dire à cœur) sur le premier point de gauss du premier élément dans le ligament non fissuré.

En contraintes planes au moment de la force maximale, la valeur de  $p_1$  est très élevée ( $p_1 > 1.3$ ), celle de  $f$  est assez faible ( $f = 0.48$ ), on choisit alors de fixer la valeur de  $p_c$  comme paramètre critique. Cependant en cours de propagation, la coalescence intervient et une valeur trop faible ou trop élevée de  $f_c$  ne permet pas de propager correctement. Il est alors nécessaire d'ajuster les deux paramètres ensemble en sachant néanmoins qu'en CP une valeur limite trop faible de  $p_c$  ne permet pas de reproduire la force maximale.

En déformations planes, le même constat peut être fait mais cette fois-ci le paramètre critique est  $f_c$ . On reprend exactement les paramètres déterminés précédemment sur AE et DENT. A la force maximale,  $f_c = 0.65$  et  $p_c = 1.1$  sont atteints de façon conjointe.

Les résultats en DP sont présentés sur la figure V.19a et ceux en CP sur la figure V.19b.

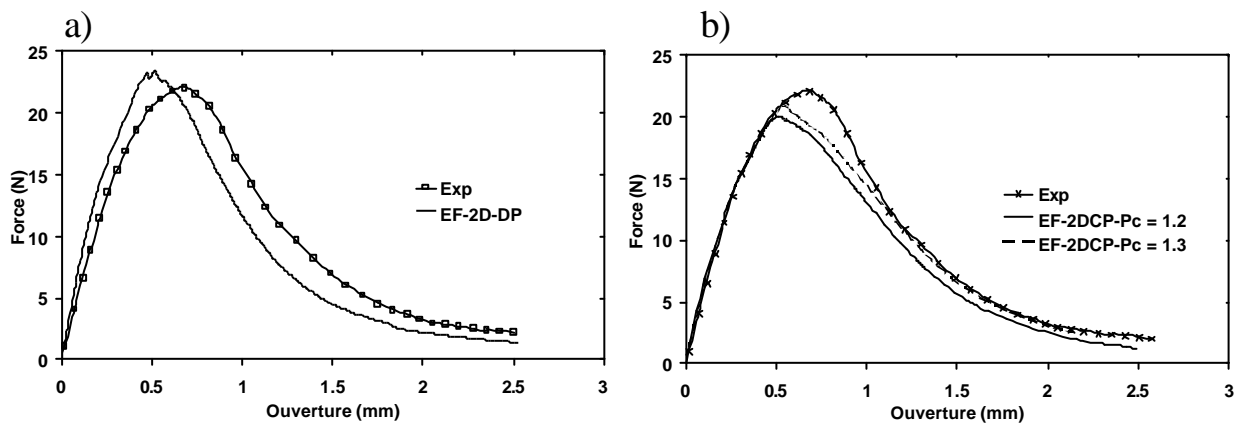


Figure V.19 Courbes force-ouverture pour les éprouvettes SENB en 2D, vitesse de déflexion 0.15 mm/s, 20°C, DP (a) et CP (b)

Les résultats en DP indiquent que la rigidité de la courbe expérimentale est surestimée, ce qui explique le décalage de la courbe sur la gauche par rapport à l'expérience. En reprenant les mêmes paramètres que ceux utilisés précédemment, on constate que la vitesse de propagation est bien reproduite. Pour le calcul en CP, les paramètres critiques  $f_c$  et  $p_c$  sont différents de ceux en DP, puisque  $f_c = 0.48$  ( $f_R = 0.52$ ), et  $p_c = 1.2$  ou 1.3, les deux cas étant présentés sur la figure V.19b. On constate que les

conditions de contraintes planes induisent une plasticité plus importante dans l'éprouvette, ce qui conduit à une vitesse de propagation plus lente, d'où une ouverture plus élevée que celle observée expérimentalement pour une force donnée.

L'étude de sensibilité sur le paramètre de frottement est présentée sur la figure V.20 avec deux valeurs choisies, 0.2 et 0.4. On rappelle que ce coefficient décrit le frottement entre le marteau et l'éprouvette et entre l'appui et l'éprouvette.

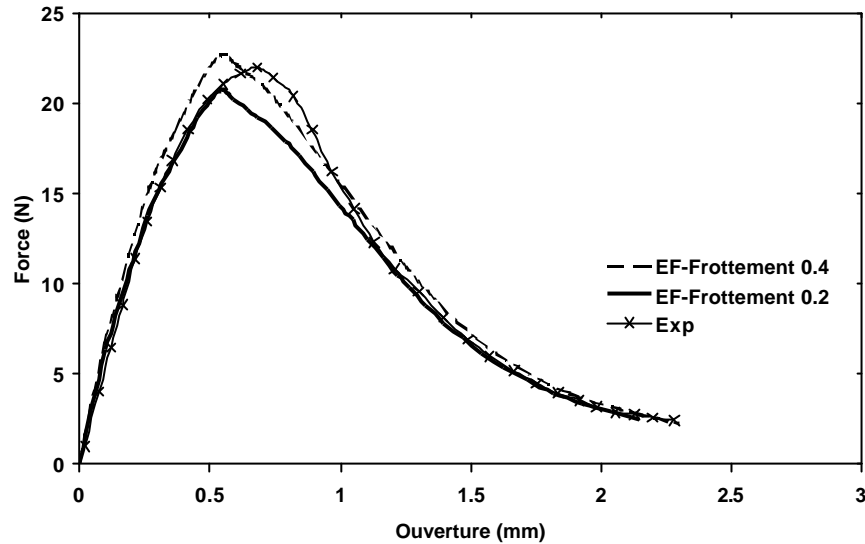


Figure V.20 Courbes force-ouverture expérimentale et simulées, éprouvette de flexion trois points, calcul en 2D-CP, 20°C, vitesse de déflexion 0.15 mm/s

L'augmentation du coefficient de frottement induit une plus grande rigidité du matériau, avec notamment une pente visco-élastique et une force maximale plus élevées. Ensuite, il n'y a pas de réelle différence entre les vitesses de propagation. La valeur fixée à 0.2 dans les calculs est prise en référence à des données concernant le frottement du PVDF avec un acier et un aluminium. Tous les calculs sont donc réalisés avec cette valeur.

### D.III Influence de la taille de maille sur l'amorçage et la vitesse de propagation

Les résultats précédents indiquent que le calcul en DP se rapproche plus des résultats expérimentaux. Cependant, suivant la taille de maille choisie il faut ajuster précisément les valeurs de  $f_c$  et de  $p_c$  pour avoir une propagation correcte. Le calcul en CP permet en revanche de mettre en évidence l'influence de la taille de maille, sans changer les valeurs critiques. On choisit donc d'utiliser le calcul en 2D-CP pour montrer l'influence de la hauteur et de la longueur de la maille en  $\mu\text{m}$ , avec comme exemple sur la figure V.21 les tailles de maille 80\*50, 160\*50, 160\*75, 320\*200.

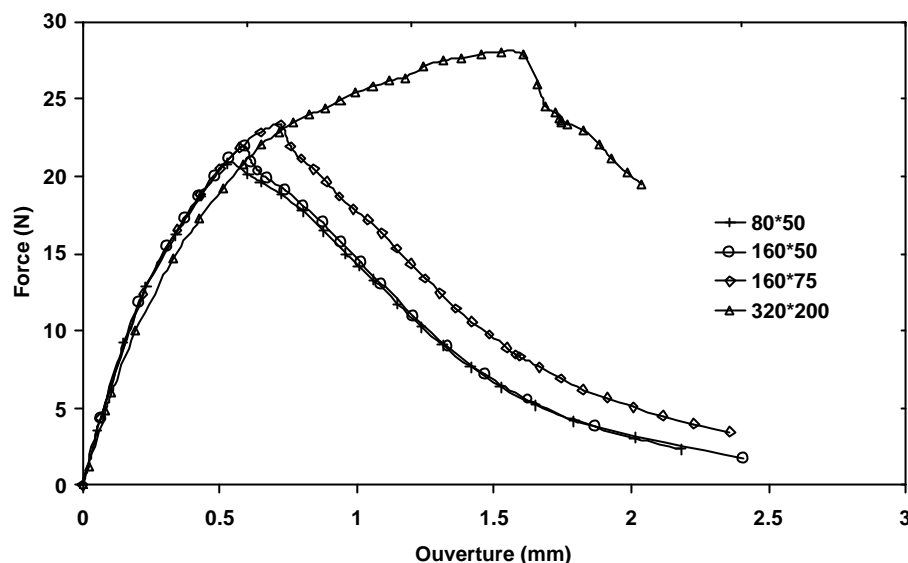


Figure V.21 Influence de la taille de maille sur les courbes force-ouverture pour les éprouvettes SENB en 2D-contraintes planes, vitesse de déflexion 0.15 mm/s, 20°C

On constate que pour une taille de maille supérieure à celle choisie pour la validation des calculs (80  $\mu\text{m}$  \* 50  $\mu\text{m}$ ), l'amorçage de la fissure est retardé. Au temps expérimental correspondant à la force maximale, il est possible de comparer les valeurs de  $f_c$  et de  $p_1$ , afin d'indiquer le retard de la localisation de la déformation avec une taille de maille trop importante. Concernant d'abord le taux de porosité maximal, la figure V.22 donne la répartition et les valeurs de  $f$  en pointe de fissure. Pour le même temps de calcul, on remarque une valeur de  $f$  très faible pour la maille 320\*200 comparée aux trois autres tailles de mailles, le maximum en pointe de fissure étant de 0.22. Une taille de maille trop importante induit une perte de confinement de la déformation.

La longueur de la zone concernée par le maximum de porosités  $f = 0.45$  est d'environ 410  $\mu\text{m}$  pour les éléments de tailles 80\*50 et 160\*50. En revanche, cette taille se réduit à 250  $\mu\text{m}$  pour les éléments 160\*75. On confirme ici les résultats obtenus sur les éprouvettes DENT c'est à dire que la hauteur de l'élément dans la zone fissurée a plus d'importance que la longueur. Une diminution de hauteur induit plus de confinement de la déformation, qui se traduit ici par un endommagement plus localisé en pointe de fissure.

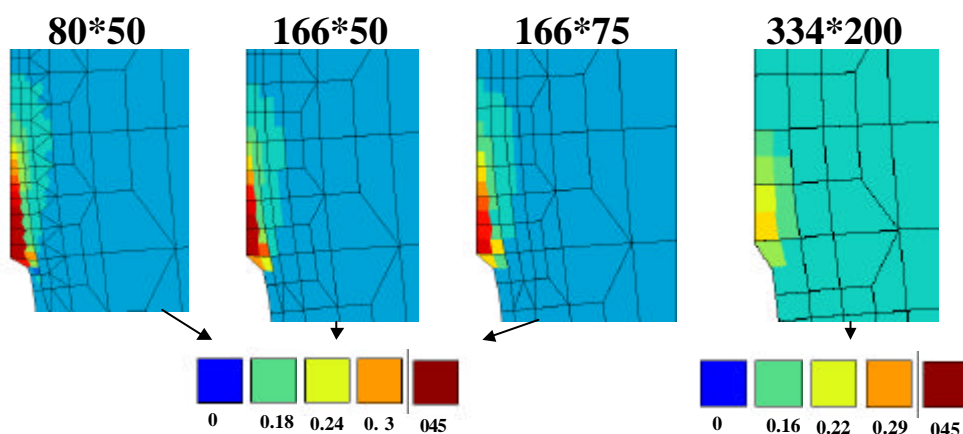


Figure V.22 Evolution du taux de porosités avec la taille de maille en pointe de fissure, éprouvettes SENB, 20°C, vitesse de déflexion à 0.15 mm/s, au temps  $t = 12$  secondes



Concernant les valeurs de la déformation plastique principale  $p_1$ , la même séparation que précédemment entre les différentes tailles de maille peut être faite (cf. Figure V.23).  $p_1$  atteint 0.45 en pointe de fissure pour la maille 334\*200, 1.15 pour la maille 166\*75 et 1.5 pour les mailles 80\*50 et 166\*50.

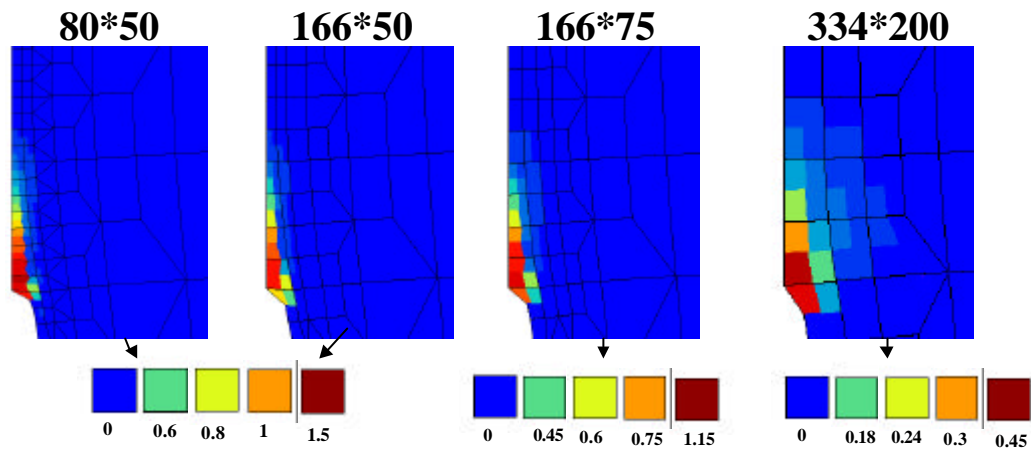


Figure V.23 Evolution de la valeur de déformation plastique principale avec la taille de maille en pointe de fissure, éprouvettes SENB, 20°C, vitesse de déflexion à 0.15 mm/s, au temps  $t = 12$  secondes

La taille de maille a donc un impact considérable sur les résultats, notamment sur les paramètres de rupture, ce qui s'explique aisément par le caractère adoucissant du modèle. Elle est choisie identique pour toutes les géométries. Le fait de l'avoir ajustée à partir de la taille de la zone endommagée en pointe de fissure permet de lui conférer un sens physique et de justifier la validité des paramètres de rupture ductile. On peut considérer ainsi que la taille de maille est un paramètre matériau à ajuster, et que celle choisie ici (80\*50) est très correcte pour la détermination des critères de rupture sur toutes les géométries.

#### D.IV Résultats des calculs sur éprouvettes SENB en 2D3D et 3D

Les calculs en 2D réalisés sur les éprouvettes SENB ont montré une bonne correspondance avec les résultats expérimentaux, avec néanmoins un fort effet des conditions de contraintes planes et de déformations planes. Ici, on va s'affranchir de ce problème en réalisant les calculs d'abord en 3D puis en 2D3D afin de limiter le temps de calcul, important à cause des conditions de contact. La géométrie est la même que celle étudiée en 2D, on procède simplement à un processus d'extrusion, qui permet de rajouter la dimension épaisseur. L'extrusion n'est réalisée que sur la moitié de l'épaisseur toujours pour des raisons de symétrie.

Les géométries en 2D3D et en 3D sont présentées respectivement sur les figures V.24 et V.25. La zone en 3D sur le maillage 2D3D est décalée de quelques millimètres afin d'avoir une meilleure visualisation.

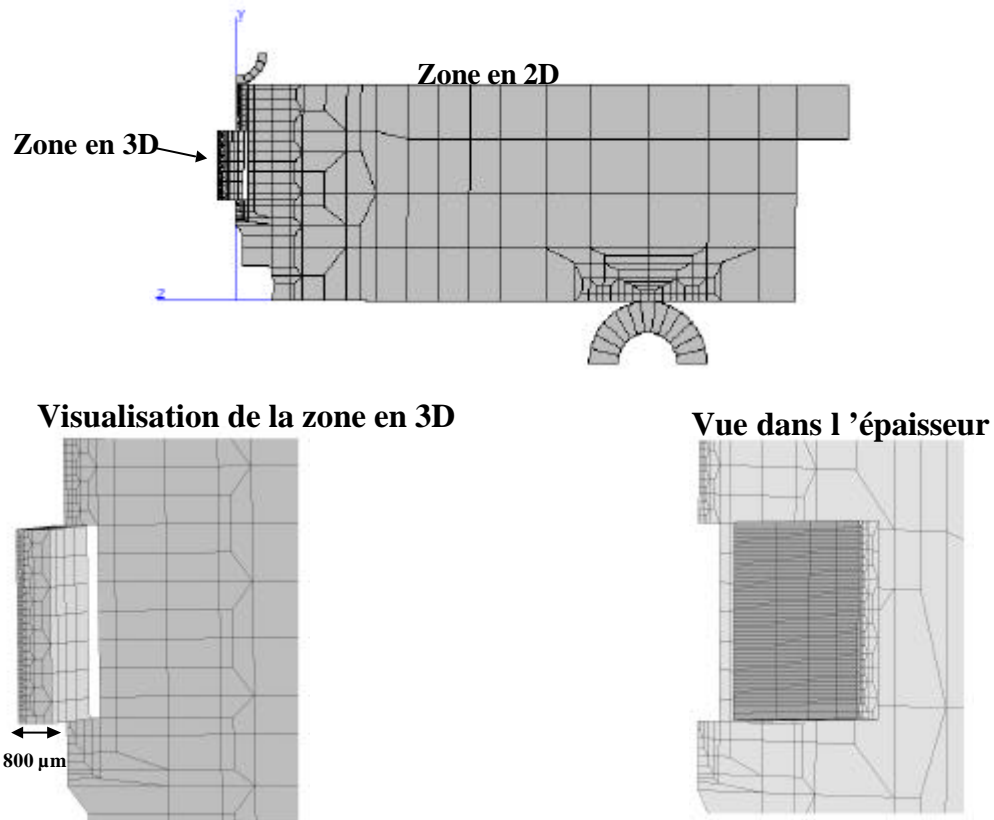


Figure V.24 Maillage de l'éprouvette de flexion trois points en 3D

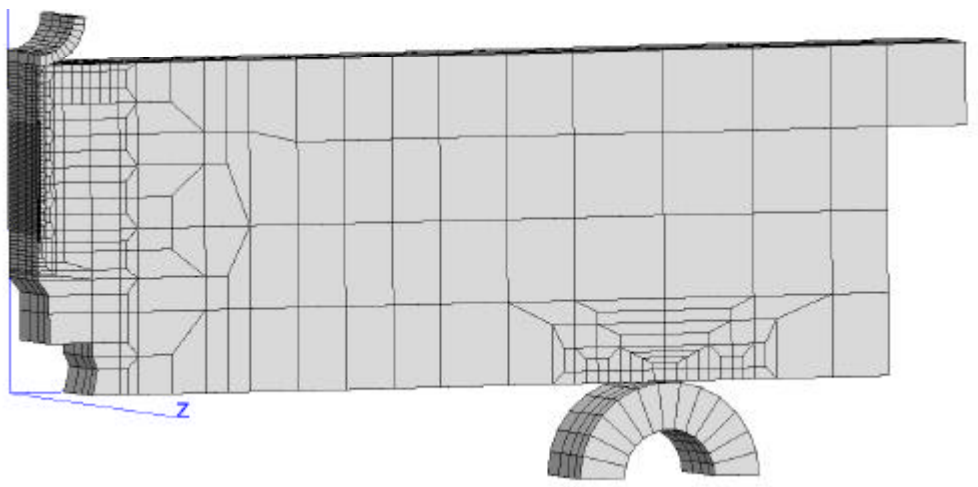


Figure V.25 Maillage de l'éprouvette de flexion trois points en 2D3D

Pour définir la géométrie 2D3D, on réalise au préalable un calcul en 3D où on regarde quelle est la zone qui est concernée par une déformation significative. Cette zone sera alors maillée en 3D, contrairement au reste de l'éprouvette qui sera maillé en 2D-CP. La largeur de cette zone est de  $800\ \mu\text{m}$  (cf. Figure V.24), et sa longueur concerne normalement tout le ligament non fissuré, en pointe de fissure. Ici, on a choisi de ne pas mailler le ligament en entier et on arrête le calcul quand toute la zone en 3D a été fissurée. Ce choix est fait pour des raisons de temps de calcul élevés. A titre d'exemple, un calcul en 3D complet (8792 nœuds et 2180 éléments) dure en moyenne trois jours, le même calcul en 2D3D (1326 nœuds et 422 éléments) dure une journée et demi. Ainsi, le calcul en 3D dure en moyenne deux fois plus longtemps.

Pour le calcul en 3D, le marteau, le ressort et l'appui sont également maillés en trois dimensions. Les éléments sont choisis quadratiques à intégration réduite sauf dans la zone de contact où les éléments sont maillés en linéaire. Le calcul est réalisé en grandes déformations dans la zone 3D. Le calcul a été effectué pour les deux géométries 2D3D et 3D, les résultats sont donnés sur la figure V.26, toujours en force-ouverture, avec des croix pour les résultats expérimentaux, un trait plein pour le résultat du calcul 3D et des pointillés pour le résultat du calcul en 2D3D.

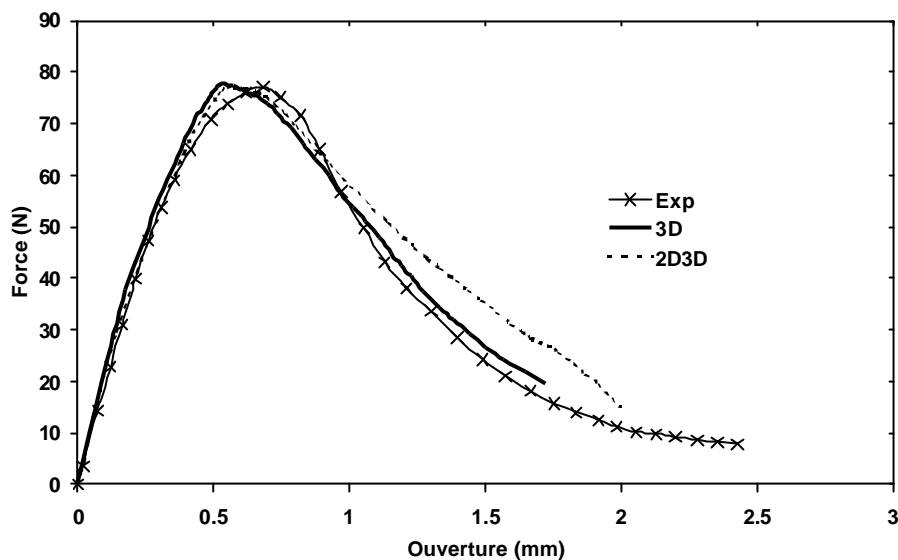


Figure V.26 Résultats des calculs en 2D3D et 3D pour une éprouvette de flexion trois points, 20°C, 0.15 mm/s

Le calcul en 2D3D est arrêté pour l'ouverture 2 mm qui correspond à la propagation dans toute la zone 3D, la suite étant en 2D-CP. On remarque une très bonne correspondance avec la courbe expérimentale, même si le calcul sous-estime légèrement la vitesse de propagation. En effet, la vitesse d'ouverture est plus lente pour le calcul simulé ce qui exprime une propagation plus faible pour une force donnée. Différents paramètres ont été étudiés pour améliorer ce résultat : la taille de maille, les valeurs des paramètres critiques nécessaire à la propagation. Il s'avère que le seul paramètre qui permet d'améliorer la correspondance entre le calcul et l'expérience au niveau de la propagation est le paramètre  $K$  de la loi de Norton dans le modèle de comportement (cf. Chapitre IV, équation 16). Ce paramètre rend compte de la viscosité. Ainsi, pour augmenter la pente finale de la courbe, il serait nécessaire de prendre un paramètre  $K$  plus faible, proche de 10. Cependant, cette valeur induit obligatoirement comme on l'a vu au chapitre IV (B.III) une non prise en compte de la viscosité dans le matériau. Ainsi la valeur  $K = 20$  choisie correspond à un compromis entre une prise en compte partielle de la viscosité notamment pour les essais sur éprouvettes lisses à différentes vitesses et la modélisation de la vitesse de propagation en flexion.

Comme en 2D, la taille de maille joue un grand rôle sur les paramètres critiques à choisir pour amorcer correctement la propagation. On a conservé la même taille de maille et les mêmes paramètres critiques que pour les autres géométries ( $p_c = 1.1$  et  $f_c = 0.65$ ) et on montre une très bonne corrélation avec les résultats expérimentaux. Afin simplement de montrer l'influence des paramètres de rupture, on présente deux courbes avec les mêmes paramètres critiques, mais avec un taux de porosité à rupture  $f_U$  variant entre 0.68 et 0.70 (cf. Figure V.27). On montre ainsi qu'une augmentation de  $f_U$  permet de retarder la chute de charge au moment de l'amorçage de la fissure.

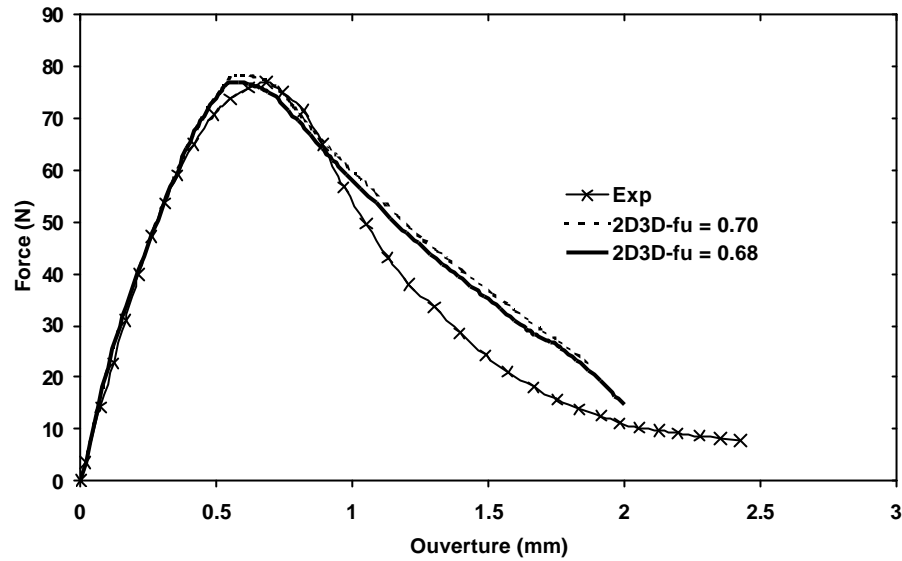


Figure V.27 Résultats du calcul 2D3D pour une éprouvette de flexion trois points, vitesse de déflexion à 0.15 mm/s, à 20°C, pour deux valeurs du taux de porosité à rupture  $f_U$

### Conclusion

Tous les paramètres de comportement et d'endommagement du modèle GTN identifiés sur les éprouvettes de traction lisses et entaillées ont été validés sur les éprouvettes fissurées pour une taille de maille définie à partir de l'observation des mécanismes, à la fois en traction et en flexion. Cela permet de confirmer notamment l'évolution imposée au paramètre  $q_2$ , ainsi que la valeur exceptionnellement faible de  $q_1$ .

Les calculs sur éprouvettes fissurées ont de plus permis de confirmer les deux paramètres critiques à rupture établis : une déformation plastique critique  $p_c$  pour les éprouvettes de faible taux de triaxialité et un taux critique de porosité induisant la coalescence des cavités  $f_c$  puis la rupture pour les taux de triaxialité plus élevés. Afin de générer effectivement la rupture des éléments, le paramètre  $q_1$  est alors défini comme dépendant lui aussi de la déformation plastique principale. En dessous de  $p_1 = 1.1$ ,  $q_1$  a pour valeur 0.8, et pour  $p_1 > 1.1$ ,  $q_1$  augmente rapidement. Il peut alors rapidement atteindre la condition de rupture liée à la cavitation qui est  $f_R = 1/q_1$ .

La rupture est donc identifiée comme du crazing où soit la déformation limite des fibrilles, soit la coalescence des cavités voisines va induire la transformation du craze en fissure c'est à dire la rupture du matériau.

Il s'agit maintenant d'expliquer pourquoi il n'a pas été obtenu le même type de propagation suivant la géométrie des éprouvettes, pourquoi en flexion la propagation est stable alors qu'elle est instable très rapidement en traction.

## E. Critères d'instabilité de la fissure suivant le chargement

Les résultats sur éprouvettes fissurées ont montré une différence entre les essais de flexion et les essais de traction : la propagation de la fissure en flexion est stable jusqu'à  $-30^{\circ}\text{C}$ , alors qu'elle est instable dès  $20^{\circ}\text{C}$  en traction. Expérimentalement, on considère instable une fissure qui se propage trop rapidement pour être enregistrée expérimentalement en sachant que l'acquisition se fait à une fréquence de 1000 Hz. En flexion, on obtient la courbe force-ouverture jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette, en revanche en traction sur éprouvettes fissurées le début de propagation provoque une propagation instable quasi-instantanée.

### E.I L'instabilité de propagation expliquée par l'approche globale

Avant de présenter les explications fournies à l'aide du calcul par EF, on s'est intéressé aux résultats de la littérature concernant les différences de propagation observées entre les différentes géométries. Sans avoir directement une comparaison entre une SENB et une DENT, on peut néanmoins s'intéresser à la comparaison entre une éprouvette CT (Compact Tensile) et une éprouvette CCP (Center Crack Panel), c'est à dire fissurée dans l'intérieur et non sur les côtés. Siegmund et Brocks ont étudié les différences qui existent entre ces deux types de géométries. Ils différencient le travail nécessaire à la séparation due à la fissure, du travail de dissipation liée à la plasticité, en utilisant le modèle de zone cohésive. Cette distinction permet de montrer que l'éprouvette CT, de part son confinement important, a une dissipation moindre par rapport à l'éprouvette CCP. La conséquence sera que la propagation dans une éprouvette CCP sera beaucoup plus stable que pour une éprouvette CT [Siegmund et Brocks, 2000]. L'instabilité peut donc être expliquée par une différence de confinement de la plasticité entre deux éprouvettes. D'autres explications peuvent également être fournies comme l'effet de la complaisance de la machine, les dimensions des éprouvettes, ou même le mode de chargement

#### E.I.1 Influence de la complaisance de la machine

Nous avons déjà évoqué dans le chapitre II (D.II.3) que la longueur de l'éprouvette pouvait avoir une influence sur la stabilité de la propagation d'une fissure. Une comparaison est faite entre différents types de conditions limites par l'utilisation de la courbe R [Broek, 1986].

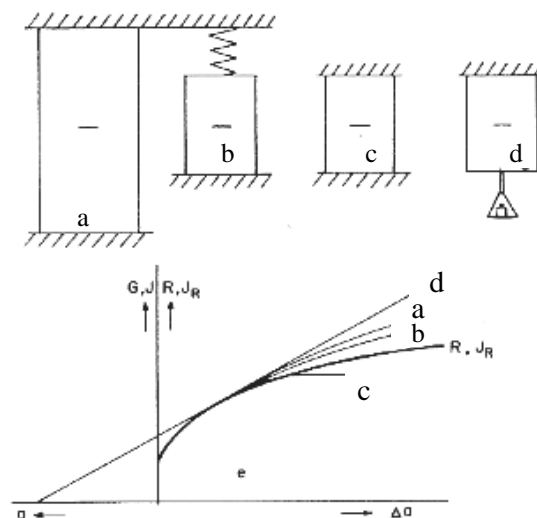


Figure V.28 Utilisation de la courbe R pour indiquer les différents modes de propagation d'une fissure en traction [Broek, 1986]

Quatre éprouvettes sont étudiées : une éprouvette de grande longueur (a), une éprouvette courte à laquelle est ajoutée en série un ressort de complaisance  $C$  donnée (b), une éprouvette courte (c), ces trois premières étant pilotées en déplacement et une éprouvette courte pilotée en charge (d) (cf. Figure V.28). Hormis leur longueur, toutes les éprouvettes ont la même géométrie. Les trois premières éprouvettes sont pilotées au même déplacement.

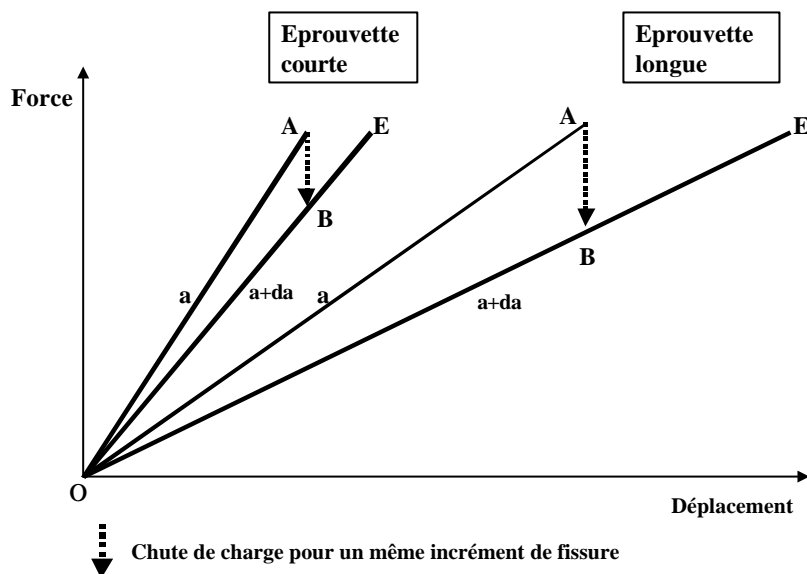


Figure V.29 Courbes force-déplacement pour deux éprouvettes CCP, longue et courte

Pour une fissure de longueur  $a$ , le segment OA représente la courbe force-déplacement en régime élastique (cf. Figure V.29). Une éprouvette longue (éprouvette a) sera caractérisée par un déplacement global plus important que l'éprouvette courte (éprouvette c). Pour une fissure de longueur  $a+da$ , la courbe force-déplacement est donnée par le segment OE. Si on suppose une propagation de fissure de  $a$  à  $a+da$  pour une machine rigide, la charge va chuter de A à B, pour un déplacement constant. Or l'aire OAB représente le taux de restitution d'énergie  $G$  [Broek, 1986]. Ainsi,  $G$  sera plus important dans le cas de l'éprouvette longue que dans le cas de l'éprouvette courte. Cette représentation explique pourquoi sur la figure V.28, la courbe relative à la petite éprouvette se situe en dessous de la courbe R ( $G$  faible), c'est à dire que la propagation est stable dans ce cas, contrairement à l'éprouvette longue dont la courbe caractéristique se situe au-dessus de la courbe R ( $G$  élevé).

La figure V.28 montre également que le taux de restitution d'énergie est plus faible dans le cas d'un essai à déplacement donné que pour un essai à force imposée. En effet,  $G$  est représenté par les triangles OAE à force imposée et OAB à déplacement imposé. Enfin, les résultats indiquent qu'une grande éprouvette peut être assimilée à une petite éprouvette associée avec un ressort. De part et d'autre de la fissure, le déplacement sera uniquement d'origine élastique.

Nous avons déjà présenté les résultats de Paris *et al* au chapitre II (D.II.3) concernant l'influence de la longueur de l'éprouvette  $L$  sur la stabilité des structures fissurées [Paris et al, 1979]. Leurs travaux ont également porté sur l'influence de la complaisance de la machine sur les résultats. Ils montrent ainsi sur différents types d'éprouvettes (CCP, DENT, AE, SENB) qu'une machine souple (comparable à une grande longueur) aura comme conséquence d'augmenter l'instabilité de la structure. Leurs résultats sont donc complémentaires à ceux présentés par Broek.

### E.I.2 Influence de la géométrie

Pour analyser l'influence de la géométrie, on va rappeler les travaux de Paris *et al* qui présentent entre autre une étude de la stabilité de la propagation pour les éprouvettes SENB, DENT et CCP, c'est à dire une éprouvette de flexion et deux éprouvettes de traction. Entre ces deux géométries de traction, la

position des fissures est différente et influe sur la stabilité de la propagation dans l'éprouvette. Entre les deux éprouvettes, le confinement de la déformation n'est pas identique.

Si on schématise les lignes de glissement dans les différentes éprouvettes, on remarque que pour une éprouvette DENT, toute la déformation est concentrée presque exclusivement dans le ligament en pointe de fissure. Cela aura pour conséquence d'induire une grande instabilité de cette structure. En revanche, pour l'éprouvette CCP, la position de la fissure induit des lignes de glissement élargies, d'autant plus que la fissure est petite. La conséquence sera une plus grande énergie dissipée et moins d'énergie confinée, donc moins d'énergie apportée à la pointe de la fissure pour la faire propager. Avec ce type de géométrie, une plus grande stabilité est induite. De même pour la géométrie de flexion trois points, on s'aperçoit que les lignes de glissement permettent là aussi une zone plastique assez large (cf. Figure V.30).

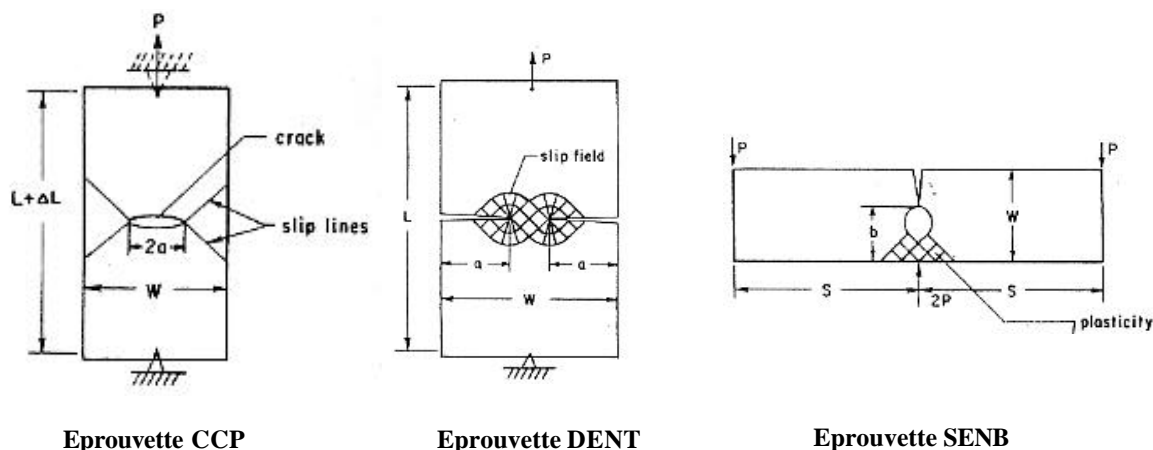


Figure V.30 Schéma des lignes de glissement et de la localisation de la plasticité pour trois types d'éprouvettes CCP, DENT, SENB [Paris et al, 1979]

Dans les travaux de Paris et al, l'expression de  $T$ , critère d'instabilité déjà présenté au chapitre II (D.II.3), pour les éprouvettes de flexion trois points est telle que [Paris et al, 1979] (2) :

$$T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{s^2} \leq \frac{4b^2 S}{W^3} - \frac{JE}{s_0} \quad (2)$$

$b$  est la longueur de ligament restant, il intervient dans le critère d'instabilité. Le terme de gauche de l'inégalité est fixe (paramètre matériau). Si le terme de droite est tel que l'instabilité se déroule,  $b$  va diminuer au cours de la propagation jusqu'à ce que l'inégalité ne soit plus vérifiée. On peut se retrouver alors avec une valeur de critère inférieure à la valeur critique d'instabilité. La stabilité peut alors être assurée et s'il n'y a pas eu d'instabilité au départ, le fait que le terme de droite diminue, conserve la stabilité du début jusqu'à la fin. Ce résultat évidemment ne sera possible que quand l'instabilité sera due à du déchirement ductile et non du clivage. Dans le cas des éprouvettes CCP et DENT, l'expression de  $T$  est telle que [Paris et al, 1979] (3) :

$$T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{s^2} \leq \frac{aL}{W} \quad (3)$$

avec  $L$  la longueur de l'éprouvette et  $W$  sa largeur, avec  $a = 2$  pour l'éprouvette CCP et  $a = 12$  pour l'éprouvette DENT. Dans ce cas, on constate qu'il n'y a pas de paramètre pouvant en cours de propagation diminuer la valeur du terme de droite de l'inégalité. Ainsi, pour ce type d'éprouvette, les conditions initiales (de stabilité ou non) seront conservées tout au long de l'essai. Dans notre étude, il s'avère que les éprouvettes DENT sont en conditions d'instabilité. Par ailleurs avec l'équation (3), on peut voir l'effet de longueur  $L$ . Une éprouvette plus longue va assurer l'inégalité (3) et favoriser l'instabilité.

On voit par cette étude qu'un chargement de flexion sera géométriquement plus stable qu'un chargement de traction. Ainsi, la notion d'instabilité ne sera pas qu'une fonction de la vitesse et de la température. Elle sera aussi dépendante du type de géométrie, des dimensions des éprouvettes, et des modes de chargement (en déplacement ou en force), de la complaisance de la machine. Bien que le paramètre  $T$  soit un paramètre matériau, la limite critique de stabilité sera dépendante de toutes les conditions évoquées.

A l'aide du calcul par éléments finis, il va s'agir maintenant de définir quel est le critère local qui explique les conditions d'instabilité de propagation.

## E.II Paramètres critiques de propagation déterminés par éléments finis

On va s'intéresser maintenant aux résultats de l'approche locale fournis par le modèle pour expliciter les différents modes de propagation. Nous allons dans un premier temps regarder les vitesses de propagation estimées par le modèle. Dès qu'un élément a rempli les conditions de rupture, une procédure permet de l'indiquer comme cassé. On suit alors au cours du temps l'évolution de la zone où la fissure s'est propagée pour les géométries SENB et DENT.

### E.II.1 Résultats de la propagation sur les éprouvettes SENB

On choisit de comparer les vitesses de propagation issues des calculs en 2D déformations planes, en 2D3D et en 3D. Dans les trois cas, la longueur de l'élément est de  $80\ \mu\text{m}$ . Les résultats de propagation pour les trois calculs sont donnés sur la figure V.31, en sachant que pour les éprouvettes 2D3D et 3D, la propagation est maximale en cœur d'éprouvette et que c'est à cet endroit que les mesures de propagation sont effectuées.

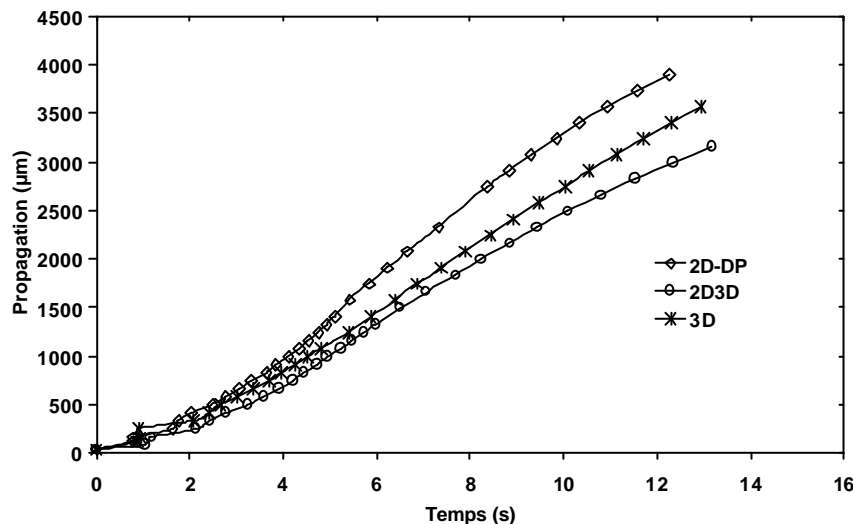


Figure V.31 Evolution de la propagation déterminée en flexion trois points à  $20^\circ\text{C}$  et  $0.15\ \text{mm/s}$  pour les conditions 2D-DP (losanges), 2D3D (cercles) et 3D (croix).

On remarque que la vitesse de propagation est constante après une phase de transition au début de l'amorçage de la fissure. La vitesse en 2D-DP est plus rapide qu'en 3D et plus rapide qu'en 2D3D. Cette différence s'explique comme pour les courbes force-ouverture par le confinement de la plasticité dans l'éprouvette. En 2D-DP, le confinement de la plasticité est maximal dans toute l'éprouvette. En calcul 3D, l'effet d'épaisseur est présent contrairement au calcul 2D, ce qui implique un effet de bords associé à l'effet de cœur en pointe de fissure. En revanche en 2D3D, seule la zone entourant la pointe de la fissure est en 3D. Le reste de l'éprouvette est en conditions de 2D-CP, ce qui induit une perte de



confinement de plasticité dans le reste de l'éprouvette. Le confinement de la plasticité dans l'éprouvette suit donc l'ordre décroissant suivant : 2D-DP, 3D, 2D3D. Une perte de confinement de la plasticité induit une augmentation de la ductilité, mise en évidence par une vitesse d'ouverture plus lente et donc une vitesse de propagation également plus faible.

La figure V.32 indique pour le même temps expérimental la carte des iso-valeurs de la déformation plastique principale  $p_1$  en pointe de fissure sur le plan en surface. Pour le même chargement limite, les résultats en cœur d'éprouvette, c'est à dire là où la propagation est maximale sont donnés en annexe V.1.

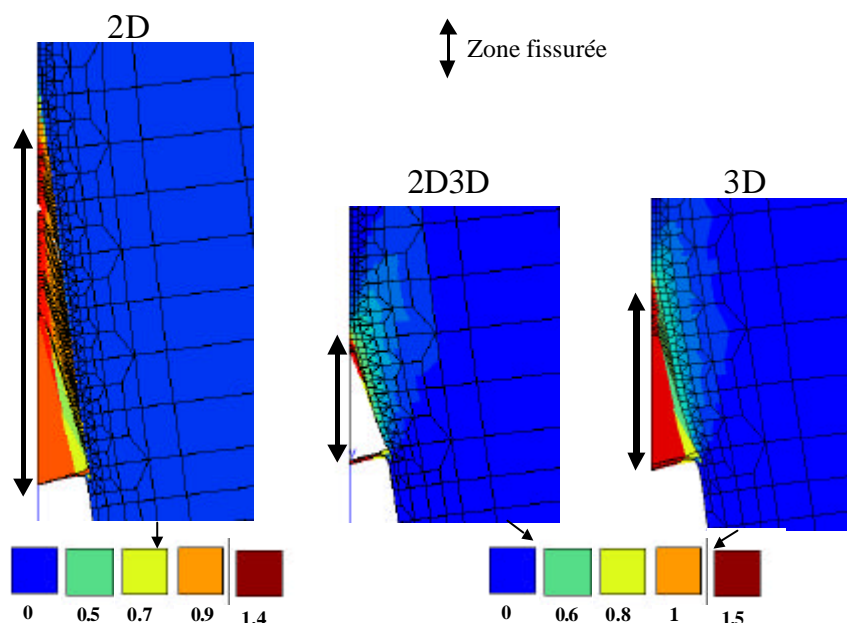


Figure V.32 Iso-valeurs de la déformation plastique principale  $p_1$  pour un calcul en 2D-DP, en 2D3D et en 3D

L'amorçage a lieu en fond de fissure. La zone où la fissure s'est propagée est indiquée en rouge, excepté sur le calcul en 2D3D où les éléments cassés sont complètement enlevés de la visualisation. On constate que la propagation de la fissure est plus importante en 2D qu'elle ne l'est en 3D et encore plus par rapport au calcul en 2D3D. En 2D, la zone concernée par une augmentation de la déformation plastique ne concerne qu'une bande sur 50  $\mu\text{m}$  de hauteur. Le confinement de la plasticité est ainsi nettement mis en évidence. Entre le calcul en 3D et celui en 2D3D, la différence est moins nette mais néanmoins en 2D3D, la plasticité envahit une zone un peu plus large.

Les iso-valeurs de  $p_1$  données en annexe V.1 en cœur d'éprouvette ne permettent pas de faire les mêmes remarques sur la localisation de la plasticité, justement parce qu'en cœur d'éprouvette on est parfaitement en DP, c'est à dire comme le calcul 2D-DP complet. On retrouve alors que seule la première hauteur d'éléments est concernée par la déformation plastique. Cependant, les résultats du calcul sont une moyenne du comportement de tous les éléments et expliquent la perte de confinement suivant la géométrie.

Concernant la valeur de la vitesse de propagation, elle varie entre 250  $\mu\text{m/s}$  et 400  $\mu\text{m/s}$  suivant les conditions de calcul. On retiendra la valeur de 300  $\mu\text{m/s}$  correspondant aux résultat du calcul 3D comme vitesse de référence de vitesse de propagation de fissure pour les éprouvettes de flexion trois points, à 20°C pour une vitesse de déflexion de 0.15 mm/s. Il serait possible de vérifier cette valeur en utilisant expérimentalement des jauges à brins collées en avant de la fissure. La rupture de ces jauges avec l'avancée de la fissure permettrait d'avoir une idée de la vitesse de propagation expérimentale.

## E.II.2 Résultats de la propagation sur éprouvettes DENT

Les éprouvettes DENT ont été étudiées pour différentes longueurs de fissure. On va s'intéresser aux vitesses de propagation calculées pour le cas d'une petite fissure ( $a/B = 0.1$ ) et le cas d'une grande fissure ( $a/B = 0.5$ ). En flexion trois points, l'amorçage de la propagation se fait toujours en cœur d'éprouvette. En revanche comme on va le voir par la suite pour les éprouvettes DENT, suivant la longueur de la fissure, cette condition n'est pas toujours respectée.

### E.II.2.a Vitesses de propagation de fissure mesurées sur les éprouvettes DENT, $a/B = 0.1$

Pour les éprouvettes à fissures courtes, l'amorçage de la propagation en pointe de la fissure se fait près de la surface (cf. Figure V.33). Ensuite, toute l'épaisseur de l'éprouvette est envahie par la propagation pour finalement être maximale proche du cœur de l'éprouvette en fin de calcul. Il faut alors définir précisément où la mesure de l'avancée de la fissure est effectuée, soit en surface soit en cœur. On peut également choisir de mesurer simplement l'avancée maximale au cours du temps, en sachant que le maximum de propagation varie de place : il se situe près de la surface en début d'essai puis se déplace dans le cœur de l'éprouvette. Les différents cas vont être proposés et expliqués. Sur la figure V.33, on présente l'évolution de la zone fissurée pour une éprouvette  $a/B = 0.1$  à l'aide d'une vue sur la largeur. Le plan indiqué est le plan de symétrie 2 proposé sur la figure V.12, perpendiculaire à la direction de sollicitation. C'est aussi le plan de fissuration. La propagation de la fissure se matérialise par la couleur rouge. La zone préfissurée se situe sur la droite et le ligament restant sur la gauche.

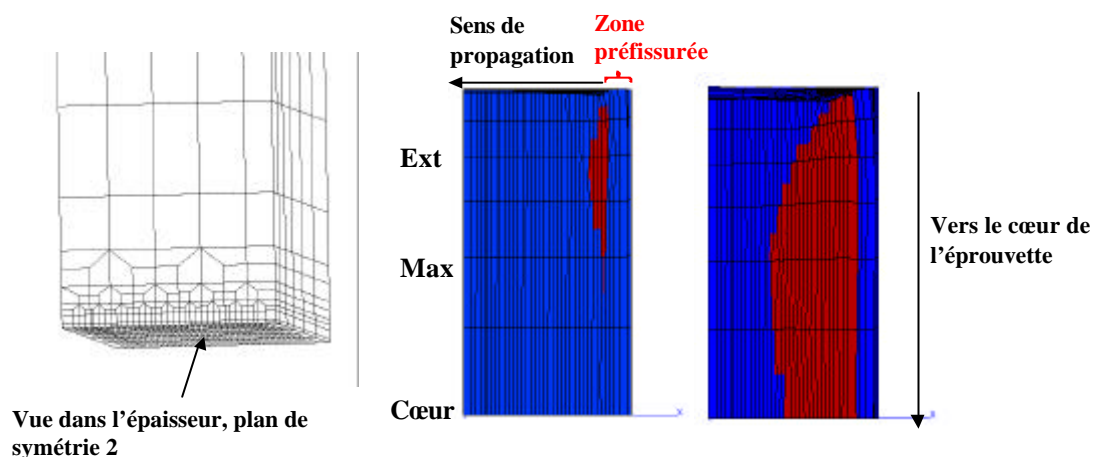


Figure V.33 Localisation de la zone fissurée pour une éprouvette DENT  $a/B = 0.1$ , au début et en fin de propagation, à  $20^{\circ}\text{C}$  et  $0.15\text{ mm/s}$

Sur la figure V.34 est présentée l'avancée de la fissure au cours du temps, pour trois endroits donnés. Le premier appelé *Ext* correspond à l'endroit où la fissure s'amorce, le second noté *max* correspond à la longueur maximale de la fissure au cours du temps, le troisième noté *cœur* correspond à l'avancée de la fissure en cœur d'éprouvette.

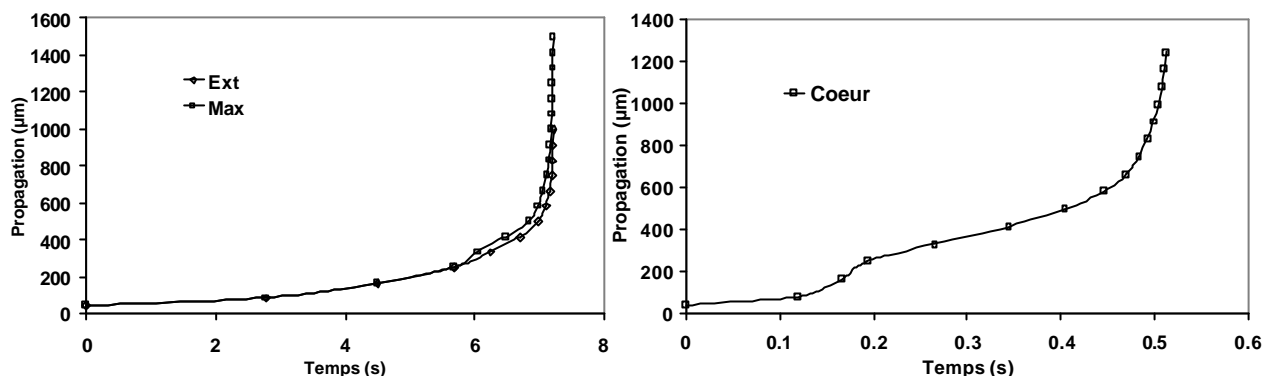


Figure V.34 Résultats de propagation pour une éprouvette DENT  $a/B = 0.1$ , pour trois positions,  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $0.15\text{ mm/s}$

Les courbes relatives aux positions *Ext* et *Max* suivent la même évolution et sont pratiquement superposables. L'amorçage s'initie près du bord de l'éprouvette, puis le maximum de propagation se rapproche du cœur de l'éprouvette en cours de calcul. La propagation issue du nœud cœur n'a pas été représentée sur le même graphique car l'échelle des temps est nettement plus faible. La propagation se fait en 0.5 secondes, alors qu'elle se fait en un peu plus de sept secondes dans le cas des deux autres positions. On ne s'intéressera qu'aux résultats relatifs à la position *max* de la fissure au cours de la propagation. La courbe montre nettement deux phases, voire trois phases de propagation. La première correspond à une fissuration stable sur environ  $200\ \mu\text{m}$ , puis une accélération témoignant du début de l'instabilité et enfin une accélération brutale et définitive de la propagation témoignant de la rupture fragile. Expérimentalement, pour les petites longueurs de fissure, l'amorçage n'a lieu que d'un seul côté. La propagation au centre de l'éprouvette se déroule sur  $2\text{ mm}$  avec deux zones distinctes : une zone très blanche témoignant de beaucoup de ductilité sur  $1.4\text{ mm}$  et une zone moins blanche mais néanmoins ductile sur  $0.6\text{ mm}$ . Au delà de cette zone, le faciès est fragile. Ces longueurs varient évidemment suivant la largeur de l'éprouvette et les valeurs données sont les valeurs maximales. Le faciès de propagation est donné en annexe V.2. La propagation pour ce type d'éprouvette ne se fait en général que d'un seul côté (cf. Annexe V.2). Il suffit d'une très faible différence de fissuration initiale pour mener à une propagation asymétrique. Il est alors difficile de comparer les valeurs de propagation numérique aux valeurs expérimentales, puisque le calcul considère une propagation symétrique.

Ainsi, sans essayer de comparer précisément les tailles des différentes zones, on conclut simplement de ces calculs sur petite longueur de fissure que deux vitesses bien distinctes sont observées, témoignant de deux modes de propagation : un premier mode ductile où la propagation est d'abord stable puis instable, pour ensuite une transition entre l'instabilité ductile et la rupture finale fragile.

#### E.II.2.b Vitesses de propagation de fissure mesurées sur éprouvette DENT, $a/B = 0.5$

Le même travail est réalisé pour une éprouvette avec une grande longueur de fissure. Cette fois-ci, la fissure s'amorce en cœur d'éprouvette, il n'est pas nécessaire de faire une distinction entre différentes positions. Les résultats sont présentés sur la figure V.35 avec la vue suivant le plan de symétrie 2 en fin de propagation.

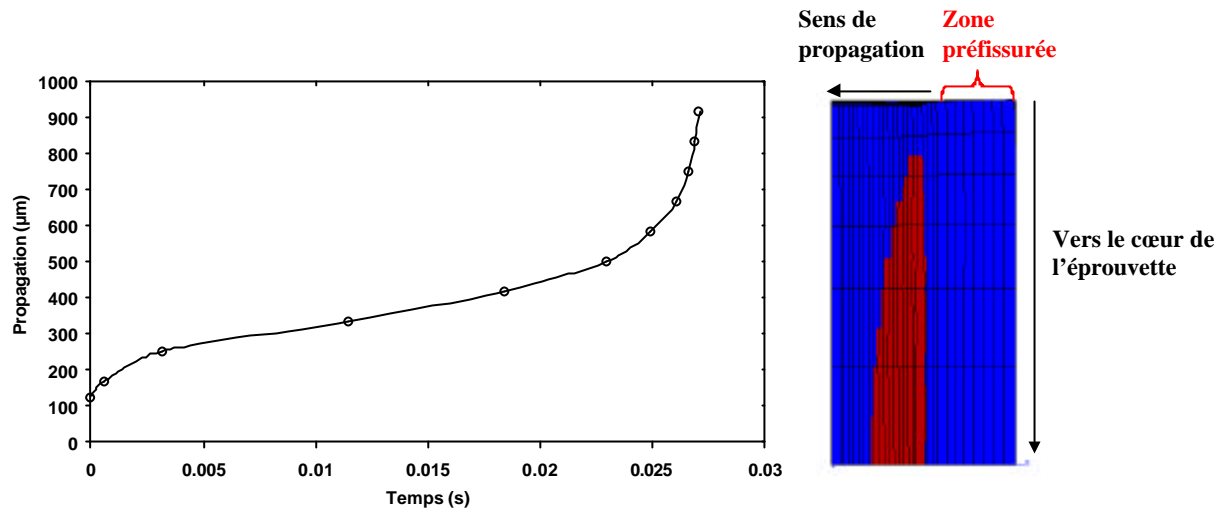


Figure V.35 Résultats de propagation pour une éprouvette DENT  $a/B = 0.5$ , en cœur d'éprouvette,  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $0.15\text{ mm/s}$

Comme pour l'éprouvette  $a/B = 0.1$ , on observe deux phases de propagation de la fissure. Une phase de stabilité sur  $400\ \mu\text{m}$  et ensuite l'accélération de la propagation. Cependant par rapport à l'éprouvette de petite fissure, la propagation se fait ici pour un temps global très faible, environ  $0.025\ \text{s}$ . Les vitesses de propagation seront alors très différentes. Il est là aussi difficile de comparer par rapport à la propagation expérimentale car le front de fissuration n'est pas droit et n'est pas forcément maximal au centre (cf. Annexe V.2). Cependant, les résultats expérimentaux indiquent qu'en moyenne la propagation s'est déroulée sur environ  $500\ \mu\text{m}$ , ce qui semble correspondre à la limite entre le régime de propagation stable/instable et celui de la rupture.

Si on simplifie les courbes en traçant deux portions de droite correspondant aux deux vitesses, une vitesse dite de propagation stable et une seconde de propagation rapide, on obtient une très nette différence entre les deux phases de propagation et entre les deux types d'éprouvettes. Concernant la première phase de propagation, la vitesse est d'environ  $50\ \mu\text{m/s}$  pour la fissure courte et  $10\ \text{mm/s}$  pour la fissure longue. Pour la phase d'accélération, la vitesse est d'environ  $10\ \text{mm/s}$  pour la fissure courte et entre  $150$  et  $400\ \text{mm/s}$  pour la fissure longue. Il faut alors préciser que les mesures des vitesses dépendent des points choisis pour délimiter les deux domaines de propagation. Il faut noter également que le calcul ne tient pas compte d'un éventuel échauffement adiabatique en pointe de fissure, pouvant modifier les valeurs de vitesse [Leevers, 1995].

On constate ainsi que la vitesse de propagation est nettement plus élevée pour l'éprouvette  $a/B = 0.5$ , témoignant de plus d'instabilité. Une fissure plus profonde aura donc comme effet de rendre la propagation plus instable par rapport à une fissure courte. Une fissure longue confine la déformation plastique plus en pointe de fissure, la dissipation est moindre, il y a plus d'énergie disponible pour la propagation. Une fissure courte subira plus les effets de bord, permettant d'élargir la zone plastique. Toute cette énergie utilisée dans la plasticité ne sera plus disponible pour la propagation.

Ces calculs indiquent aussi que les vitesses de propagation sont très différentes par rapport aux éprouvettes de flexion trois points. On montre ainsi par le calcul que les différences expérimentales observées entre les deux types d'éprouvettes s'expliquent par une vitesse de propagation différente, liée certainement à une différence d'énergie en pointe de fissure. Il y aura plus d'énergie dissipée en plasticité pour les éprouvettes de flexion que pour celles de traction. On considère que pour quelques centaines de microns par seconde, la propagation est dans un régime stable, et au dessus de cette vitesse elle est instable. Cela signifie que pour l'éprouvette avec une fissure longue, on se trouve très tôt en régime instable, bien que ductile. Il sera cependant difficile de délimiter précisément quelle vitesse permettra de transformer la propagation ductile en une rupture fragile.

### E.III Critères d'instabilité ductile-fragile

Les calculs par EF ont permis de reproduire les différences de propagation expérimentale observées par des mesures de vitesses de fissuration. Précédemment, il a été défini deux critères de rupture ductile, la déformation plastique principale critique  $p_c$  et la fonction de coalescence  $f_c$ . Ces deux paramètres permettent de décrire le crazing comme mécanisme de rupture ductile dans le PVDF.

Un problème néanmoins subsiste. En flexion, les faciès et le calcul indiquent une seule vitesse de propagation. Il n'y a pas de transition visible, c'est à dire qu'a priori la fissure n'accélère pas. La propagation dans le cas de la flexion trois points peut donc être qualifiée de stable. Elle est amorcée par l'atteinte des deux critères  $f_c$  et  $p_c$ , quasiment de façon conjointe.

En traction sur éprouvettes fissurées, on peut noter trois processus bien distincts : d'abord un amorçage ductile, la fissure se propage de façon stable, puis accélère, elle devient alors instable, puis la vitesse atteinte est telle que la rupture finale est fragile. Il y aurait donc deux vitesses critiques, une première permettant le passage stable-instable en déchirure ductile et la seconde ductile instable-fragile.

Sur les éprouvettes AE, dans le chapitre III (C.V), on a évoqué également qu'il pouvait exister trois microstructures différentes sur un même faciès de rupture. La première zone est caractéristique de la propagation stable, elle est visible notamment sur la totalité du faciès des AE4 à 20°C. Cette zone correspond à la zone d'amorçage, sa taille se réduit avec la diminution de rayon de courbure. Un second domaine est alors visible sur l'AE1.6, l'AE0.8 et l'AE0.15 et témoigne de l'effet de la triaxialité sur le mode de propagation. Il est séparé du premier domaine par des bandes discontinues qui se rapprochent avec l'avancée de la propagation, témoignant de l'accélération. Il existe ainsi une première transition stable/instable pour les éprouvettes AE1.6 et AE0.8. Néanmoins, le faciès reste complètement ductile même après cette transition. Sur l'éprouvette AE0.15 en revanche, une troisième zone est présente, elle a toutes les caractéristiques d'un faciès fragile. Sur cette éprouvette, on a visualisé l'amorçage et la propagation stable, suivis de la propagation instable et de la rupture fragile. Deux transitions sont donc effectives sur ce faciès : la transition stable/instable dans le domaine ductile et la transition entre l'instabilité ductile et la rupture fragile.

Ainsi, si on résume, il semble que les critères de déformation plastique principale et de coalescence permettent d'expliquer la rupture ductile des éprouvettes lisses, AE4, AE1.6, AE0.8 et de flexion trois points, ainsi que l'amorçage et le début de propagation des éprouvettes DENT. La vitesse de propagation et le passage stable-instable dépendront de la triaxialité et du mode de chargement.

Cependant dans les cas des DENT et AE0.15, c'est à dire des éprouvettes caractérisées par un taux de triaxialité élevé et un important confinement de la plasticité, on va avoir en plus de ces critères, un critère supplémentaire expliquant la très nette augmentation des vitesses de propagation qui fait que la propagation instable dégénère en rupture fragile.

#### E.III.1 Evaluation du taux de triaxialité des contraintes suivant la géométrie

Le taux de triaxialité des contraintes joue un rôle indiscutable sur les résultats. Il a été identifié comme le paramètre expliquant la nécessité de deux critères de rupture pour les éprouvettes entaillées suivant le rayon de courbure.

En se basant sur ce constat, on a cherché à analyser les valeurs ainsi que l'évolution du taux de triaxialité entre les différentes éprouvettes. Nous avons déjà montré auparavant que la triaxialité est d'autant plus importante que le rayon de courbure est faible. Ainsi c'est pour les éprouvettes fissurées que celle-ci est maximale. On s'intéresse alors uniquement aux éprouvettes DENT et SENB.

Les figures V.36 et V.37 indiquent les iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes pour une éprouvette DENT à fissure longue et une éprouvette SENB, juste avant la propagation et pour une propagation de 665  $\mu\text{m}$ .

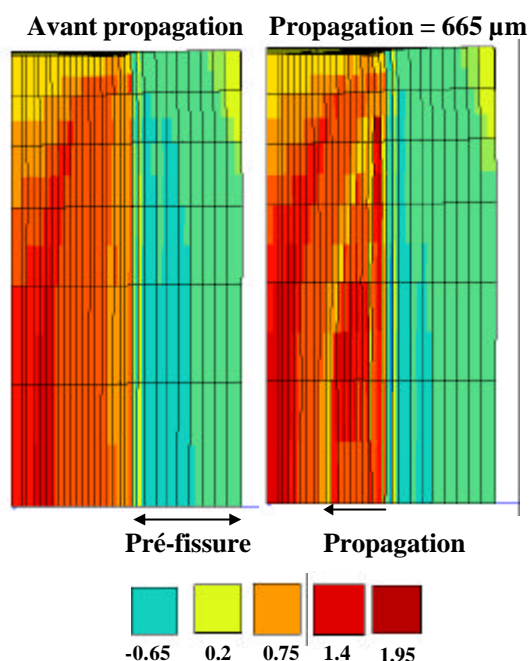


Figure V.36 Iso-valeurs de taux de triaxialité des contraintes avant propagation et pour une propagation de 665  $\mu\text{m}$ , éprouvette DENT, 20°C, 0.15 mm/s

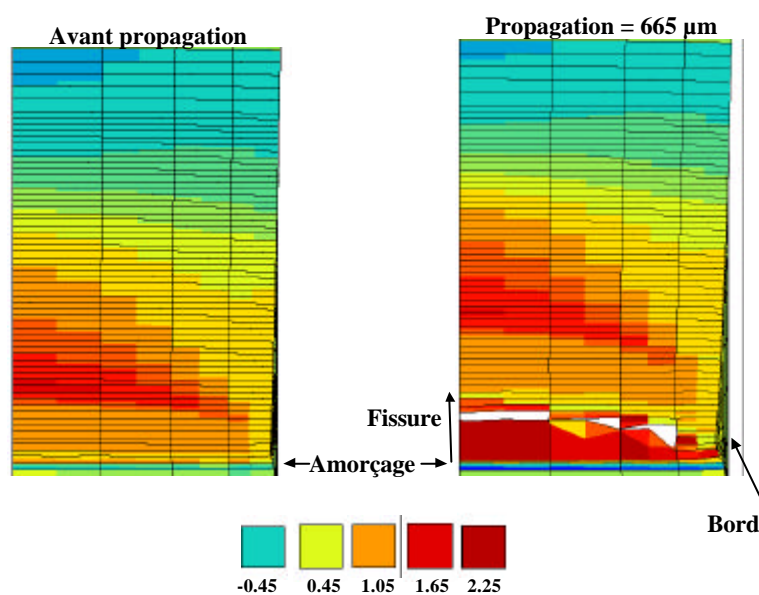


Figure V.37 Iso-valeurs du taux de triaxialité des contraintes avant propagation et pour une propagation de 665  $\mu\text{m}$ , éprouvette de flexion trois points, 20°C, vitesse de déflexion 0.15 mm/s

Trois remarques peuvent être faites concernant ces deux figures. Tout d'abord, avant le début de la propagation, le taux de triaxialité des contraintes est le même en avant de la pointe de la fissure pour une éprouvette DENT et une éprouvette SENB,  $\tau = 1.7$ . Il est maximum à environ 800-900  $\mu\text{m}$  en avant de la pointe de la fissure. Le calcul montre d'ailleurs assez bien l'effet cœur/peau sur les valeurs de  $\tau$ . En cours de propagation en flexion, le maximum se situe toujours à peu près à la même distance de la pointe de la fissure et garde environ la même valeur. Sur les éprouvettes de traction, la valeur maximale est également de 1.7, mais compte tenu des dimensions plus réduites de la zone de propagation, le maximum se situe à environ 600  $\mu\text{m}$  de la pointe de la fissure. Au fur et à mesure de la propagation sur DENT, le maximum reste situé au centre de l'éprouvette, c'est à dire de plus en plus près de la pointe de la fissure. En flexion, le maximum se décale d'autant que la fissure se propage.

La troisième remarque découle de la seconde et concerne principalement l'éprouvette de flexion où on constate en avant de la fissure une zone en traction suivie d'une zone en compression. La présence de cette seconde zone n'est pas un facteur favorisant l'accélération de la fissure. Au contraire, elle explique en partie pourquoi une éprouvette de flexion sera plus stable, par rapport à une éprouvette DENT où tout le ligament est en traction. Cela favorise l'ouverture de la fissure et sa propagation. Celle-ci se fera d'autant plus facilement que la distance entre la pointe de la fissure et le maximum de triaxialité diminuera, les conditions seront ainsi de plus en plus favorables. En flexion au contraire, les conditions restent sensiblement les mêmes entre l'amorçage et en cours de propagation. Il n'y a donc aucune raison que la fissure accélère.

Bien que l'évolution du taux de triaxialité permette d'expliquer en partie les différences de propagation entre les éprouvettes SENB et les éprouvettes DENT, sa valeur quasi constante pour les deux géométries en cours de propagation n'en fait pas le critère impliquant l'augmentation de la vitesse de propagation en traction.

### E.III.2 Evaluation de la contrainte principale sur éprouvettes fissurées

En parallèle du suivi de la triaxialité, nous nous sommes intéressés à l'évolution du maximum de la contrainte principale  $\mathbf{s}_{p_1}$  en pointe de fissure. Dans le paragraphe A de ce chapitre, il a été évoqué que la contrainte principale était parfois utilisée pour décrire le critère induisant un mécanisme de crazing plutôt qu'un mécanisme de cisaillement. Cette contrainte est notée  $\mathbf{s}_{p_1}$ , elle correspond à  $\mathbf{s}_{22}$  en traction et à  $\mathbf{s}_{11}$  en flexion trois points, suivant la numérotation des axes choisie.

En flexion tout d'abord, dès le début de la fissuration  $\mathbf{s}_{p_1} = 85$  MPa, et reste constante tout au long de la propagation. La position du maximum évolue de la même façon que le maximum de la triaxialité. En traction, la même valeur est constatée en début de propagation, mais cette fois-ci pour une taille de fissure atteinte, la contrainte principale augmente très nettement, passant de 85 MPa à 120 MPa en fin de calcul. Le même résultat a été observé sur les éprouvettes DENT de petite longueur de fissure. Pour les éprouvettes DENT, la contrainte augmente très nettement après 400  $\mu\text{m}$  de propagation pour la fissure longue et après environ 800  $\mu\text{m}$  de propagation pour la fissure courte. Ces valeurs correspondent au début des accélérations de propagation mesurées par calcul par EF sur les deux types d'éprouvettes.

Ainsi, il semble que sans pouvoir utiliser directement la triaxialité, se baser sur la contrainte principale permette d'expliquer pourquoi la vitesse de propagation augmente dans les éprouvettes DENT. On postule donc l'existence d'un critère en contrainte principale pour expliquer l'accélération de la propagation et le passage ductile/fragile. Sur les éprouvettes de flexion,  $\mathbf{s}_{p_1}$  reste constante, la propagation est stable, en traction  $\mathbf{s}_{p_1}$  augmente après une propagation donnée, la fissure accélère induisant la rupture fragile. Un critère en contrainte principale a été préféré à un critère en déformation. La déformation principale est maximale en pointe de fissure et sa valeur diminue continûment en avant de ce front. En revanche la contrainte principale n'est pas maximale en fond de fissure mais en avant de ce front et est ainsi plus en adéquation avec l'accélération de fissure observée.

### E.III.3 Vérification sur les éprouvettes AE0.15

Il est intéressant de regarder si le calcul de rupture d'une éprouvette AE0.15 reproduit les résultats précédents, c'est à dire la nécessité de deux critères pour décrire les trois faciès. Pour cela, on réalise un calcul sur cette géométrie, en introduisant les paramètres de rupture ductile (critère en déformation

plastique principale et fonction de coalescence) pour induire de la propagation. Le calcul a été réalisé en vitesse de réduction diamétrale constante ( $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s) et en pilotage LVDT (0,15 mm/s). On montre par ces deux calculs, que l'amorçage se fait soit en fond d'entaille, soit très proche du fond d'entaille et le critère de propagation ductile est  $f_c$ . Avant propagation,  $\mathbf{s}_{p_1} \approx 85$  MPa et cette valeur augmente avec la propagation témoignant ainsi d'une réelle accélération comme cela a été observé sur les DENT. Les mêmes calculs réalisés sur une éprouvette AE0.8 ont indiqué qu'en pilotage radial, l'amorçage se fait cette fois-ci au centre et que la propagation se déroule pour une valeur de  $\mathbf{s}_{p_1}$  à peu près constante à 85 MPa, en tout cas sans augmentation de sa valeur. La figure V.38 indique les iso-valeurs de  $\mathbf{s}_{p_1}$  avec en rouge les maxima, pour une éprouvette AE0.15 (a) et AE0.8 (b). Les zones en bleu intense correspondent à une contrainte nulle, c'est à dire à la zone déjà fissurée.

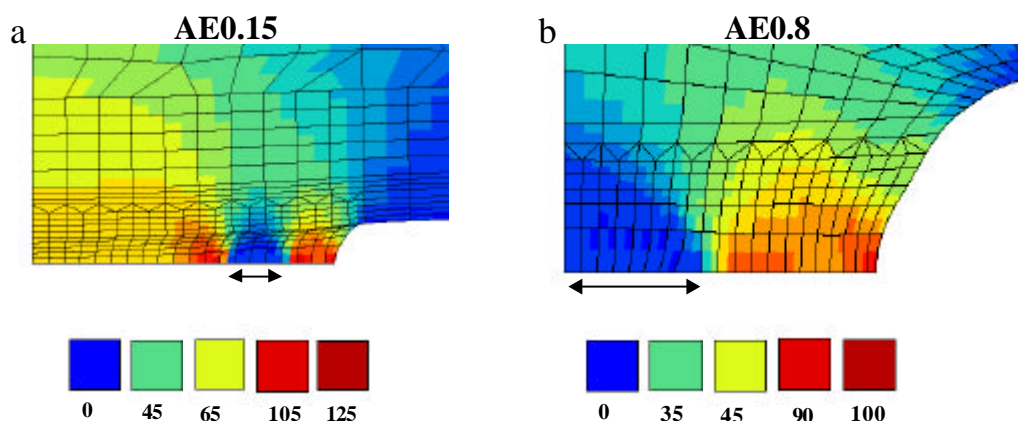


Figure V.38 Iso-valeurs de contrainte principale en cours de propagation pour une éprouvette AE0.15 (a) et AE0.8 (b) à 20°C et pilotage en réduction diamétrale ( $2,5 \cdot 10^{-3}$  mm/s)

Ainsi, on montre que le modèle prévoit la très nette accélération de la propagation pour les éprouvettes AE0.15. Pour les plus grands rayons de courbure, la stabilité de la contrainte principale justifie bien que la rupture soit complètement ductile. Les calculs indiquent ainsi la très nette importance de la triaxialité sur le mode de propagation et confirment en grande partie les résultats expérimentaux.

#### F. Résultats du modèle sur éprouvettes fissurées à plus basse température

Dans le chapitre IV, nous avons présenté les résultats de modélisation à  $-10^\circ\text{C}$  et  $-50^\circ\text{C}$  sur les éprouvettes lisses et entaillées. Il a été indiqué que les paramètres de comportement ont été modifiés afin de tenir compte de l'augmentation de la rigidité. Les mesures de déformation volumique sur éprouvettes lisses ont indiqué que l'endommagement par cavitation débutait pour une déformation plus faible à  $-10^\circ\text{C}$  qu'à  $20^\circ\text{C}$ . Ainsi, le paramètre  $q_2$  a été augmenté afin de rendre compte de cette importante cavitation. On présente dans un premier temps les résultats des calculs sur éprouvettes DENT à  $0^\circ\text{C}$  et  $-20^\circ\text{C}$ , puis les résultats des calculs sur éprouvettes de flexion trois points à  $-10^\circ\text{C}$  et  $-30^\circ\text{C}$ , afin de montrer la robustesse du modèle. On présentera enfin les hypothèses sur l'évolution des paramètres de rupture avec la diminution de la température



F.I Modélisation des éprouvettes DENT à 0°C et -20°C

Dans le chapitre II, nous avons présenté les résultats en traction sur éprouvettes fissurées. On s'est contenté de ces deux températures en plus de la température ambiante pour des raisons de limites de fonctionnement du capteur extensométrique. Les essais de comportement ont été faits à 20°C, -10°C et -50°C. On réalise alors une extension des paramètres suivant leur évolution à ces températures, pour les adapter à 0°C et -20°C. Le paramètre  $q_1$  est conservé à 0.8 pour toutes les températures, en revanche  $q_2$  évolue. On rappelle que  $q_2$  est constant jusqu'à une valeur de  $p_1$  fixée. A 20°C par exemple,  $q_2 = 1.55$  jusqu'à  $p_1 = 0.2$  puis diminue avec la déformation plastique principale. Dans le tableau V.1 sont données les valeurs initiales de  $q_2$  et la limite de  $p_1$ , ainsi que tous les paramètres de comportement. On a également ajouté les valeurs de ces paramètres à -30°C qui seront utilisées dans le paragraphe F.II pour les essais de flexion trois points.

Température	Paramètres de comportement						Paramètres d'endommagement	
	$E$ (GPa)	$K$ (GPa)	$n$	$R_0$ (GPa)	$Q$ (GPa)	$b$	$q_2$	$p_1$
20°C	2	20	5	10	40	75	1.55	0.2
0°C	2.4	20	6	15	44	75	1.6	0.15
-10°C	2.6	25	7	20	48	75	1.65	0.15
-20°C	2.8	25	7	22	50	75	1.65	0.15
-30°C	3	30	7	25	52	75	1.7	0.15

Tableau V.1 Paramètres de comportement et d'endommagement suivant la température, entre 20°C et -30°C

Les résultats expérimentaux et simulés en force-ouverture sont donnés sur la figure V.39 à 0°C (a) et à -20°C (b).

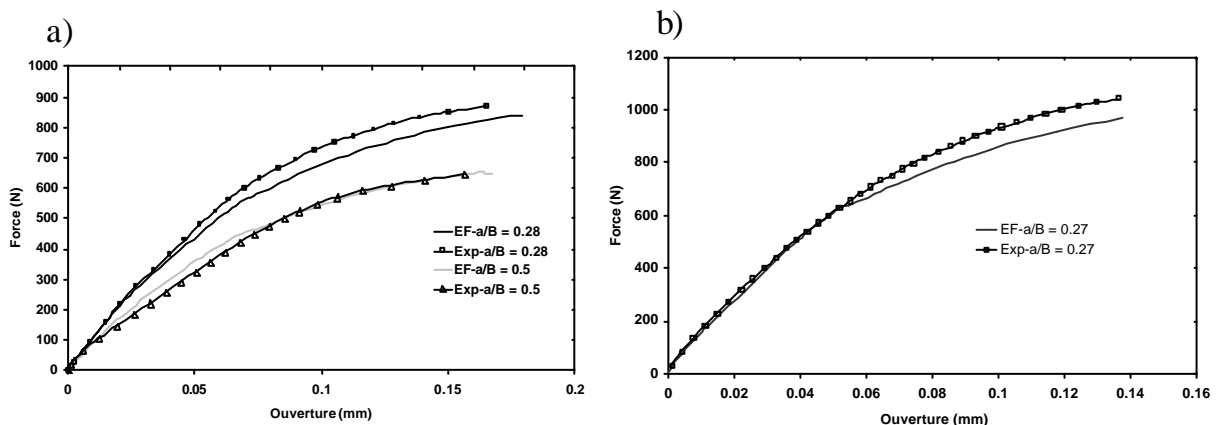


Figure V.39 Résultats de force-ouverture à 0°C (a) et -20°C (b) pour les éprouvettes DENT, 0.15 mm/s

On observe une très bonne correspondance entre les courbes à basse température. Si on s'intéresse maintenant aux paramètres avant propagation, on constate qu'à 0°C comme à -20°C, les deux critères  $f_c$  et  $p_c$  sont satisfaits. Au temps expérimental de rupture correspond le début de la propagation pour

les deux températures. Les mesures de vitesses de propagation ont indiqué les mêmes résultats qu'à 20°C, c'est à dire la présence de deux phases. Concernant la propagation dite stable, elle se déroule pour les deux températures à quelques millimètres par seconde. Pour la propagation rapide, on note une augmentation de la vitesse entre 20°C et 0°C, puisque pour  $a/B = 0.27$ , la vitesse est de 250 mm/s, et de 550 mm/s pour  $a/B = 0.5$ . A -20°C, seul le calcul avec  $a/B = 0.27$  a été réalisé, car pour  $a/B = 0.5$ , les tiges de l'extensomètre sont restées collées par la présence du givre sur l'éprouvette et on ne dispose pas de la mesure de l'ouverture. En revanche, on a réalisé le calcul pour suivre l'évolution de la vitesse de propagation et on détermine une vitesse de 800 mm/s pour un rapport  $a/B = 0.5$ . Le calcul indique ainsi une augmentation de la vitesse de propagation avec la diminution de la température. Ce résultat va dans le sens des observations des faciès de rupture qui indiquent qu'à -20°C, le faciès est beaucoup plus accidenté qu'à 20°C, témoignant d'une rupture plus rapide.

## F.II Modélisation des éprouvettes de flexion trois points à -10°C et -30°C

Pour des raisons de limites de fonctionnement du capteur extensométrique, les essais ont été réalisés uniquement à -10°C et -30°C. Pour ces calculs, il est nécessaire de définir les paramètres critiques pour amorcer la propagation. A -10°C, comme il a été montré sur les éprouvettes DENT, il est possible de conserver les valeurs  $f_c = 0.63$ ,  $f_R = 0.68$ , et  $p_c = 1.1$ . Avec ces valeurs ainsi qu'avec tous les autres paramètres identifiés sur les géométries lisses et entaillées, on reproduit très correctement les résultats expérimentaux.

A -30°C, deux essais ont été réalisés et ont indiqué une très nette augmentation de la rigidité, mais une force maximale assez proche de celle obtenue à -10°C. L'observation de l'essai indiquait très peu de blanchiment, ou alors exclusivement limité en pointe de fissure. A -30°C, on se rapproche très nettement de la température de transition vitreuse, la cavitation se limite à une zone très confinée en pointe de fissure. Néanmoins, la propagation est stable tout au long de l'essai même si la déformation de matière est nettement moins visible. En utilisant les paramètres proposés dans le tableau V.1, il est nécessaire d'abaisser légèrement les paramètres de coalescence, pour permettre l'amorçage de la fissure au moment de la charge maximale de l'essai. Ce résultat va dans le même sens que les résultats obtenus sur les éprouvettes AE à -50°C qui indiquaient que la valeur critique de  $f$  à rupture avait nettement diminué. A cette température, la croissance et la coalescence sont fortement limitées. Les courbes force-ouverture expérimentales et simulées sont données sur la figure V.40 et représentent les résultats de calcul en 2D3D.

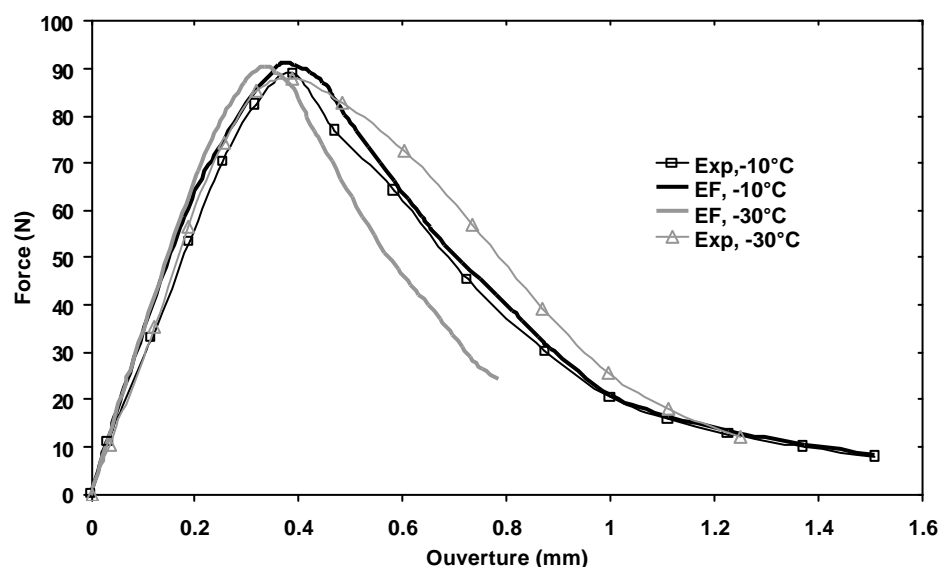


Figure V.40 Courbes force-ouverture, éprouvettes fissurées en flexion trois points, à -10°C et -30°C, 0.15 mm/s

Les résultats à  $-10^{\circ}\text{C}$  sont très corrects et permettent une très bonne simulation de l'essai de flexion à cette température. On observe notamment une très bonne corrélation au niveau de la propagation. La mesure de la propagation simulée indique une vitesse constante tout au long de la fissuration, de l'ordre de  $500\ \mu\text{m/s}$ , c'est à dire plus élevée qu'à  $20^{\circ}\text{C}$  tout en restant inférieure aux vitesses de propagation sur les éprouvettes DENT.

A  $-30^{\circ}\text{C}$ , le calcul prévoit une propagation plus rapide qu'à  $-10^{\circ}\text{C}$ . Ce résultat semble logique compte-tenu de l'augmentation de rigidité du matériau. Expérimentalement cependant le résultat n'a pas été celui prévu. En effet, l'amorçage de la fissure à cette température est très rapide, il entraîne une chute de charge assez nette, suivie d'une phase où la fissure ne se propage plus et l'ouverture de l'entaille augmente. Cela s'est traduit sur d'autres essais à cette température par un palier où la charge reste constante et l'ouverture augmente. Ici, sur l'exemple expérimental choisi, ce résultat est moins violent mais entraîne néanmoins un décalage de la chute de charge lié à la propagation. C'est ce qui explique que la courbe soit décalée sur la droite par rapport au calcul par EF. En se basant uniquement sur le résultat EF, on estime que la vitesse de propagation à  $-30^{\circ}\text{C}$  est de  $900\ \mu\text{m/s}$ .

### **F.III Extension des paramètres de rupture à plus basses températures**

#### **F.III.1 Localisation et analyse de la rupture numérique sur éprouvettes axisymétriques entaillées en fonction de la température**

Sans chercher à modéliser la propagation sur les éprouvettes AE, on s'intéresse simplement aux paramètres  $f$  et  $p_1$  au temps expérimental correspondant à la rupture. On cherche à vérifier l'évolution de ces paramètres entre  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $-50^{\circ}\text{C}$ .

Entre  $20^{\circ}\text{C}$  et  $-10^{\circ}\text{C}$ , la valeur de  $p_1$  à rupture diminue légèrement de 1.1 à 1. Cependant, étant donné la dispersion expérimentale et la faible différence entre ces deux valeurs, ce résultat n'est pas pris comme une preuve certaine de l'influence de la température. Il semble cependant logique qu'une diminution de température induise une diminution de déformation critique à rupture. Entre ces deux températures, on constate en tout cas une augmentation de la valeur de  $f$  pour les éprouvettes AE4 et AE1.6, témoignant du confinement plus important de la déformation, d'où une croissance plus marquée.

A  $-50^{\circ}\text{C}$ , on obtient une très importante diminution des deux paramètres à rupture  $f$  et  $p_1$ , avec aussi une dispersion, notamment sur  $f$  qui est égal à 0.3 pour les AE0.8, 0.25 pour les AE1.6 et 0.15 pour les AE4.

Le calcul indique une très bonne correspondance entre les localisations des maxima de déformations par rapport à l'expérimental à cœur ou en fond d'entaille suivant la température. En effet, à  $20^{\circ}\text{C}$ , les maxima de  $f$  et de  $p_1$  se situent pour les trois géométries au centre de l'éprouvette, l'amorçage expérimental à ces températures se situe également au centre. A  $-10^{\circ}\text{C}$ , les maxima numériques pour l'AE4 et AE1.6 sont toujours au centre, alors que le maxima de déformation plastique notamment de l'AE0.8 est très proche du bord ( $f_c$  dans ce cas est maximum sur toute la largeur de l'éprouvette). Or expérimentalement, l'amorçage est double pour les AE0.8, c'est à dire à partir des bords et à partir d'une impureté et/ou cavité interne, uniquement au centre pour les AE4 et AE1.6. A  $-50^{\circ}\text{C}$ , les résultats sur l'AE4 et l'AE1.6 indiquent également une déformation plastique maximale en fond d'entaille, comme pour l'AE0.8. Expérimentalement, l'AE0.8 n'amorce plus qu'à cet endroit et les faciès des AE4 et AE1.6 indiquent un amorçage conjoints entre le fond de l'entaille et le cœur de l'éprouvette.

Ainsi, le calcul reproduit très bien la localisation des amorçages induisant la rupture, si on se base sur l'évolution des paramètres  $f_c$  et  $p_1$ . La diminution de température va limiter l'effet de la pression hydrostatique sur la croissance des cavités. A  $-50^{\circ}\text{C}$  et en dessous, l'amorçage va se faire à partir du

fond d'entaille, témoignant d'un mécanisme de cisaillement prépondérant. Le critère d'amorçage sera alors plus proche d'une déformation critique que d'un paramètre lié à la porosité. Rappelons que pour tous les essais effectués, un amorçage ductile a toujours eu lieu, suivi ensuite d'une rupture fragile.

### F.III.2 Vérification des hypothèses de rupture sur éprouvettes fissurées

Les résultats sur éprouvettes DENT ont indiqué qu'entre 20°C, 0°C et -20°C, il n'y avait pas d'évolution significative des paramètres  $f_c$  et  $p_c$ , en tout cas pour l'amorçage de la première phase de propagation, c'est à dire la propagation ductile. Les critères proposés à 20°C correspondent également au début de propagation à plus basse température. Cependant, on s'est limité à un domaine de température assez restreint, où il n'y a pas trop d'évolution de la microstructure si ce n'est une rigidification de la phase amorphe. En revanche, concernant le paramètre de passage ductile-fragile, la diminution de température entraîne une augmentation du paramètre  $s_{p_1}$ . A 20°C, ce paramètre était de 85 MPa, il est proche de 92 MPa à 0°C et de 105 MPa à -20°C. Ce résultat est logique compte tenu des différences de températures, on vérifie ensuite sur les éprouvettes de flexion si la même évolution est constatée.

En flexion trois points, à -10°C, on vérifie comme sur les DENT la validité des paramètres choisis nécessaires à la propagation. A -30°C, on se rapproche de la température de transition vitreuse, et la conséquence est la nécessité de diminuer la valeur de porosité limite pour permettre la propagation. On va donc dans le même sens que pour les éprouvettes AE, avec une diminution de la croissance des cavités, dès qu'on s'approche du passage amorphe/vitreux. Les valeurs de  $s_{p_1}$  sont respectivement de 97 MPa à -10°C, et 112 MPa à -30°C.

L'extension des critères de rupture ductile et de rupture fragile s'avère donc correcte puisqu'il est possible de simuler tous les cas observés sur les différentes géométries.

### Conclusion

Dans ce chapitre, il s'agissait de déterminer les critères relatifs au passage du mode d'endommagement par crazing au mode de rupture ductile et fragile. On s'est basé dans un premier temps sur les résultats des éprouvettes axisymétriques entaillées et éprouvettes lisses en traction, concernant l'identification des paramètres critiques au temps expérimental correspondant à la rupture ductile.

Deux critères se sont avérés nécessaires pour expliquer la rupture ductile de ces éprouvettes, suivant le taux de triaxialité des contraintes. Le premier critère est la déformation plastique principale  $p_c$ , identifiée sur les éprouvettes lisses comme étant la déformation plastique principale à rupture. Ce critère explique également la rupture des éprouvettes AE4. Un second critère, en taux de porosité critique, explique la rupture des éprouvettes AE1.6 et AE0.8. La valeur de  $f$  atteint alors celle nécessaire à la coalescence des cavités  $f_c$ , la croissance s'accélère ensuite jusqu'à ce que la valeur effective à rupture  $f_R$  soit atteinte. Les valeurs critiques expliquant la rupture ductile sont donc  $p_1 = 1.1$ ,  $f_c = 0.65$ , et  $f_U = 0.68$ .

On a cherché ensuite à valider ces paramètres sur les éprouvettes fissurées afin de vérifier que ces valeurs expliquent également l'amorçage ductile. Dans un premier temps, on valide ces paramètres sur les éprouvettes fissurées en traction, éprouvettes DENT, pour différentes longueurs de fissure initiale. Les calculs sont réalisés en 2D et 3D et indiquent que pour amorcer la propagation de la fissure, la valeur de  $f_c$  identifiée à 0.65 donne une très bonne corrélation avec l'expérience. Les paramètres sont ensuite validés sur les éprouvettes de flexion trois points où le début de propagation correspond à la

charge maximale. Les deux critères sont nécessaires à la propagation stable, et les calculs ont été effectués en 2D, 2D3D et 3D afin de montrer l'importance du confinement de la plasticité sur la vitesse de propagation.

L'influence de la taille de maille a été clairement mise en évidence avec un rôle important sur le moment critique de propagation. Une taille de maille trop grande aura comme conséquence d'atténuer la singularité et donc de retarder l'amorçage de la fissure. Ces résultats s'expliquent aisément par le caractère adoucissant du modèle. La taille de maille choisie en pointe de fissure est de  $80 \times 50 \mu\text{m}$ , correspondant à la taille de la zone endommagée identifiée sur éprouvettes fissurées.

Un critère d'instabilité a également été ajouté afin d'expliquer pourquoi la propagation était stable en flexion et instable en traction menant à la rupture fragile. En raisonnant d'abord par l'approche globale, il a été montré le caractère instable de la géométrie DENT, notamment pour les grandes longueurs d'éprouvette. Le caractère stable de la fissuration sur les éprouvettes SENB est également révélé, notamment avec l'avancée de la fissure. En utilisant ensuite les résultats de l'approche locale, il a été déterminé les vitesses de propagation pour les deux géométries. En flexion, une seule vitesse est identifiée, à environ  $300 \mu\text{m/s}$ , alors que deux régimes sont visibles en traction. Un premier régime pouvant correspondre à la propagation ductile où la vitesse est proche de  $10 \text{ mm/s}$  mais dépendant de la longueur de la fissure, et un second régime correspondant à la transition ductile/fragile où la vitesse de propagation est de  $300 \text{ mm/s}$ . Cette accélération rend bien compte des observations des faciès des éprouvettes DENT avec une zone ductile et une rupture fragile.

L'évolution de la triaxialité pour les deux éprouvettes n'a pas permis d'expliquer ce régime transitoire. En revanche, l'étude de l'évolution de la contrainte principale  $\mathbf{s}_{p_1}$  a indiqué la même valeur en traction et en flexion en début de propagation et une augmentation rapide en traction pour une taille de fissure déterminée. En flexion, la valeur de  $\mathbf{s}_{p_1}$  reste constante tout au long de la propagation. Ainsi,  $\mathbf{s}_{p_1}$  a été identifiée comme le critère d'instabilité permettant le passage de la propagation ductile à la rupture fragile.

Tous ces paramètres permettant d'expliquer la rupture ont été vérifiés à plus basse température, jusqu'à  $-30^\circ\text{C}$ . Les paramètres  $f_c$ ,  $f_U$ , et  $p_c$  sont conservés identiques jusqu'à  $-20^\circ\text{C}$  pour expliquer l'amorçage de la rupture ductile. A  $-30^\circ\text{C}$ , en flexion, on montre que la croissance et la coalescence commencent à être limitées par l'augmentation de rigidité liée au passage de la phase amorphe à son état vitreux. Le paramètre lié au taux de porosité ne sera plus le paramètre pertinent à basse température (c'est à dire en dessous de  $T_g$ ). On montre également une augmentation de  $\mathbf{s}_{p_1}$  avec la diminution de température.

Le calcul permet de très bien représenter la délocalisation de l'amorçage entre  $20^\circ\text{C}$  et  $-50^\circ\text{C}$  sur éprouvettes AE. Celui-ci se faisait en cœur d'éprouvette à  $20^\circ\text{C}$ , il se fait en fond d'entaille à  $-50^\circ\text{C}$ . Le critère d'amorçage ductile est alors uniquement en déformation critique, le mécanisme d'endommagement étant probablement du cisaillement et non plus du crazing.

Le modèle utilisé ainsi que les paramètres de rupture identifiés ont donc permis d'expliquer les mécanismes de rupture observés sur différentes géométries pour un domaine de température entre  $20^\circ\text{C}$  et  $-50^\circ\text{C}$ . L'endommagement par crazing peut dégénérer soit en une rupture complètement ductile, soit fragile, et dépendra des conditions de chargements. Ce résultat a été clairement mis en évidence dans cette étude sur le PVDF. Il resterait bien sûr à aller encore à plus basse température en utilisant les géométries fissurées afin de valider les critères en déformation et en contrainte et valider l'hypothèse de l'endommagement par cisaillement.

- [Argon et Cohen, 2003] : A.S. Argon, R.E. Cohen, Toughenability of polymers, Polymer, 2003, 44, p. 6013-6032
- [Broek, 1986] : D. Broek, Elementary engineering fracture mechanics, Martinus Nijhoff publishers, 1986
- [Brown et Ward, 1983] : N. Brown, I.M. Ward, The influence of morphology and molecular weight on ductile-brittle transitions in linear polyethylene, Journal of materials science, 1983, 18, p. 1405-1420
- [Estevez et al, 2000] : R. Estevez, M.G.A. Tijssens, E. Van Der Giessen, Modelling of the competition between shear yielding and crazing in glassy polymers, Journal of the mechanics and physics of solids, 2000, 48, p. 2585-2617
- [Friedrich, 1983] : K. Friedrich, Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics, in : Crazing in polymers, ed. H.H. Kausch, Springer-verlag, 1983, p. 226-271
- [Gearing et Anand, 2004a] : B.P. Gearing, L. Anand, Notch-sensitive fracture of polycarbonate, International journal of solids and structures, 2004, 41, p. 827-845
- [Ishikawa et al, 1977] : M. Ishikawa, I. Narisawa, H. Ogawa, Criterion for craze nucleation in PC, Journal of polymer science, Polymer physics ed., 1977, 15, p.1791-1804
- [Ivankovic et al, 2004] : A. Ivankovic, K.C. Pandya, J.G. Williams, Crack growth predictions in PE using measured traction-separation curves, Engineering fracture mechanics, 2004, 71, p. 657-668
- [Leevers, 1995] : P.S. Leevers, Impact and dynamic fracture of tough polymers by thermal decohesion in a ductile zone, International journal of fracture, 1995, 73, p. 109-127
- [Nimmer et Woods, 1992] : R.P. Nimmer, J.T. Woods, An investigation of brittle failure in ductile, notch-sensitive thermoplastics, Polymer engineering and science, 1992, 32, n°16, p. 1126-1137
- [Paris et al, 1979] : P.C. Paris, H. Tada, A. Zahoor, H. Ernst, The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth, in : Elastic-plastic fracture, ed. J. D. Landes, J. A. Begley and G. A. Clarke, ASTM STP 668, American Society for Testing and Materials, 1979, p. 5-36
- [Peterlin, 1971] : A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, Journal of materials science, 1971, 6, p. 490-508
- [Rousselier, 1987] : G. Rousselier, Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture, Nuclear engineering and design, 1987, 105, p. 97-111
- [Schirrer, 1995] : R. Schirrer, Les craquelures dans les polymères in : Introduction à la mécanique des polymères, ed. C. G'Sell, J.M. Haudin, INPL 1995, p. 395-413
- [Siegmund et Brocks, 2000] : T. Siegmund, W. Brocks, A numerical study on the correlation between the work of separation and the dissipation rate in ductile fracture, Engineering fracture mechanics, 2000, 67, p. 139-154
- [Vincent, 1972] : P.I. Vincent, A correlation between critical tensile strength and polymer cross-sectional area, Polymer, 1972, 13, December, p. 558-560



## *Conclusion*

---





**Pourquoi cette thèse :**

Le PolyVinyle DiFluoré est un polymère semi-cristallin avec de bonnes propriétés mécaniques et physico-chimiques, permettant son utilisation comme gaine de pression interne dans les pipelines. Les structures sont dimensionnées afin de garantir une durée de vie supérieure à la durée d'utilisation. Parmi les problèmes de dimensionnement intervient la phase d'enroulement de la gaine autour d'un touret pour le transport entre la zone de fabrication jusqu'aux lieux de forages. Au cours de cette phase, il a été observé des zones fortement déformées et endommagées. Elles se situent près des têtes de fluage, zone où le polymère a flué entre les rainures de la carcasse métallique sur laquelle il est extrudé. Ces défauts peuvent avoir différentes géométries, plutôt sous forme d'entaille ou de fissure. Ils peuvent générer des ruptures, soit ductile soit fragile, à des températures où le matériau a normalement un comportement 100 % ductile.

**Quelles sont les orientations choisies pour répondre aux problèmes industriels**

- Identifier le comportement du matériau sous les mêmes sollicitations mécaniques (chargements, vitesses, températures) que dans la gaine
- Etudier les mécanismes d'endommagement et de rupture, afin de corroborer les approches micro et macro
- Etablir une loi permettant de prédire le comportement du matériau pour une sollicitation donnée
- Proposer des critères pertinents impliquant la rupture ductile et/ou fragile

**Choix du matériau**

Cette étude a pour but de caractériser les critères expliquant les différents modes de rupture. Pour cela, on s'est basé sur un grade de PVDF déplastifié. Le matériau industriel est au départ plastifié, mais par contact avec le pétrole transporté, le plastifiant est rapidement extrait. Afin de se rapprocher du comportement mécanique du PVDF en service, on choisit de travailler dès le départ sur le matériau sans plastifiant. Ce choix a eu trois conséquences principales :

- La première concerne l'augmentation de rigidité du matériau sans plastifiant, par rapport au grade industriel. Ce résultat est souhaité puisqu'en service la perte de plastifiant induit également une augmentation de la rigidité.
- L'extrusion est beaucoup plus difficile à réaliser sans plastifiant, ce qui limite l'épaisseur des bancs extrudés
- On observe la présence d'un taux de porosité très supérieur ( $\approx 10\%$ ) dans le grade non plastifié, lié aux difficultés d'extrusion

Ainsi, le matériau est poreux avant même toute sollicitation mécanique, ce qui a eu des conséquences sur le comportement en général et notamment sur la rupture.

**Les essais mécaniques**

L'analyse du comportement et de l'endommagement a été effectuée sur quatre géométries différentes :

- Des éprouvettes lisses, entaillées (AE) et fissurées (DENT) sollicitées en traction
- Des éprouvettes fissurées sollicitées en flexion trois points (SENB)

Les essais mécaniques sur éprouvettes lisses ont permis de réaliser une analyse rigoureuse de l'influence de la température (entre  $-100^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ ) et de la vitesse (entre  $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $1,5 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) sur le comportement du matériau. Entre  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ , le matériau a un comportement ductile, mis en évidence par l'apparition d'une striction avant la rupture finale de l'éprouvette. Pour une vitesse donnée, la diminution de la température induit une augmentation de la rigidité (augmentation de la contrainte maximale et diminution de la déformation à rupture). Ce même résultat est obtenu avec l'augmentation de la vitesse, bien que son influence reste plus limitée.

Au passage de la transition vitreuse ( $T_g = -42^{\circ}\text{C}$ ), la rigidité du matériau est accrue liée à la transformation de la phase amorphe libre caoutchoutique en phase amorphe vitreuse. Bien que l'amorçage et la propagation gardent des caractéristiques ductiles (étirement de matière, zone cavité), le faciès de la zone de rupture est fragile. A  $-100^{\circ}\text{C}$ , la courbe  $\sigma$ - $\epsilon$  indique un comportement quasi-élastique où la contrainte maximale est également la contrainte à rupture.

Pour une température supérieure à  $-50^{\circ}\text{C}$ , la localisation de la déformation se traduit par le blanchiment de l'éprouvette témoignant du développement de la cavitation. Pour une sollicitation uniaxiale en traction, l'endommagement induit avant striction une faible augmentation de volume (environ 4%) à  $20^{\circ}\text{C}$ . A  $-10^{\circ}\text{C}$ , l'augmentation de volume débute pour une déformation principale plus faible qu'à  $20^{\circ}\text{C}$ . L'augmentation de rigidité des chaînes de la phase amorphe induit de recourir plus rapidement au processus de cavitation, pour accommoder la déformation. Cet endommagement (c'est à dire visuellement le blanchiment) se produit sur une zone beaucoup plus confinée, montrant la localisation de la déformation sur une portion plus réduite de l'éprouvette, alors qu'à  $20^{\circ}\text{C}$  toute l'éprouvette se déforme uniformément avant l'apparition de la striction.

Les essais mécaniques sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont enrichi les résultats en indiquant l'influence d'une sollicitation multiaxiale sur le comportement en traction. Trois rayons de courbure ont été étudiés :  $R = 4 \text{ mm}$  (AE4),  $R = 1.6 \text{ mm}$  (AE1.6) et  $R = 0.8 \text{ mm}$  (AE0.8), afin de faire varier le taux de triaxialité des contraintes dans l'éprouvette. Trois résultats principaux sont à retenir :

- Tout d'abord, la force maximale augmente entre l'AE4 et l'AE1.6, indiquant que l'augmentation du taux de triaxialité des contraintes  $\tau$  rigidifie la réponse du matériau. Cependant, la force maximale n'augmente plus entre l'AE1.6 et l'AE0.8 montrant que le développement de l'endommagement (induit lui aussi par l'augmentation de  $\tau$ ) limite la surface portante dans l'entaille sollicitée. Ce résultat traduit la compétition entre l'augmentation de la rigidité et l'endommagement, aux fortes valeurs de  $\tau$ . Signalons que la saturation de la force a été confirmée par des essais sur AE0.15 ( $R = 0.15 \text{ mm}$ ).
- Ensuite, sur les courbes force-réduction diamétrale, la charge maximale est immédiatement suivie d'une chute de charge appelée adoucissement, liée au développement des cavités. Cet adoucissement appelé également crochet de traction est plus marqué sur les éprouvettes AE0.8 que les éprouvettes AE4. Cela s'explique par le confinement de la déformation et de l'endommagement, d'autant plus important que le rayon de courbure est faible.
- Enfin, cet endommagement n'est pas immédiatement préjudiciable au comportement du matériau puisque celui-ci continue à se déformer pour une charge quasiment stabilisée. Ce phénomène est communément appelé rhéodurcissement. Il caractérise l'augmentation de la rigidité du matériau, liée à l'étirement des fibrilles et à l'orientation de la phase cristalline dans la direction principale de traction.

Dans ces éprouvettes, l'endommagement sous forme de blanchiment apparaît exclusivement dans l'entaille. On a quantifié l'augmentation de volume sur les géométries AE4 et AE0.8. On obtient environ 30% d'augmentation de volume pour la géométrie AE4 et 60% pour la géométrie AE0.8. Ces résultats, comparés aux 3% obtenus sur éprouvettes lisses, indiquent que l'endommagement est une fonction croissante de la triaxialité. De plus, après une augmentation importante du volume due à la croissance sphérique des cavités, la déformation volumique est freinée par l'étirement des chaînes

amorphes dans la direction principale de déformation qui limite leur croissance. Les cavités vont alors plus ou moins s'orienter dans cette même direction, impliquant une anisotropie de forme, d'où un endommagement volumique qui ralentit pour les déformations élevées. Ce résultat a été pris en compte dans la modélisation de l'évolution de l'endommagement.

Enfin, l'observation de la zone endommagée (i.e. blanchie) en cours de déformation, révèle que la hauteur de la zone endommagée diminue avec le rayon de courbure (l'entaille étant elle-même moins haute). L'augmentation du volume est donc à relier également avec l'augmentation de confinement de la déformation.

Des essais sur éprouvettes AE ont également été menés à  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $-50^{\circ}\text{C}$ . Comme sur éprouvettes lisses, la diminution de température induit une augmentation de la rigidité (charge maximale plus élevée, réduction diamétrale à rupture plus faible). A  $-50^{\circ}\text{C}$ , le crochet de traction n'est pas suivi d'une déformation supplémentaire, la rupture est immédiate. A  $20^{\circ}\text{C}$ , les faciès de rupture sont ductiles pour les trois rayons de courbure étudiés. A  $-10^{\circ}\text{C}$ , malgré un amorçage ductile, la rupture finale est fragile pour l'AE0.8, tout comme à  $-50^{\circ}\text{C}$  pour les géométries AE4 et AE1.6. Le taux de triaxialité influe donc sur la rigidité du matériau, le développement de l'endommagement et le mode de rupture.

Les essais mécaniques sur éprouvettes fissurées DENT ont été réalisés pour différents rapports  $a/B$ , entre  $-20^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ . Au delà de  $a/B = 0.25$ , une saturation en contrainte maximale identique à celle observée sur les éprouvettes AE est obtenue. A  $20^{\circ}\text{C}$ , l'amorçage de la propagation ductile à partir de la pointe de la fissure dégénère en une rupture fragile, la propagation est donc instable. Il est possible de limiter l'instabilité en pilotant les essais à vitesse d'ouverture d'entaille constante ou en réalisant les essais à de très faibles vitesses. On évite dans ce cas l'accélération de la fissure. L'observation macroscopique de ces essais indique un émoussement et un blanchiment localisé en pointe de fissure.

Les essais mécaniques de flexion réalisés sur éprouvettes fissurées ont révélé un fort effet de la géométrie de l'essai. Entre  $-30^{\circ}\text{C}$  et  $20^{\circ}\text{C}$ , pour une même vitesse globale que les éprouvettes DENT, la propagation est stable durant tout l'essai. Aucune accélération de la propagation n'est constatée ni sur les courbes force-ouverture ni sur le faciès de rupture. L'émoussement et le blanchiment sont également visibles en pointe de fissure, de façon beaucoup plus intense à  $20^{\circ}\text{C}$  qu'à  $-30^{\circ}\text{C}$ . L'augmentation de la rigidité des chaînes à plus basse température implique une croissance des cavités plus faible, d'où un blanchiment moins marqué. Seules les zones très déformées en pointe de fissure seront concernées à  $-30^{\circ}\text{C}$  par du blanchiment.

Deux types de propagation sont donc obtenus : soit stable, soit instable, auxquels on peut associer deux faciès de rupture : soit ductile, soit fragile.

### Les mécanismes d'endommagement et de rupture

Les observations microscopiques ont complété les précédents résultats sur l'influence de chacun des paramètres étudiés en renseignant sur les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture. Ainsi, la rupture ductile est caractérisée par :

- Un amorçage dépendant de la géométrie de l'éprouvette (sur un défaut de surface ou sur une impureté pour les éprouvettes lisses, sur une impureté/cavité située dans une zone de maximum de triaxialité pour les éprouvettes AE, en pointe de fissure pour les éprouvettes fissurées)
- Une propagation ductile constituée de fibrilles étirées, retombées après rupture sur le faciès et de nombreuses porosités de différentes tailles

- Des bandes discontinues qui séparent deux zones de propagation différentes, traduisant l'accélération de la propagation en cours de déformation.

Le mécanisme d'endommagement est identifié alors comme du crazing : la rupture est créée soit par la rupture des fibrilles, soit par la coalescence des cavités. Suivant la température, le type de chargement, la triaxialité etc, la propagation ductile pourra également conduire à une rupture fragile. Dans ce cas, le faciès est constitué de plaques juxtaposées les unes contre les autres, sans déformation de matière visible mais avec de très nombreuses petites cavités identiques à celles du matériau non endommagé. La zone de transition entre la propagation ductile et la zone fragile sera qualifiée de zone de propagation instable.

Ainsi, trois zones bien distinctes peuvent être observées :

- Une zone de propagation stable où le faciès est ductile
- Une zone d'accélération de la propagation, ductile également même si la matière est moins déformée
- Une zone de rupture fragile qui ne sera présente que sous certaines conditions

### La modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture du PVDF par le modèle GTN

L'importance de la porosité initiale et de l'endommagement en cours de déformation nous ont amenés à utiliser le modèle GTN qui permet le couplage de la loi de comportement avec l'effet de l'endommagement. Concernant le comportement, la vitesse de déformation plastique effective  $\dot{p}$  est décrite à l'aide de la loi de Norton. L'érouissage est considéré comme isotrope, son expression se compose d'abord d'une valeur seuil constante délimitant le comportement viscoélastique du comportement viscoplastique, d'une première expression exponentielle saturante décrivant la déformation des phases cristallines et amorphes et d'une seconde exponentielle permettant de traduire l'augmentation de la rigidité des chaînes étirées (rhéodurcissement). Cette dernière exponentielle décrit, pour de grandes déformations, l'orientation des fibrilles et des phases cristallines.

L'endommagement est pris en compte en ajustant les paramètres  $q_1$  et  $q_2$  sur l'évolution de la déformation volumique, ainsi que sur le crochet de traction traduisant l'adoucissement de charge lié à la forte croissance des cavités.

Les essais aux plus basses températures ont également été traités avec le même modèle, en augmentant les paramètres de comportement pour représenter l'augmentation de rigidité et en augmentant  $q_2$  pour tenir compte du confinement plus important de la déformation. Le calage de tous ces paramètres a été réalisé sur les éprouvettes lisses et entaillées.

Le modèle a ensuite été validé sur les éprouvettes fissurées (DENT et SENB). Le crazing étant le mécanisme de rupture identifié, deux paramètres sont considérés pour décrire la rupture :

- Le paramètre  $p_c$ , déformation plastique principale critique, valable pour décrire la rupture des éprouvettes où le taux de triaxialité des contraintes reste faible.
- Le paramètre  $f_c$ , taux de porosité critique, qui induit une fois atteint la coalescence des cavités voisines, il est valable pour décrire la rupture pour des valeurs de taux de triaxialité des contraintes élevées.

Avec l'utilisation de ces deux paramètres, le mécanisme de rupture est décrit soit par la rupture des fibrilles fortement étirées présentes dans le craze, soit par la coalescence des cavités. Ces deux critères ont permis de simuler très correctement la rupture sur toutes les géométries.

La seconde validation du modèle concerne l'explication sur le mode de propagation des fissures suivant le chargement appliqué. Les mesures des vitesses de déformation calculées indiquent que la vitesse de propagation en flexion trois points est stable mais qu'en revanche pour les éprouvettes DENT, cette phase de stabilité est suivie d'une phase de très forte accélération. Le calcul corrobore ainsi les observations microscopiques : la phase de propagation ductile traduit un déchirement continu, une zone ductile suivie d'une zone fragile traduit l'accélération de la fissure en cours de propagation. Il existe donc bien une vitesse critique au delà de laquelle la transition ductile/fragile se déroule. Le paramètre critique impliquant le passage entre les deux mécanismes a été identifié comme étant la contrainte principale  $\sigma_{p1}$ . Sa valeur reste globalement constante en cours de propagation en flexion, alors qu'elle augmente brusquement sur les DENT après une certaine propagation. L'augmentation de ce paramètre justifie l'augmentation de la vitesse.

La diminution de la température a impliqué une augmentation des vitesses de propagation simulées ainsi qu'une augmentation de la valeur critique  $\sigma_{p1}$ . Ces résultats sont logiques puisque la diminution de la température implique plus de rigidité et plus de fragilité (l'augmentation de la vitesse de propagation va dans le sens d'une plus grande probabilité de rupture fragile).

### Les limites et les perspectives du modèle

La première limite du modèle concerne la non-prise en compte de toutes les vitesses de sollicitations. Les calculs ont été validés uniquement pour des sollicitations quasi-statiques. Le calcul sous-estime les forces mesurées pour les essais réalisés aux vitesses les plus élevées. Il serait assez judicieux d'ajouter au modèle une seconde vitesse de déformation plastique afin de mieux traiter les sollicitations aux temps courts et celles aux temps longs. Ce choix permettrait de mieux représenter le comportement de la phase amorphe et de la phase cristalline et de mieux tenir compte de l'influence de la viscosité sur tous les résultats.

La seconde limitation concerne la validité du modèle GTN en compression. Le modèle prévoit une refermeture complète des cavités, ce qui n'est pas le cas expérimentalement. Le modèle sous-estime alors la rigidité du matériau. Des essais de traction-compression cycliques seraient à envisager afin d'améliorer la validité du modèle pour ce type de sollicitations et pour vérifier le choix de l'écroutissage isotrope plutôt que l'écroutissage cinématique.

La troisième limite concerne les valeurs des vitesses de propagation estimées par le calcul. Afin de valider ces valeurs, trois améliorations seraient à envisager :

- Expérimentalement tout d'abord, il serait intéressant de pouvoir mesurer la vitesse de propagation de la fissure. Pour cela, il existe des systèmes de jauges à brins qu'il est possible de coller en avant du front de fissure. Quand celle-ci propage, les jauges sont cassées au fur et à mesure de l'avancée et on enregistre ainsi la vitesse connaissant leur position exacte en avant de la pointe de la fissure. Cependant la méthode la plus adéquate serait l'utilisation d'un système acquisition-traitement d'images rapide, certainement plus précis.
- Le calcul est réalisé en conditions isothermes, c'est à dire qu'on suppose que même pour les propagations rapides aucun échauffement n'a lieu en pointe de fissures. De nombreuses études ont montré que cette hypothèse est fautive d'autant plus pour un matériau polymère isolant où la chaleur de pourra se dissiper rapidement. Il serait très intéressant de mesurer cette élévation de température à l'aide d'une caméra infrarouge. Il serait aussi intéressant de réaliser le calcul en conditions adiabatiques. Cela nécessitera au préalable l'étude du comportement du matériau et de l'évolution de l'endommagement sur un domaine de température plus important. La simple extrapolation des coefficients semble délicate compte-tenu de la seconde transition

vitreuse aux alentours de 50°C qui change en partie les mécanismes de déformation et d'endommagement.

➤ Enfin, les paramètres ont été validés pour de faibles vitesses, or en cours de propagation, la vitesse est nettement plus élevée localement que celle où les paramètres ont été déterminés. On doit ainsi sous-estimer les valeurs de contraintes notamment. On voit encore ici l'intérêt d'introduire une seconde vitesse de déformation plastique.

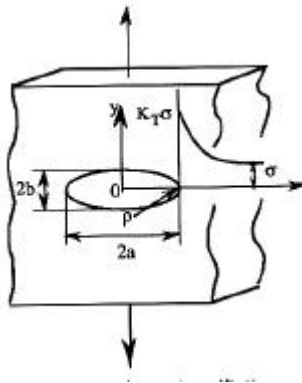
Estimer la vitesse et la température en cours de propagation pourra également indiquer en utilisant l'équivalence temps-température, si on est plus proche de la transition ductile/fragile, ou si les deux augmentations se « compensent ». Dans ce cas, la validité des paramètres sera vérifiée.

Une autre perspective concerne la description rigoureuse de l'évolution de l'endommagement. On a vu que la description minutieuse de son évolution permettait d'expliquer beaucoup de résultats. Cependant, on a tenu compte uniquement de la phase de croissance des cavités initiales, sans considérer la phase de germination. Ce choix s'est fait compte-tenu de la valeur élevée de porosités initiales. Pour l'étude d'un grade de PVDF plastifié (taux de porosités initial  $\approx 1\%$ ), il serait intéressant de corréler des mesures de RX (tomographie 3D idéalement) indiquant l'évolution des porosités au calcul en combinant les phases de germination et de croissance.

Enfin pour compléter l'étude sur les risques d'instabilité de fissure suivant la géométrie, il serait judicieux d'ajouter à la base de données expérimentales des essais de flexion réalisés à plus basses températures pour obtenir une rupture fragile, ainsi que d'autres dimensions d'éprouvettes et différents rapports  $a/W$ . Il serait ainsi possible de vérifier les critères énoncés précédemment pour expliquer l'accélération de la propagation.

Annexe I.1 Rappels sur le facteur d'intensité des contraintes

Dans le cadre de la mécanique de la rupture en élasticité linéaire, les contraintes et déformations en pointe de fissure atteignent des valeurs infinies lorsque le rayon en fond d'entaille tend vers 0. On dit que la pointe de fissure constitue une singularité. Une entaille de forme elliptique aiguë (c'est à dire  $b \ll a$ , (cf. Figure A.I.1) a un coefficient de concentration de contrainte tel que :



$$K_T = 2\sqrt{\frac{a}{r}} \text{ si } a \gg r \quad (1)$$

Figure A.I.1 Evolution de  $K_T$  en avant du front de fissure

$K_T$  donne une information locale à la pointe de l'entaille, et  $K_I$ , le facteur d'intensité des contraintes en mode I (cf. Figure A.I.2), va décrire l'ensemble de la singularité spatiale du champ de contraintes

$$(2) : \quad K_I = \lim_{\substack{r \rightarrow 0 \\ b \rightarrow 0}} \frac{\sqrt{p}}{2} K_T \mathbf{s}_\infty \sqrt{r} . \quad (2)$$

En mode I d'ouverture comme schématisé sur la figure A.I.2, le champ de contrainte en pointe de fissure en fonction du facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  s'écrit comme (3) :

$$\mathbf{s}_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2pr}} f_{ij}(\mathbf{q}) \quad (3)$$

$K_I$  est une fonction du chargement et de la géométrie. Il contrôle la singularité des contraintes en pointe de fissure. Il permet ainsi de comparer des résultats obtenus sur des éprouvettes fissurées avec des structures industrielles également fissurées. La ténacité  $K_{Ic}$  est par définition la valeur critique de  $K_I$  à l'amorçage d'une fissure. Elle est réputée intrinsèque au matériau et se détermine expérimentalement à l'aide d'éprouvettes de laboratoire de différents types.



Les trois modes d'ouverture possible sont :

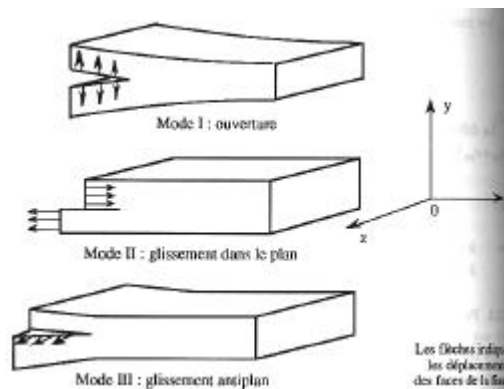


Figure A.I.2 Différents modes d'ouverture de fissure [François et al, 1993].

### Annexe I.2 Détermination de $K_I$ par les tables de Tada et Paris

La détermination du facteur  $K_I$  se fait à partir des courbes de charge-déplacement obtenues à partir d'essais sur éprouvettes fissurées. Ainsi  $K_I$  se calcule par la formule (4):

$$K_I = \frac{P}{WB} \cdot \sqrt{pa} \cdot f_g \quad (4)$$

$P, W, B$ , et  $a$  étant respectivement la force appliquée, la largeur de l'éprouvette, l'épaisseur de l'éprouvette et la longueur de la fissure.  $f_g$  est le facteur géométrique fonction du type de chargement.

Les tables de Tada et Paris [Tada et Paris, 1973] regroupent les formules de calcul du facteur  $K_I$  en fonction de différents types de géométrie. La détermination de ce paramètre de la mécanique de la rupture se fait à la fois en mode I d'ouverture mais aussi en mode II et III (cf. Figure A.I.2). Ces tables donnent également les expressions pour déterminer l'ouverture de l'entaille. Une étude assez précise de ces tables permet de montrer qu'elles sont fonctions d'une géométrie d'éprouvette, c'est à dire que les facteurs géométriques  $f_g$  ont été déterminés pour une longueur d'éprouvette et pour une épaisseur de 1.

Nous prenons comme exemple le cas de la flexion trois points. Cette méthode d'essais est beaucoup employée pour tous types de matériau pour quantifier l'énergie à rupture. Cette méthode expérimentale a l'avantage d'avoir été beaucoup étudiée et de disposer de normes précises en terme de dimensions d'éprouvettes et de longueur de fissure.

Le facteur d'intensité des contraintes en mode I se détermine comme suit c'est à dire :  $K_I = \sigma \sqrt{pa} F(a/b)$ . Les valeurs de  $F(a/b)$  sont données dans un graphique (cf. Figure A.I.3), ou par des formules pour  $s/b = 4$  telles que (5):

$$F\left(\frac{a}{b}\right) = \frac{1}{\sqrt{p}} \left( \frac{1.99 - \frac{a}{b} \left(1 - \frac{a}{b}\right) \left(2.15 - 3.93 \left(\frac{a}{b}\right) + 2.7 \left(\frac{a}{b}\right)^2\right)}{\left(1 + 2 \frac{a}{b}\right) \left(1 - \frac{a}{b}\right)^{\frac{3}{2}}}\right) \quad (5)$$

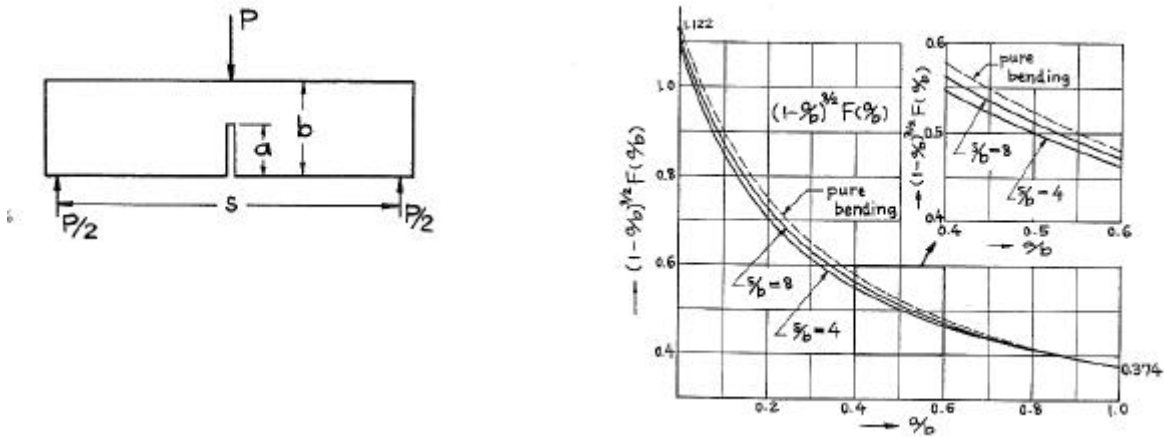


Figure A.I.3 Détermination des coefficients géométriques pour un essai de flexion [Tada et Paris, 1973]

Dans le cas d'un comportement élastique linéaire, ces tables permettent de déterminer assez aisément le facteur d'intensité des contraintes. Cependant, les éprouvettes doivent correspondre à des normes géométriques assez précises. La principale limitation dans notre cas sera que le PVDF n'a pas un comportement élastique linéaire, il ne rentre pas dans le cadre de validité de  $K_I$ .

### Annexe I.3 Rappels sur l'intégrale de contour J

$K_I$  caractérise la rupture des polymères fragiles. Dans ce type de matériau, le confinement de la plasticité en pointe de fissure est garanti. Pour les polymères plus ductiles, pour que  $K_I$  reste valide et que la zone plastique reste confinée, les dimensions des éprouvettes doivent respecter certaines normes telles que par exemple (6):

$$B \geq 2.5 \left( \frac{K_{IC}}{s_y} \right)^2 \text{ et } W \geq 2B \quad (6)$$

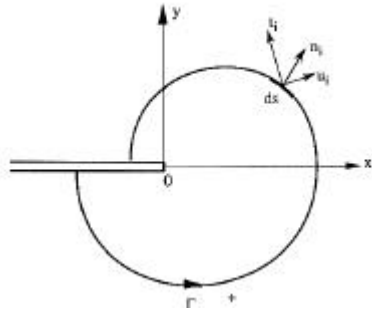
où B est l'épaisseur de l'éprouvette et W sa largeur, le rayon de la zone plastique étant proportionnel à  $(K_{IC} / s_y)^2$ . Ces conditions garantissent également d'être en déformation plane.

Dans les cas de matériaux très ductiles, l'utilisation de  $K_I$  nécessite des dimensions d'éprouvettes trop importantes pour satisfaire les conditions de déformation plane. Pour des raisons comportementales, l'approche élasto-plastique en J est alors préférée à l'approche élastique en  $K_I$ . Elle permet de tenir compte de cette plasticité non confinée pour caractériser l'énergie nécessaire à la propagation de la fissure.

Pour approcher le comportement réel du matériau, c'est à dire un comportement élasto-plastique, on introduit la notion de matériau élastique non linéaire qui donne la même forme de courbe de traction. Aucune variation brusque de direction de chargement n'est tolérée, ni de déchargement. L'élasticité non linéaire suppose en effet que le déchargement se fasse suivant la même courbe qu'à la montée (avec la viscosité, cette hypothèse n'est pas vérifiée). Dans le cadre de l'élasticité, il existe un potentiel

élastique dérivant des contraintes tel que :  $s_{ij} = \frac{\partial W}{\partial e_{ij}}$ .

Il est démontré que la variation d'énergie pour une propagation infinitésimale de la fissure est égale à la valeur d'une intégrale de contour (cf. Figure A.I.4) dont l'expression est donnée par Rice [Rice, 1968] telle que (7):



$$J = \int_{\Gamma} \left( W dy - T \frac{\partial u}{\partial x} ds \right) \quad (7)$$

Figure A.I.4 Description de l'intégrale de contour  $J$

$W$  est la densité élastique,  $\vec{T}$  est le vecteur contrainte en un point  $M$  du contour  $\Gamma$  avec la normale tournée vers l'extérieur et  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement au même point (cf. Figure A.I.4).

Annexe II.1 Détermination des paramètres élastiques par mesures d'ondes ultrasonoresPrincipe de la méthode

Une onde ultrasonore se caractérise par une vitesse  $C$ , une fréquence  $f$  et une longueur d'onde  $\lambda$ , les trois paramètres étant reliés entre eux par la formule (1) :

$$\lambda = \frac{C}{f} \quad (1)$$

Cette onde provient d'une perturbation se propageant dans un milieu étudié émise grâce à un capteur en contact avec le solide par un agent de couplage. Cet agent peut être l'eau quand la mesure se fait en milieu immergé (cf. Figure A.II.1). Dans le cas du PVDF, les mesures ont été effectuées par contact direct. Chaque point du solide soumis aux sollicitations de l'onde passe par un état perturbé pour revenir à un état non perturbé, de façon très rapide. La propagation s'accompagne donc de déformations, considérées comme isothermes.

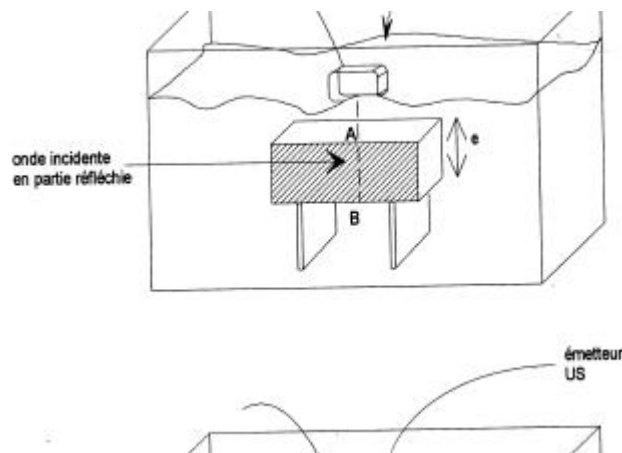


Figure A.II.1 Montage de mesures des vitesses des ondes ultra-sonores [Massa, 1995]

Il n'est pas forcément évident de corréler directement des vitesses de propagation d'ondes avec un paramètre de comportement, sans avoir caractérisé celui-ci. Par rapport au matériau et à la manipulation, l'hypothèse des petites déformations est proposée, ce qui permet d'avoir à choisir entre le comportement élastique et le comportement viscoélastique. Le choix se fait en réalisant des mesures à différentes fréquences et en regardant l'évolution des vitesses de propagation. Par la suite, l'étude en fréquence a permis d'atteindre un palier en vitesse et donc de se contenter des lois pour le comportement élastique.

Les formules utilisées pour déterminer le module d'Young vrai à partir des vitesses d'ondes longitudinales et transversales sont (2) :

$$C_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{r(1-2\nu)(1+\nu)}} \quad C_T = \sqrt{\frac{E}{2r(1+\nu)}} \quad (2)$$

Les vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales s'expriment en fonction des constantes élastiques  $\lambda$  et  $\mu$  appelées coefficients de Lamé, lorsque le support matériel de propagation est isotrope. Ainsi pour une onde longitudinale, la vitesse  $C_L$  (vitesse longitudinale) s'écrit (3) :

$$C_L = \sqrt{(1+2m)/r_0} \quad (3)$$

$\rho_0$  représente la masse volumique du matériau et la vitesse reste la même quelle que soit la direction de mesure choisie. Pour les ondes transversales évoluant dans ce même milieu supposé homogène et illimité (dimensions grandes comparées à la longueur d'onde), on a (4):

$$C_T = \sqrt{\mathbf{m} / \mathbf{r}_0} \quad (4)$$

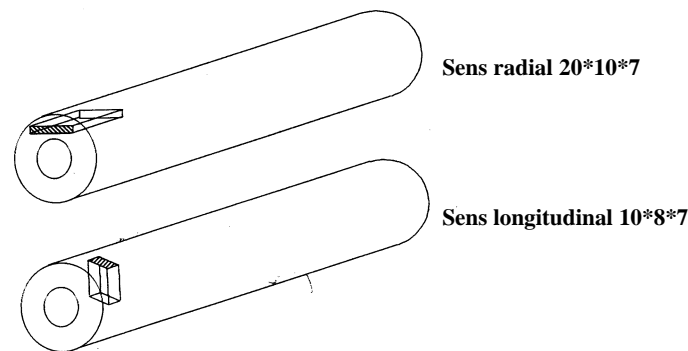
Le coefficient  $\mu$  est le module de cisaillement qui relie directement les contraintes de cisaillement aux déformations. A ce couple de constantes  $C_L$  et  $C_T$ , on relie généralement un autre couple de grandeurs physiques, le module d'Young  $E$  (5) et le coefficient de poisson  $\nu$  (6), ainsi :

$$E = \mu \left( \frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + \mu} \right) = \rho_0 V_T^2 \frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (5) \quad \nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} = 0.5 \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (6)$$

$E$  et  $\nu$  s'expriment aussi en fonction des vitesses de propagation des ondes ultrasonores, lesquelles s'avèrent être un moyen pratique et non destructif pour les déterminer. Les différentes grandeurs qui viennent d'être énumérées peuvent donc être déterminées en l'absence de toute sollicitation du matériau. Une force de compression ou de traction aura pour effet de modifier les caractéristiques du corps où transitent les ondes. De ce fait, les vitesses de propagation se trouvent modifiées et il serait possible de suivre si nécessaire leurs variations en fonction de la charge appliquée.

### Mise en place expérimentale

Les vitesses de propagation longitudinale et transversale sont mesurées à partir d'échantillons de PVDF prélevés dans des tubes suivant deux directions (cf. *Figure A.II.2*). Les essais seront réalisés entre 0°C et 50°C, c'est à dire aux températures extrêmes du capteur. Dans ce domaine de température, l'hypothèse considérée est qu'aucune modification micro-structurale n'a lieu. La variation de  $E$  sera liée à la mobilité des phases amorphe libre et amorphe contrainte.



*Figure A.II.2* Sens de prélèvements des éprouvettes

Les mesures se font soit par transmission : cela nécessite deux capteurs identiques, un pour l'émission et l'autre pour la réception : on mesure alors le temps entre le pic d'émission et le premier pic de réception, soit par réflexion : on mesure alors un temps de parcours sur deux fois l'épaisseur : on mesure cette fois-ci le temps entre le 1<sup>er</sup> écho réfléchi et le second (cf. *Figure A.II.3*).

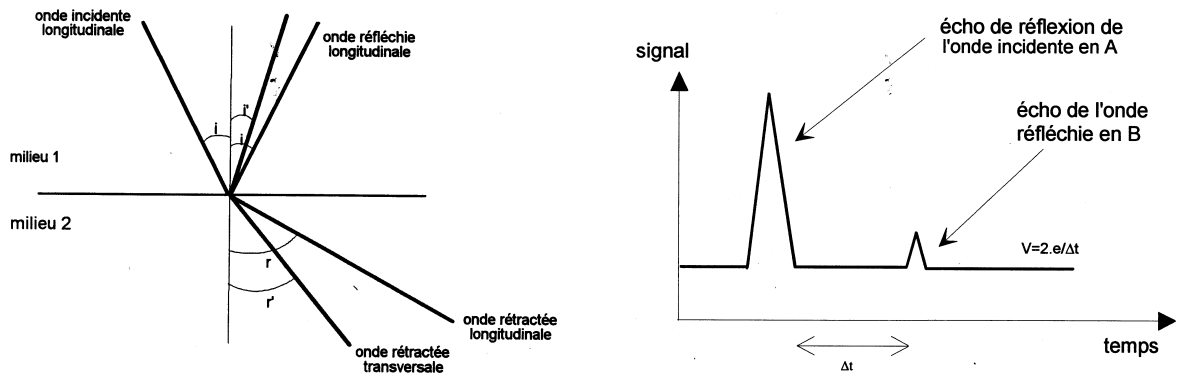


Figure A.II.3 Principe des ondes réfléchies et transmises [Massa, 1995]

### Mesure des vitesses des ondes de cisaillement ou transversales

Quatre épaisseurs ont été testées (7, 3, 2 et 1 mm), afin de vérifier l'influence de ce paramètre sur les mesures obtenues. Un exemple de calcul est proposé ci-dessous pour deux épaisseurs différentes (3.016 mm et 7.006 mm) en transmission, avec des capteurs de 1 et 2 MHz de fréquence nominale générant des ondes transversales directement. La variation d'épaisseur par rapport à la variation de temps de transmission donne le résultat suivant :

$$\frac{\Delta e}{\Delta t} = \frac{(7.006 - 3.016) \cdot 10^{-3}}{(8.192 - 3.524) \cdot 10^{-6}} = 854 \text{ m/s}$$

De la même manière avec les autres épaisseurs, la vitesse transversale moyenne obtenue est de  $V_T = 834 \pm 14 \text{ m/s}$

L'épaisseur de l'échantillon a une grande importance sur l'absorption des ondes. La figure A.II.4 indique deux signaux transmis, en haut celui pour une épaisseur de 3 mm, en bas celui pour une épaisseur de 1 mm.

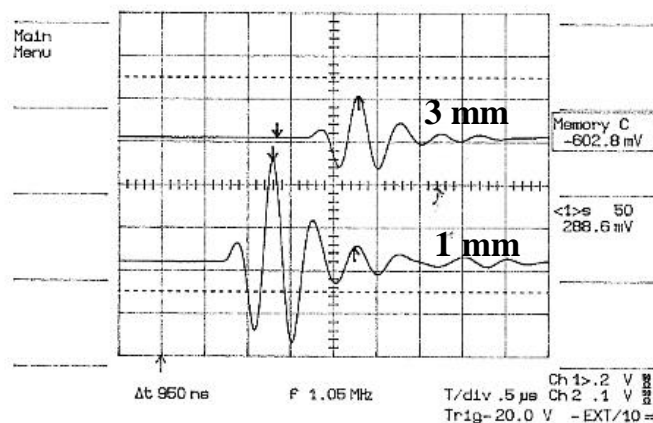


Figure A.II.4 Influence de l'épaisseur de l'échantillon sur le signal transmis, 2.25 MHz

### Mesures des vitesses des ondes longitudinales

A la fréquence de 2.25 MHz, en réflexion, une succession d'échos apparaît. Chaque écho subit une inversion de phase. Sur l'exemple de la figure A.II.5, le temps est mesuré entre les flèches rouges. La

vitesse longitudinale pour différentes épaisseurs est ainsi déterminée, et la vitesse moyenne obtenue est de 1939 m/s

Pour regarder l'influence de la fréquence nominale, des capteurs de fréquences de 1 MHz, 2.25 MHz, 5 MHz, 10 MHz et 15 MHz sont utilisés afin de tracer la courbe de dispersion en vitesse, avec une épaisseur de 3.016 mm.

Fréquence (MHz)	15	10	5	2.25	1
$V_L$ (m/s)	1943	1943	1973	1939	1813

Tableau A.II.1 Récapitulatif des vitesses longitudinales pour différentes fréquences de sollicitation

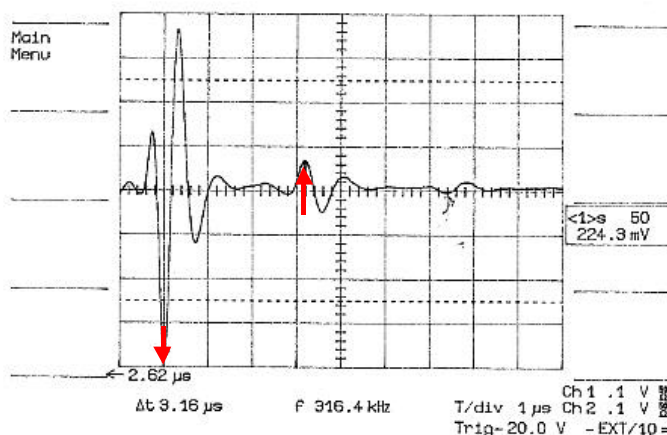


Figure A.II.5 Exemple de signal obtenu en réflexion à 2.25 MHz, onde longitudinale, épaisseur 3 mm

On mesure le temps entre le premier écho réfléchi et le second (temps entre les deux flèches). Ici il apparaît un déphasage entre les deux échos, ainsi le second écho est inversé par rapport au premier. L'exemple de la figure A.II.5 est réalisé sur un échantillon de 3 mm d'épaisseur et une fréquence de 2.25 MHz. A partir de 2.25 MHz, la vitesse longitudinale est constante. Cette fréquence est alors choisie comme fréquence de travail. Le palier de vitesse permet de considérer le matériau comme élastique.

### Vérification de l'isotropie des mesures

Une deuxième campagne d'essai a été menée sur des éprouvettes de type longitudinale afin de vérifier l'isotropie du matériau (cf. Figure A.II.2). Cette vérification des paramètres élastiques est nécessaire pour conforter le choix d'un seul sens de prélèvement des éprouvettes dans les plaques et les tubes.

Les dimensions des éprouvettes sont 7.049x7.941x10.04 mm. La fréquence de travail est de 2.25 MHz, et l'épaisseur des éprouvettes est de 7 mm. On travaille en réflexion, par contact direct du capteur sur l'échantillon. Comme précédemment, le temps entre deux échos réfléchis est mesuré.

A 22.3°C, en moyenne une vitesse longitudinale de 1922 m/s est obtenue. Ce résultat est en bon accord avec la valeur de 1940 m/s mesurée sur éprouvette type radiale. Pour les températures comprises entre l'ambiante et 55°C, une légère variation d'épaisseur est constatée à 55°C puisqu'elle varie entre 7.049 mm et 7.067 mm, mais cette mesure est assez difficile à réaliser compte tenu de la température et de la position de l'éprouvette dans l'enceinte. Cet écart d'épaisseur est négligé puisqu'il induit une variation de 4 m/s sur la vitesse, alors que la variation de température entre 20°C et 55°C

induit une différence de 230 m/s. Toutes ces mesures ont permis d'obtenir l'évolution de  $E$  et  $n$  avec la température (cf. Chapitre II, A.IV).

## Annexe II.2 Conditions expérimentales des essais mécaniques

### a. *Essais de traction sur éprouvettes lisses*

Les deux machines Instron utilisées sont soit de type électromécanique, soit servo-hydraulique. Pour maintenir les éprouvettes en cours d'essais, les mors utilisés ont une tête creuse de dimension identique à la tête des l'éprouvettes (cf. Figure A.II.6). La largeur de la zone utile est évidemment plus faible (8 mm) que la largeur de la tête de l'éprouvette. La déformation se localise uniquement dans la zone utile, et aucun glissement de l'éprouvette dans les mors n'a été observé. Une plaque vient ensuite se placer sur l'ensemble mors-éprouvette, et le tout est fixé avec quatre boulons. Cette remarque aura une importance à plus basses températures.

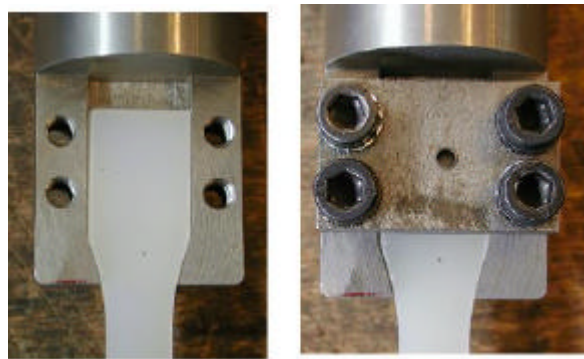


Figure A.II.6 Schéma des mors

Le déplacement de l'éprouvette peut être mesuré de différentes façons. La machine Instron dispose déjà d'un capteur vérin. Suivant la machine utilisée, on aura soit un vérin hydraulique, soit un capteur à fil pour la mesure du déplacement. Dans le cas de la machine servo-hydraulique, le vérin est très fiable, il suffit à la mesure de déplacement. En revanche, pour la machine électromécanique, le capteur à fil n'est bien adapté que pour les grands déplacements (100 mm/V), c'est à dire pour des déformations d'élastomères par exemple. Un LVDT est ajouté de base de mesure +/- 25 mm, de précision 5 mm/volt pour mesurer précisément les déplacements des éprouvettes.

Pour la détermination précise de la longueur de la zone utile  $L_0$ , un extensomètre laser a été utilisé. Il consiste en un signal vertical envoyé sur une éprouvette sur laquelle deux papiers réfléchissants sont collés. Ces papiers sont placés de part et d'autre de la zone utile. Cette méthode n'a pu être utilisée qu'à 20°C, car à plus basse température, le faisceau laser est difficilement transmis par la vitre de l'enceinte climatique où le givre peut se déposer.

Enfin, un extensomètre MTS de base de mesure 25 mm est placé sur les éprouvettes afin de vérifier que la déformation issue des mesures de déplacement LVDT est identique à la déformation mesurée par l'extensomètre. Le schéma de la figure A.II.7 résume les capteurs de déplacement utilisés.



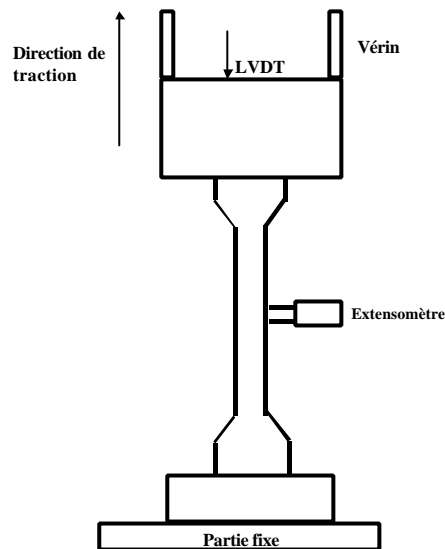


Figure A.II.7 Schéma d'une éprouvette, avec le capteur extensométrique et le capteur LVDT

### b. Détermination du temps de maintien de l'éprouvette à basse température avant essai

Il est nécessaire de mentionner les problèmes expérimentaux liés aux essais réalisés à basse température. En dessous de 20°C, les essais sont réalisés dans une enceinte climatique. L'emploi de cette enceinte explique l'utilisation d'une ligne d'amarrage assez longue. Dans le cas de la machine servo-hydraulique, la cellule de charge est maintenue à une température constante grâce à une boîte à eau. Dans le cas de la machine électromécanique, la cellule de charge est directement reliée à la ligne d'amarrage sans possibilité pour ces essais de placer une cellule à eau. Pour éviter toute dérive de la charge, avant tout essai à basse température, la ligne est laissée pendant trois heures à la température de l'essai. Cela permet entre autre de garantir que le zéro de charge est stable. Les deux méthodes expérimentales donnent des résultats équivalents.

A partir d'un calcul de diffusion de la chaleur, le temps de maintien nécessaire de l'éprouvette dans l'enceinte est déterminé afin que l'éprouvette soit dans l'épaisseur à la même température qu'à sa surface. Le calcul du temps nécessaire se fait à partir de la formule  $x = \sqrt{Dt}$ .  $x$  représente la distance en m,  $D$  est le coefficient de diffusion thermique (en  $m^2s^{-1}$ ) et  $t$  est le temps en secondes.

Le calcul de  $D$  se fait à partir des valeurs de conductivité thermique  $K$  (W/mK), de la capacité calorifique  $C_p$  (J/K) et de la masse volumique  $\rho$  ( $kg/m^3$ ), tel que (7) :

$$D = \frac{K}{\rho \cdot C_p} \quad (7)$$

Par conduction, le calcul indique qu'il faut dix minutes pour que la température à mi-épaisseur soit égale à la température en surface. Par ces calculs, le temps nécessaire à la convection entre l'air refroidit dans l'enceinte et la surface de l'éprouvette est négligé, c'est à dire considéré comme infiniment faible. Cette hypothèse étant fautive, et pour s'assurer que l'ensemble du montage (ligne, éprouvette et extensomètre) est à la bonne température, un temps de maintien minimum de 45 minutes est choisi avant chaque essai.

Dès -10°C, en cours de déformation, l'éprouvette peut glisser entre les mors. Cela s'observe sur les courbes par des sauts de charge au moment du glissement de l'éprouvette. Bien que le serrage avant essai ait été bien effectué, le glissement s'explique par la contraction de l'éprouvette dans les têtes des mors due à la diminution de température. Pour palier à ce problème, des rondelles Grower sont ajoutées autour des boulons de serrage. Ces rondelles agissent comme des mini-ressorts, en rendant leur énergie élastique. Au moment du serrage, elles sont comprimées élastiquement. Ensuite, quand

l'éprouvette se refroidit, la contraction des éprouvettes est compensée par les rondelles qui se relâchent élastiquement, maintenant un bon serrage de l'éprouvette. L'utilisation de ces rondelles a permis de réaliser tous les essais en évitant tout glissement des éprouvettes jusqu'à  $-100^{\circ}\text{C}$ .

### c. Montage expérimental des essais de traction sur éprouvettes entaillées

Le système de serrage de l'éprouvette est schématisé sur la figure A.II.8. Le diamètre de l'éprouvette au niveau des têtes est de 10 mm. Sur celles-ci viennent se positionner des demi-coquilles, dont le rebord s'ajuste à la zone de congés de l'éprouvette. Au moment de la traction, les demi-coquilles viennent tirer sur l'éprouvette. L'ensemble tête+coquilles se positionne avant essai dans le mors de la ligne d'amarrage. L'ensemble est ensuite fixé par une vis de serrage sur le mors, ce qui empêche alors tout déplacement de la tête de l'éprouvette.

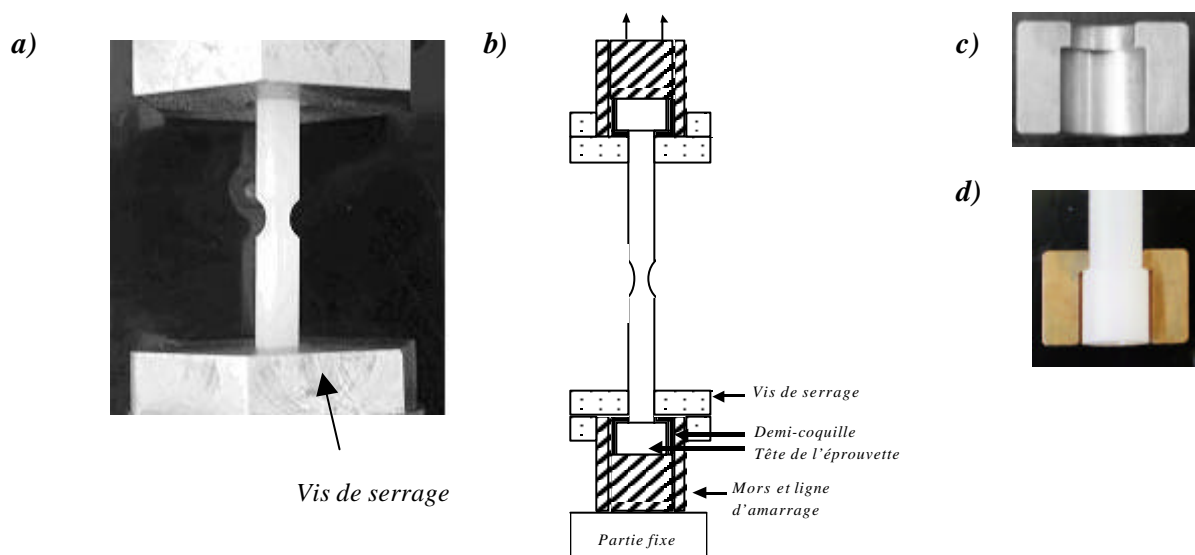


Figure A.II.8 Schéma des têtes de l'éprouvettes avec une demi-coquille

Dans la pratique, le montage d'une éprouvette nécessite d'abord le serrage de sa tête la plus haute. Ensuite on descend progressivement l'éprouvette pour que l'ensemble tête-goupilles vienne s'insérer dans le mors du bas. La vis du bas est ensuite serrée pour que l'éprouvette soit complètement fixée. A  $20^{\circ}\text{C}$ , cela est assez simple, mais à plus basses températures, cette manipulation est beaucoup plus délicate due à l'encombrement dans l'enceinte climatique.

La vis de serrage occupe une place non négligeable (13 mm environ de hauteur). Ainsi, l'ensemble serrage et extensomètre justifie la nécessité d'une longueur de fût assez élevée (environ 65 mm). Des essais sur des éprouvettes de plus petites longueurs ont été réalisés pour voir l'influence de la longueur sur le comportement (cf. Chapitre II, C.II.4).

### d. Fissuration des éprouvettes DENT

Les éprouvettes après prélèvement dans les tubes ont tendance à se courber assez nettement. Cela s'explique par la présence d'une contrainte interne. Cette contrainte provient de la phase de fabrication des tubes, au moment du refroidissement qui se fait uniquement en peau externe. Le gradient de cristallisation dans le tube fait que la peau externe est en compression, alors que la peau interne est en traction. Au moment du prélèvement d'une éprouvette, cette différence de contrainte provoque la courbure des éprouvettes. Cette courbure est assez pénalisante, notamment au moment de la pré-

fissuration. Des essais menés chez Arkéma pour un PVDF équivalent ont montré que des recuits à 100°C pendant une heure permettaient à l'éprouvette de complètement se relaxer et de retrouver une forme linéaire, sans entraîner ensuite de différences sur les résultats de traction. Cependant, le recuit n'a pas été effectué sur les éprouvettes de cette étude.

Les éprouvettes sont pré-fissurées sur la plus grande dimension c'est à dire la largeur. Ce choix favorise les conditions de déformations planes en cœur d'éprouvette par rapport à l'autre direction, et cela permet un meilleur maintien de l'extensomètre mesurant l'ouverture de la fissure.

Le montage de fissuration se compose d'un micromètre fixé sur une vis sans fin permettant de faire avancer l'éprouvette sur une distance souhaitée (cf. Figure A.II.9). L'entaille se faisant à mi-hauteur de l'éprouvette, celle-ci est bloquée par deux cales suivant sa hauteur, afin d'obtenir deux fissures alignées l'une par rapport à l'autre. L'éprouvette est calée sur le côté opposé à la face fissurée. De cette façon, le front de fissuration sera parallèle au côté fissuré. La fissuration se fait très progressivement à raison d'environ 0.3 mm toutes les quinze minutes, pour permettre une certaine relaxation des contraintes au niveau du front de fissure.

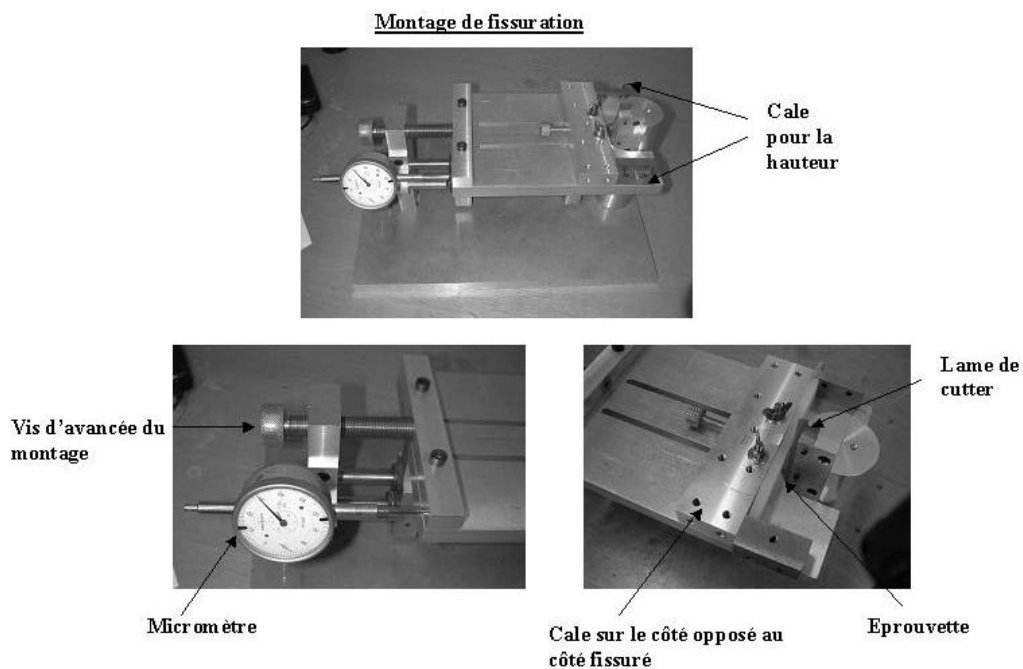


Figure A.II.9 Montage de pré-fissuration

La courbure des éprouvettes plus ou moins prononcée suivant les cas a induit parfois des difficultés pour garantir la même profondeur de fissuration selon les deux côtés. Le schéma présenté sur la figure II.10 explique le problème rencontré, en exagérant la situation afin de mieux visualiser les difficultés. Le cas de gauche a priori est celui qui pose le moins de problème puisque la profondeur souhaitée sera obtenue. En revanche, le cas de droite est plus préjudiciable car vu la courbure de l'éprouvette, la profondeur sera certainement plus importante que celle indiquée par le micromètre. Expérimentalement, la longueur de pré-fissuration suivant le cas a donc été plus faible pour obtenir au final la même profondeur de fissure des deux côtés. Enfin signalons, que le moindre défaut de parallélisme entre les deux côtés fissurés peut entraîner un front de fissuration incliné, préjudiciable surtout dans le cas des très petites longueurs de fissure.

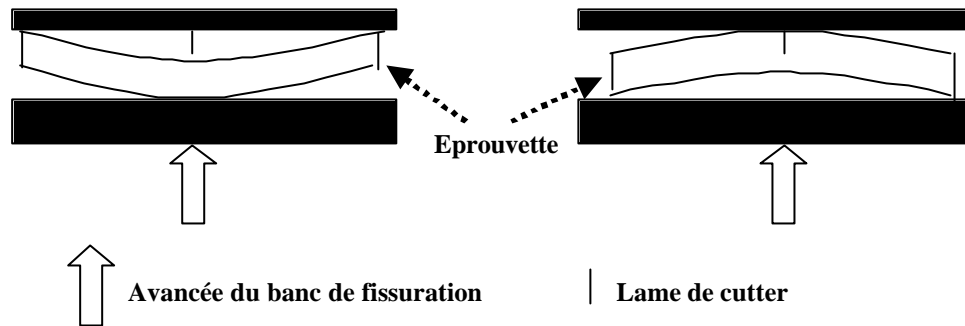


Figure A.II.10 Schéma de la préfissuration d'éprouvettes courbées

e. Conditions des essais de flexion trois points

Les restrictions géométriques concernent en particulier la longueur de l'éprouvette  $L$  qui doit être supérieure à quatre fois sa largeur  $W$ , afin que l'éprouvette repose à ces deux extrémités entre deux supports séparés exactement de quatre fois la largeur. Il est également recommandé que l'épaisseur des éprouvettes  $B$  soit exactement la moitié de la largeur. Les deux supports sur lesquels repose l'éprouvette doivent être tels que le frottement soit minimisé avec l'éprouvette. Ainsi, ils doivent être libres de tout mouvement et pouvoir rouler sur eux mêmes ou se déplacer selon leur axe principal. L'effet du coefficient de frottement sur les résultats ont été donnés dans le chapitre V. Enfin, il est recommandé que le rapport  $a/W$  soit compris entre 0.5 et 0.75.

Un schéma des éprouvettes utilisées est présenté sur la figure A.II.11 : sur le schéma de gauche les dimensions sont données en millimètres, la longueur des éprouvettes est de 76 mm (c'est à dire  $4*W+20$  mm), la largeur  $W$  est 14 mm et l'épaisseur  $B$  est de 7 mm.

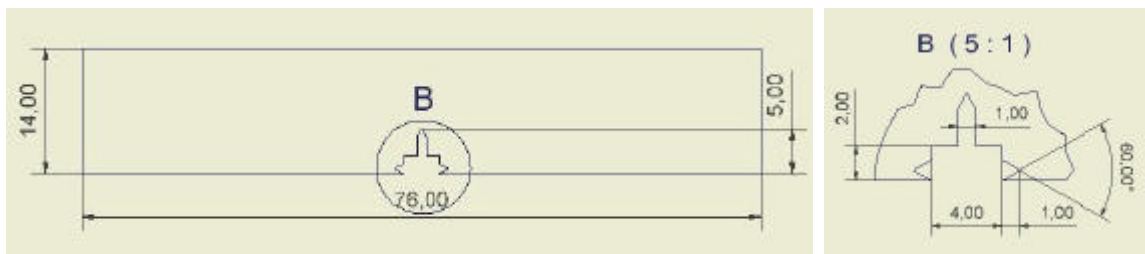


Figure A.II.11 Schéma des éprouvettes

Le schéma de droite est un zoom de la zone pré-fissurée. Deux encoches sont usinées afin de pouvoir placer un extensomètre qui mesurera l'ouverture de la fissure. Les schémas sur la figure A.II.12 montrent le montage de flexion trois points avant essai sous forme simplifiée (a), et sous forme détaillée (b).

Deux supports cylindriques nommés généralement appui sont présents. Le déplacement est imposé par un élément en acier appelé « marteau ». Le rayon de la pointe du marteau est également fixé par la norme afin d'imposer l'effort en un point particulier, exactement en face de la ligne de la pré-fissure.

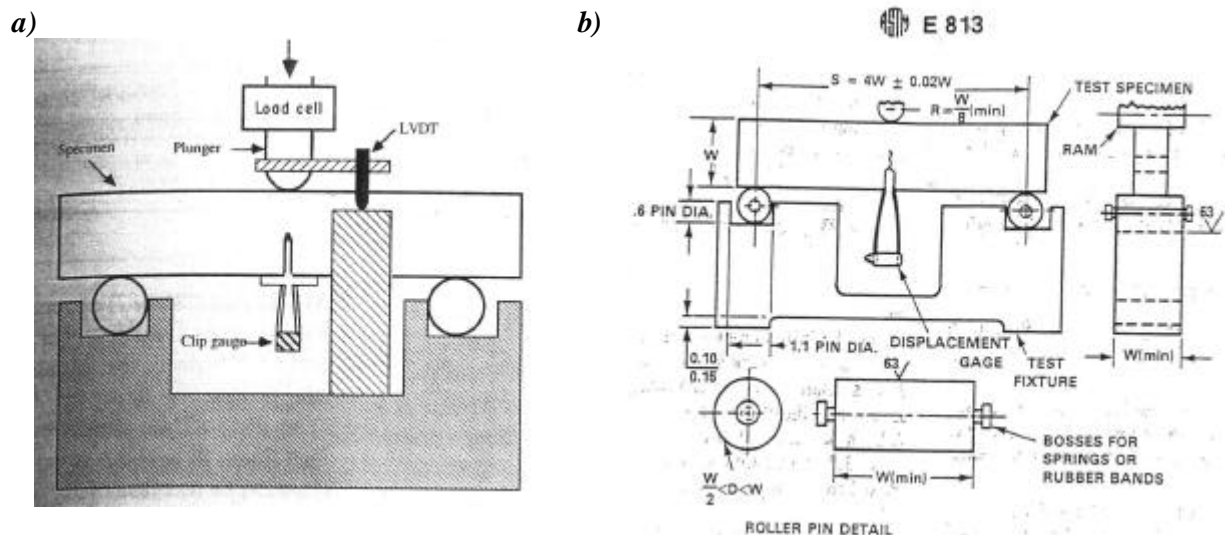


Figure A.II.12 a. Montage simplifié de flexion trois points [Hashemi et al, 1991], b. Montage à respecter pour un essai de flexion trois points [ASTM, 1989]

### Annexe II.3 Compléments de résultats sur éprouvettes axisymétriques entaillées

#### a. Utilisation du pilotage en vitesse de réduction diamétrale

Le PVDF est un polymère semi-cristallin connu pour s'endommager par cavitation. L'importance de la cavitation a été démontrée dans les travaux de Castagnet [Castagnet, 1998] et également dans cette étude. Certains aciers ductiles sont également connus pour subir le même type d'endommagement. Dans la thèse de B. Tanguy réalisé sur l'acier 16MND5, des essais sur éprouvettes entaillées ont été effectués [Tanguy, 2001]. Les essais de traction sur éprouvettes entaillées ont montré qu'on pouvait suivre la coalescence en fin d'essai en pilotant en vitesse de réduction diamétrale. Ce mode de pilotage permet une vitesse plus faible dans la zone endommagée en fin d'essai. Les mêmes essais réalisés en déplacement d'éprouvette ne permettent pas d'obtenir ce résultat, la rupture en fin d'essai étant trop rapide.

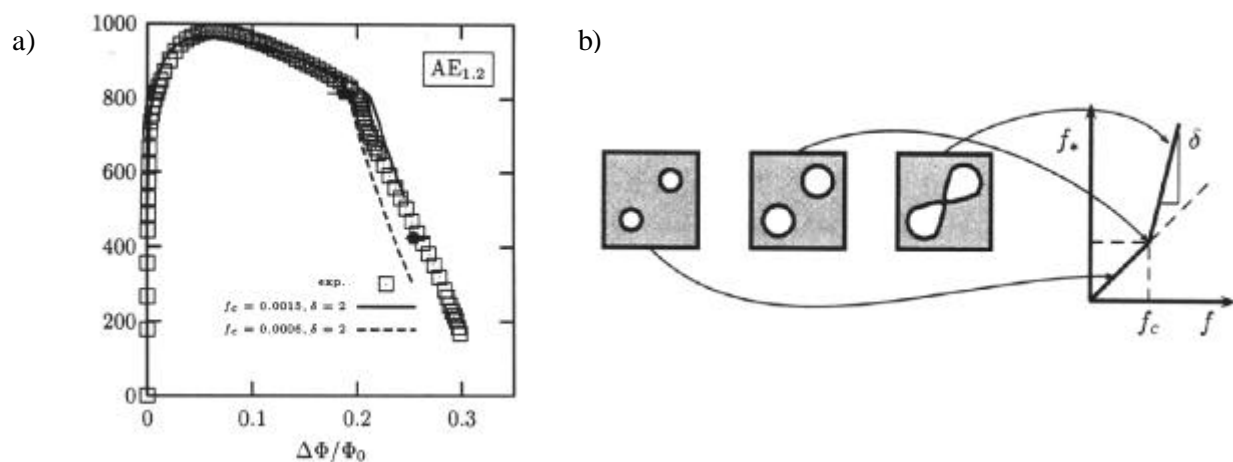


Figure A.II.13 a. Courbe force-réduction diamétrale en pilotage de réduction diamétrale pour l'acier 16MND5 sur une éprouvette AE 1.2, b. Schématisation de la coalescence de cavités en fin d'essai [Tanguy, 2001].

La figure A.II.13a indique un exemple de résultats force-réduction diamétrale, en pilotage de réduction diamétrale sur l'acier 16MND5. On remarque que la partie finale de la courbe se caractérise par une diminution linéaire de la charge, ce qui indique une coalescence progressive des cavités dans la zone endommagée. Cette pente finale peut ensuite être utilisée dans le modèle de comportement-endommagement de Gurson-Tvergaard-Needleman [Tvergaard, 1987]. Elle permet de décrire le phénomène de coalescence (cf. Figure A.II.13b). Ainsi, la coalescence sera caractérisée par deux paramètres :  $f_c$  et  $\delta$ .  $f_c$  correspond au taux maximum de porosités après la croissance et avant la coalescence, et  $\delta$  permet de rendre compte de l'accélération de la croissance pendant le stade de coalescence.

### b. Comparaison des résultats des AE en pilotage LVDT

En complément des essais en pilotage de réduction diamétrale, on a réalisé des essais sur éprouvettes AE en pilotage de déplacement. Les essais présentés sur la figure A.II.14 indiquent les résultats de force-ouverture pour les quatre rayons de courbures, AE4, AE1.6, AE0.8 et AE0.15. L'ouverture est mesurée avec un extensomètre de base de mesure 9 mm dont les couteaux sont situés de part et d'autre de l'entaille.

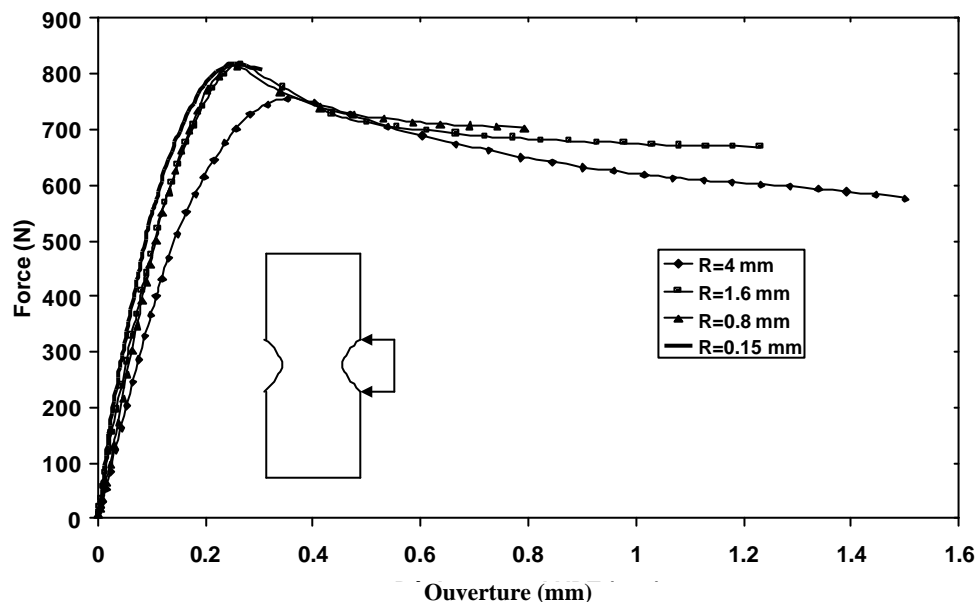


Figure A.II.14 Résultats de force-ouverture pour les quatre rayons de courbure en pilotage LVDT 0.05 mm/s, 20°C

On compare les quatre rayons, et on remarque que pour l'AE1.6, AE0.8 et AE0.15, la charge maximale est identique. En revanche, l'ouverture est réduite avec la diminution de rayon de courbure. On confirme ainsi l'importance de l'endommagement avec la diminution de rayon de courbure.

### c. Comparaison des vitesses de réduction diamétrale et de déplacement sur AE

Sur éprouvettes axisymétriques entaillées, les essais réalisés en pilotage de réduction diamétrale indiquent une relation entre la vitesse de déplacement global (LVDT) et la vitesse de réduction diamétrale. Après la localisation de la déformation dans l'entaille, les deux vitesses sont quasi équivalentes. La figure A.II.15 présente deux résultats de deux essais sur éprouvettes AE1.6 : le

premier essai est réalisé en pilotage LVDT (a), et le second est réalisé en pilotage de réduction diamétrale (b).

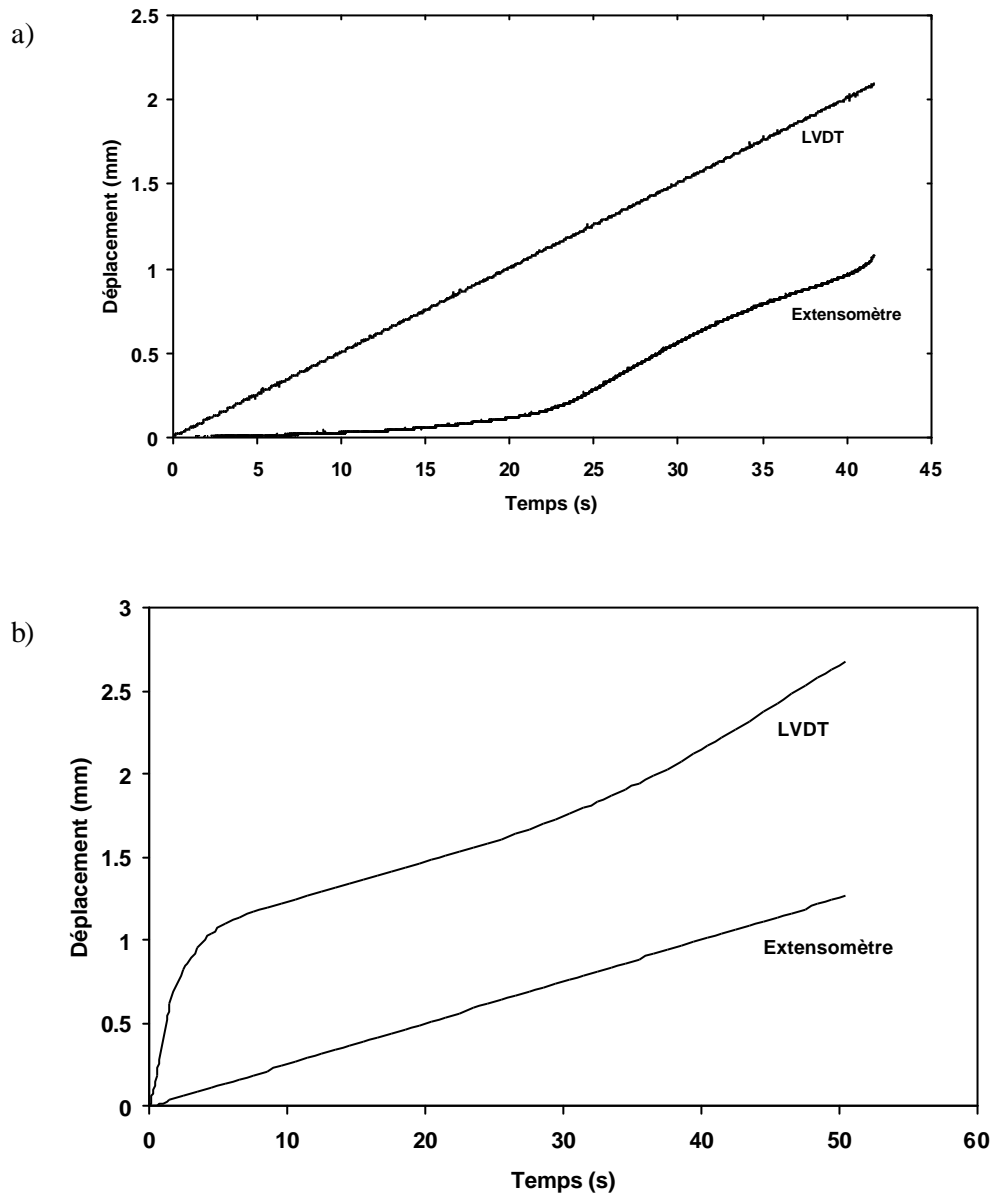


Figure A.II.15 Essais à 20°C sur éprouvette AE1.6 pour deux modes de pilotage : LVDT 0.05 mm/s (a) et réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s (b)

**d. Résultats d'essais de traction sur AE de différentes longueurs**

Des éprouvettes AE1.6 de trois longueurs initiales différentes ont été testées à 20°C à vitesse de réduction diamétrale. Les courbes force-réduction diamétrale sont présentées sur la figure A.II.16.

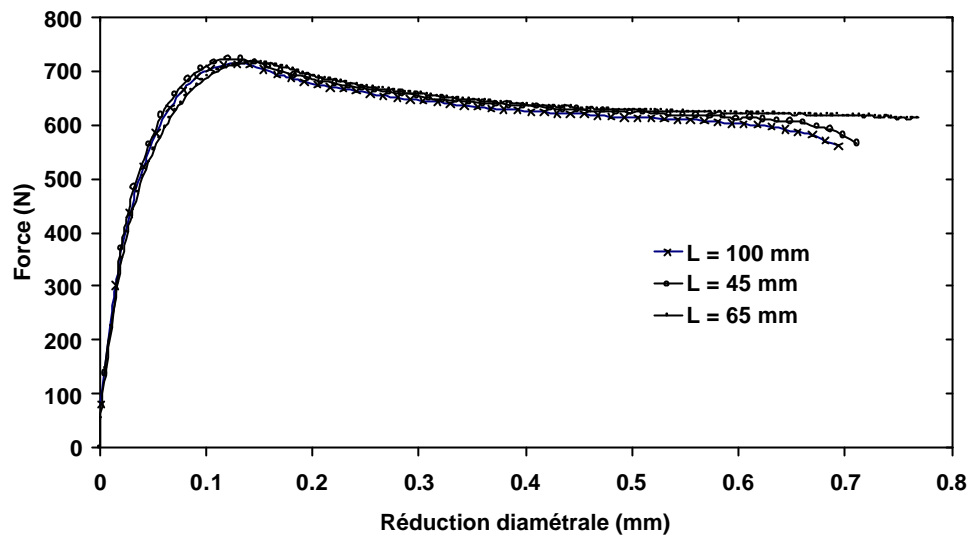
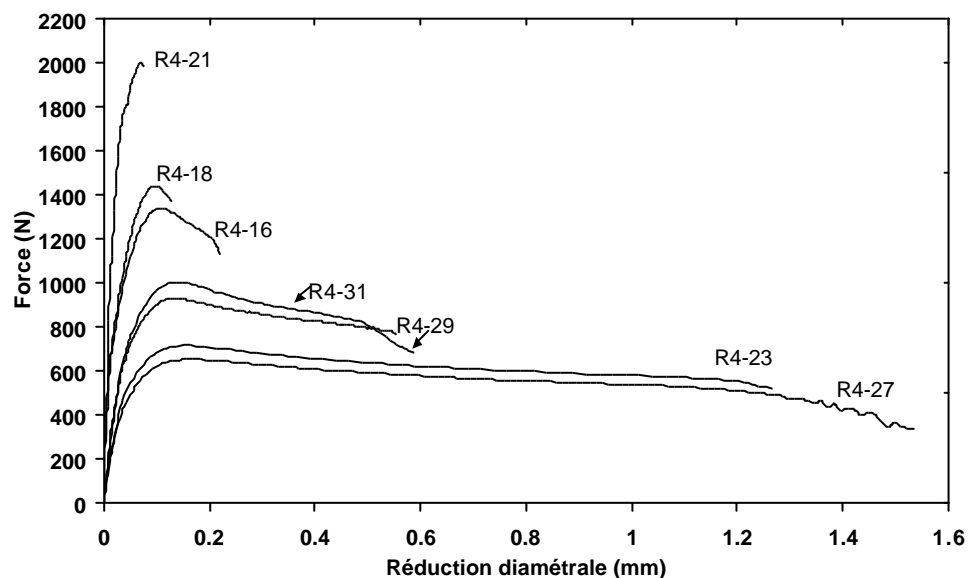


Figure A.II.16 Résultats de force-réduction diamétrale pour trois longueurs d'AE1.6, 20°C, pilotage en vitesse de réduction diamétrale  $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s

On n'observe pas de différences au niveau des grandeurs globales entre les différentes longueurs d'éprouvettes.

#### e. Résultats sur AE4 et AE08 en fonction de la température

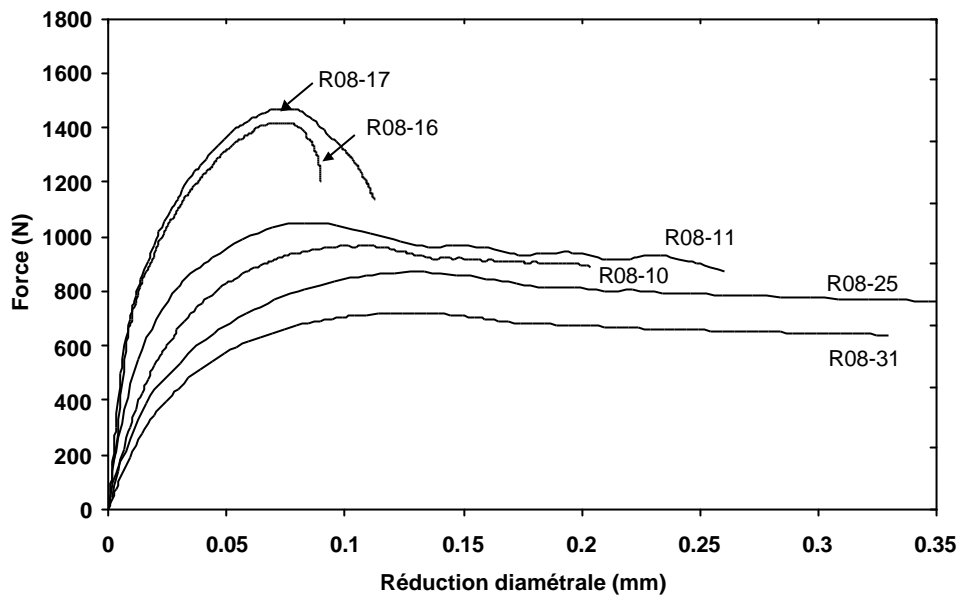
Les résultats sur éprouvettes AE4 et AE0.8 sont donnés pour toutes les températures étudiées et pour les deux vitesses, sur les figures A.II.17 et A.II.18.



T=20°C	vitesse (mm/s)	T=-10°C	vitesse (mm/s)	T=-50°C	vitesse (mm/s)	T=-80°C	vitesse (mm/s)
	$2.5 \cdot 10^{-3}$		$2.5 \cdot 10^{-3}$		$1 \cdot 10^{-3}$		$2.5 \cdot 10^{-3}$
	R4-27		R4-29		R4-16		R4-21
	$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$		R4-18

Figure A.II.17 Résultats sur AE4 en pilotage de réduction diamétrale ( $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s) à différentes températures





$T=20^{\circ}\text{C}$	vitesse (mm/s)	$T=-10^{\circ}\text{C}$	vitesse (mm/s)	$T=-50^{\circ}\text{C}$	vitesse (mm/s)
	$2.5 \cdot 10^{-3}$	R08-31	$2.5 \cdot 10^{-3}$	R08-10	$1.10^{-3}$
	$2.5 \cdot 10^{-2}$	R08-25	$2.5 \cdot 10^{-2}$	R08-11	$2.5 \cdot 10^{-2}$
				R08-16	
				R08-17	

Figure A.II.18 Résultats sur AE0.8 en pilotage en réduction diamétrale ( $2.5 \cdot 10^{-3}$  mm/s) à différentes températures

#### Annexe II.4 Compléments aux calculs comparatifs DENT/SENT en 2D

On donne par la figure A.II.19 un complément d'information sur le maillage d'une éprouvette DENT.

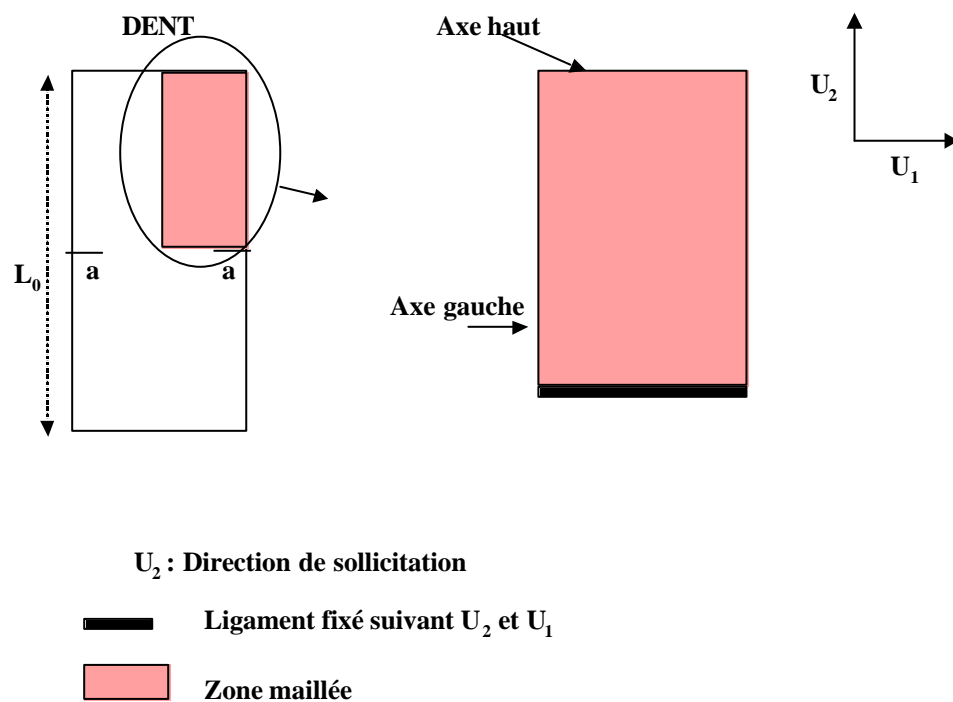


Figure A.II.19 Maillage d'une éprouvette DENT en 2D

On rappelle que la détermination de  $f_g$  se fait à partir du calcul de  $G$  (MPa.mm par unité d'épaisseur), le taux de restitution d'énergie obtenu par la méthode de Parks lors d'un chargement élastique. On travaille sur des éprouvettes dont la longueur utile varie entre 20 et 100 mm, et pour trois longueurs de fissure correspondant aux rapports  $a/W = 0.1, 0.3$  et  $0.5$ . La largeur des éprouvettes est de 6 mm, et l'épaisseur est de 1. Le temps de l'essai est de 40 secondes (vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

Suivant le type de mors utilisé, le ligament appelé haut peut ou non être bloqué suivant la direction  $U_1$ . L'effet de bloquer ces éléments suivant  $U_1$  induit des petites variations sur  $G$  qui seront également données dans les résultats suivants.

On s'intéresse d'abord aux résultats de  $G$  pour les deux géométries, pour les trois rapports  $a/W$  et pour toutes les longueurs utiles, pour les deux géométries SENT et DENT.

$L_0/2$ (mm)	Dep (mm)	$G$ (MPa.mm) DENT	$G$ (MPa.mm) SENT
10	0.8	15.1	16.8
15	1.2	16.1	16.9
20	1.6	16.0	17.0
30	2.4	15.7	17.1
40	3.2	15.7	17.3
50	4.0	15.5	17.2

Tableau A.II. 2 Calculs de  $G$  pour  $a/W = 0.1$  pour différentes longueurs utiles, SENT et DENT

$L_0/2$ (mm)	Dep (mm)	$G$ (MPa.mm) DENT	$G$ (MPa.mm) SENT
10	0.8	39.2	53.3
15	1.2	42.7	64.1
20	1.6	43.7	71.0
30	2.4	44.3	79.2
40	3.2	44.5	83.7
50	4.0	44.5	86.4

Tableau A.II. 3 Calculs de  $G$  pour  $a/W = 0.3$  pour différentes longueurs utiles, SENT et DENT

$L_0/2$ (mm)	Dep (mm)	$G$ (MPa.mm) DENT	$G$ (MPa.mm) SENT
10	0.8	53.6	76.4
15	1.2	62.0	113.9
20	1.6	66.8	146.8
30	2.4	71.9	199.8
40	3.2	74.5	239.5
50	4.0	76.0	269.8

Tableau A.II. 4 Calculs de  $G$  pour  $a/W = 0.5$  pour différentes longueurs utiles, SENT et DENT

Si on trace maintenant l'évolution de  $G$  en fonction de la longueur utile, on met mieux en évidence les problèmes liés à l'utilisation des éprouvettes SENT (*cf. Figure A.II.20*). En effet,  $G$  est normalement quasiment indépendant face à la longueur utile de l'éprouvette. Ici pour les rapports  $a/W$  élevés,  $G$  augmente avec la longueur utile. Cela peut s'expliquer par l'importance de la part de flexion pour les grandes éprouvettes. On remarque en revanche que pour les DENT,  $G$  est quasiment constant dans tous les cas. Travailler avec un paramètre le plus indépendant possible des dimensions et des conditions d'essais est préférable, ainsi on voit l'intérêt des éprouvettes doublement fissurées par rapport aux éprouvettes simplement fissurées.

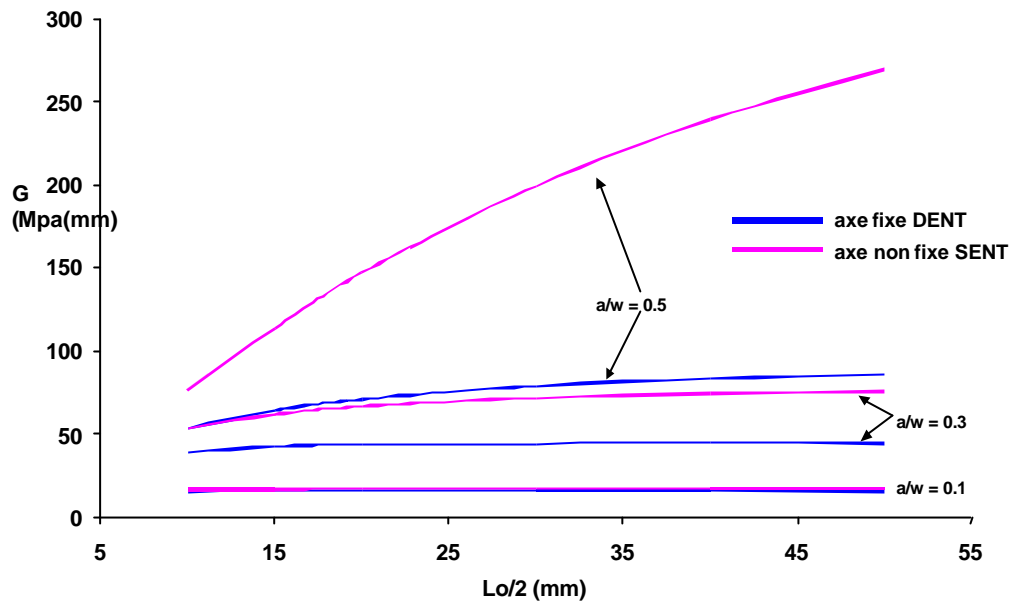


Figure A.II.20 Evolution de  $G$  en fonction de la longueur utile pour une éprouvette DENT et SENT, pour différents rapports  $a/W$

Dans les tableaux A.II.5 à A.II.10, on présente les compléments de résultats par rapport au paragraphe précédent. On distingue deux cas dans les tableaux : soit l'axe haut est fixe, soit il ne l'est pas suivant  $U_1$ . Dans le premier cas, on considère que cet axe est pris dans les mors et qu'il ne peut pas se déformer. Dans l'autre cas il subit la même déformation que le reste de l'éprouvette dans le sens de la largeur. Cette différence influe uniquement sur les valeurs de  $G$  et pas sur les valeurs de  $f_g$ . La comparaison a été faite pour les éprouvettes SENT et DENT. Dans les tableaux les valeurs de  $K_{Parks}$  sont obtenues par calcul éléments finis, et les valeurs de  $K_{Tada}$  sont obtenues à partir de la formule (8) :

$$K_{Tada} = \frac{P}{Wb} \sqrt{pa} f_g \quad (8)$$

### Éprouvette SENT

$L_0/2$ (mm)	Dep (mm)	Axe haut fixe					Axe haut non fixe				
		G	$P_{max}$	$K_{Parks}$	$K_{Tada}$	$f_g$	G	$P_{max}$	$K_{Parks}$	$K_{Tada}$	$f_g$
10	0.8	16.8	1029	7.44	8.4	1.129	15.82	997.8	7.22	8.16	1.129
15	1.2	16.96	1024	7.40	8.44	1.140	16.24	1002	7.25	8.26	1.140
20	1.6	17.04	1021	7.38	8.46	1.146	16.48	1004	7.26	8.33	1.146
30	2.4	17.1	1019	7.37	8.48	1.150	16.69	1005	7.27	8.38	1.152
40	3.2	17.3	1018	7.36	8.53	1.158	16.81	1006	7.28	8.41	1.154
50	4.0	17.25	1018	7.36	8.52	1.156	16.87	1007	7.28	8.42	1.156

Tableau A.II. 5 Calculs pour  $a/W=0.1$  pour différentes longueurs utiles

$L_0/2$ (mm)	Dep (mm)	Axe haut fixe					Axe haut non fixe				
		G	$P_{max}$	$K_{Parks}$	$K_{Tada}$	$f_g$	G	$P_{max}$	$K_{Parks}$	$K_{Tada}$	$f_g$
10	0.8	53.3	920	11.52	14.97	1.299	50.69	894	11.20	14.60	1.303
15	1.2	64.2	943	11.81	16.43	1.391	61.82	924	11.57	16.13	1.393
20	1.6	71	957	11.99	17.28	1.441	68.9	941	11.79	17.03	1.444
30	2.4	79.2	974	12.20	18.25	1.495	77.24	961	12.04	18.03	1.497
40	3.2	83.7	984	12.33	18.76	1.522	81.8	972	12.17	18.55	1.523
50	4.0	86.4	990	12.40	19.06	1.537	84.6	989	12.39	18.87	1.522

Tableau A.II. 6 Calculs pour  $a/W=0.3$  pour différentes longueurs utiles

L <sub>0</sub> /2 (mm)	Dep (mm)	Axe haut fixe					Axe haut non fixe				
		G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>	G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>
10	0.8	76.4	712	11.52	17.93	1.556	73.7	695.4	11.25	17.61	1.565
15	1.2	113.9	755	12.21	21.89	1.792	110.9	741.9	12.00	21.60	1.799
20	1.6	146.8	787	12.73	24.85	1.951	143.6	776.3	12.56	24.58	1.956
30	2.4	199.8	833	13.48	28.99	2.151	196.1	824.1	13.33	28.72	2.154
40	3.2	239.5	865	13.99	31.74	2.268	235.4	855.8	13.84	31.47	2.272
50	4.0	269.8	887	14.35	33.69	2.347	265.1	878.5	14.21	33.39	2.349

Tableau A.II. 7 Calculs pour  $a/W=0.5$  pour différentes longueurs utiles

Si on compare les valeurs de  $F(a/W)$  aux valeurs de la table de Tada, c'est à dire  $f_g = 1.18$  pour  $a/W = 0.1$ ,  $f_g = 1.66$  pour  $a/W = 0.3$ , et  $f_g = 3.05$  pour  $a/W = 0.5$ , on s'aperçoit que dans les trois cas la norme n'est pas vraiment respectée.

Cependant les tables de Tada et al supposent un chargement de traction pure, or le calcul indique de la flexion dans l'éprouvette. Si maintenant on prend les valeurs de  $f_g$  pour des éprouvettes SENB de flexion trois points, on remarque que pour  $a/W = 0.3$   $f_g = 1.122$ , et pour  $a/W = 0.5$   $f_g = 1.49$ . La valeur de  $f_g$  en flexion est plus faible que celle de traction, ce qui peut expliquer les résultats inférieurs à la norme. Les résultats du calcul numérique laissent supposer qu'il y a une combinaison entre un chargement de flexion et celui de traction dans le ligament pour l'éprouvette dite SENT.

### Eprouvettes DENT

L <sub>0</sub> /2 (mm)	Dep (mm)	Axe Haut fixe					Axe haut non fixe				
		G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>	G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>
10	0.8	15.1	1061	7.67	7.97	1.038	14.86	998.2	7.23	7.90	1.094
15	1.2	16.1	1043	7.54	8.23	1.09	14.96	1002	7.25	7.93	1.094
20	1.6	16.0	1035	7.49	8.20	1.095	15.02	1004	7.26	7.95	1.094
30	2.4	15.73	1028	7.44	8.13	1.093	15.07	1006	7.28	7.96	1.094
40	3.2	15.69	1024	7.41	8.12	1.096	15.09	1007	7.28	7.97	1.093
50	4.0	15.55	1023	7.40	8.09	1.092	15.09	1007	7.28	7.97	1.093

Tableau A.II. 8 Calculs pour  $a/W=0.1$  pour différentes longueurs utiles

L <sub>0</sub> /2 (mm)	Dep (mm)	Axe haut fixe					Axe haut non fixe				
		G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>	G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>
10	0.8	39.23	974	12.2	12.84	1.05	37.47	914.1	11.46	12.55	1.095
15	1.2	42.71	981	12.29	13.40	1.09	39.85	944	11.83	12.94	1.094
20	1.6	43.7	988	12.37	13.55	1.09	41.17	959.7	12.02	13.16	1.094
30	2.4	44.3	997	12.49	13.65	1.09	42.46	976	12.23	13.36	1.092
40	3.2	44.5	1001	12.54	13.68	1.09	43.02	984	12.33	13.45	1.09
50	4.0	44.5	1004	12.58	13.68	1.08	43.22	989	12.39	13.48	1.087

Tableau A.II. 9 Calculs pour  $a/W=0.3$  pour différentes longueurs utiles

L <sub>0</sub> /2 (mm)	Dep (mm)	Axe haut fixe					Axe Haut non fixe				
		G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>	G	P <sub>max</sub>	K <sub>Parks</sub>	K <sub>Tada</sub>	f <sub>g</sub>
10	0.8	53.6	828	13.39	15.01	1.12	49.62	776.7	12.58	14.44	1.148
15	1.2	62.0	872	14.10	16.15	1.14	58.11	841.9	13.64	15.63	1.146
20	1.6	66.8	902	14.59	16.76	1.15	63.26	878.4	14.23	16.31	1.146
30	2.4	71.9	937	15.16	17.39	1.14	69.06	918.4	14.87	17.04	1.145
40	3.2	74.5	955	15.45	17.70	1.14	72.14	939.9	15.22	17.42	1.144
50	4.0	76.0	967	15.64	17.88	1.14	73.88	953.4	15.44	17.63	1.141

Tableau A.II. 10 Calculs pour  $a/W=0.5$  pour différentes longueurs utiles

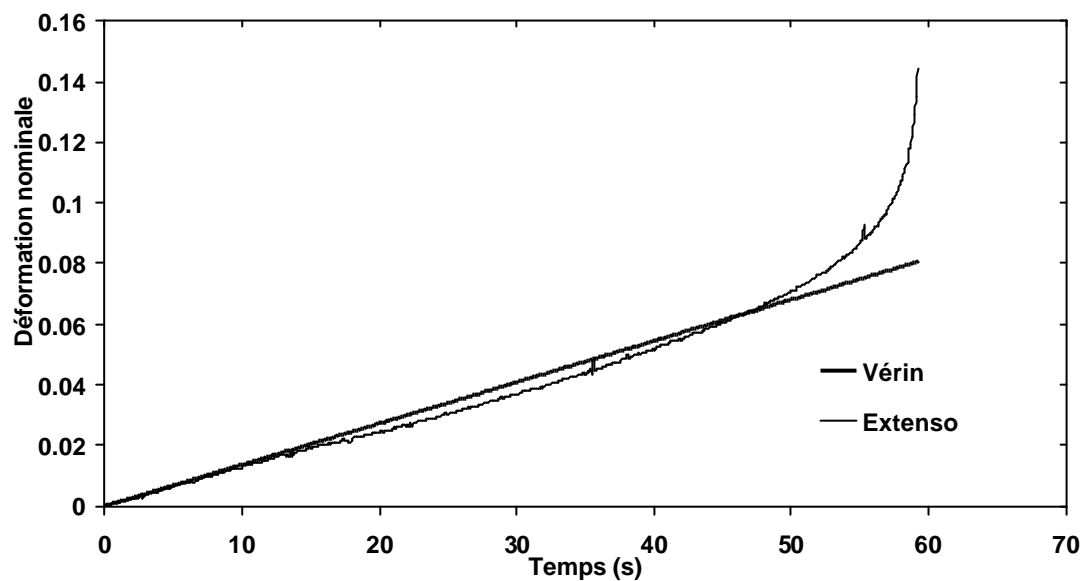
Si maintenant, on s'intéresse aux résultats des éprouvettes DENT, les tables de Tada et al donnent pour  $a/W = 0.1$   $fg = 1.12$ , pour  $a/W = 0.3$   $fg = 1.131$ , et pour  $a/W = 0.5$   $fg = 1.18$ . Un très léger décalage par rapport à la norme est obtenu, mais le plus important est une régularité de la valeur de  $fg$  en fonction de la longueur utile de l'éprouvette pour les trois géométries.

### Annexe II.5 Compléments des résultats sur DENT

#### a. Suivi de la vitesse d'ouverture

On compare sur la figure A.II.21 les déformations nominales mesurées par l'extensomètre (mesure de l'ouverture, base de mesure 6.2 mm) et par le LVDT (base de mesure 110 mm). La figure A.II.21a représente les résultats pour une éprouvette DENT où  $a/B = 0.07$ , et la figure A.II.21b représente un les résultats pour une éprouvette DENT où  $a/B = 0.45$ .

a)



b)

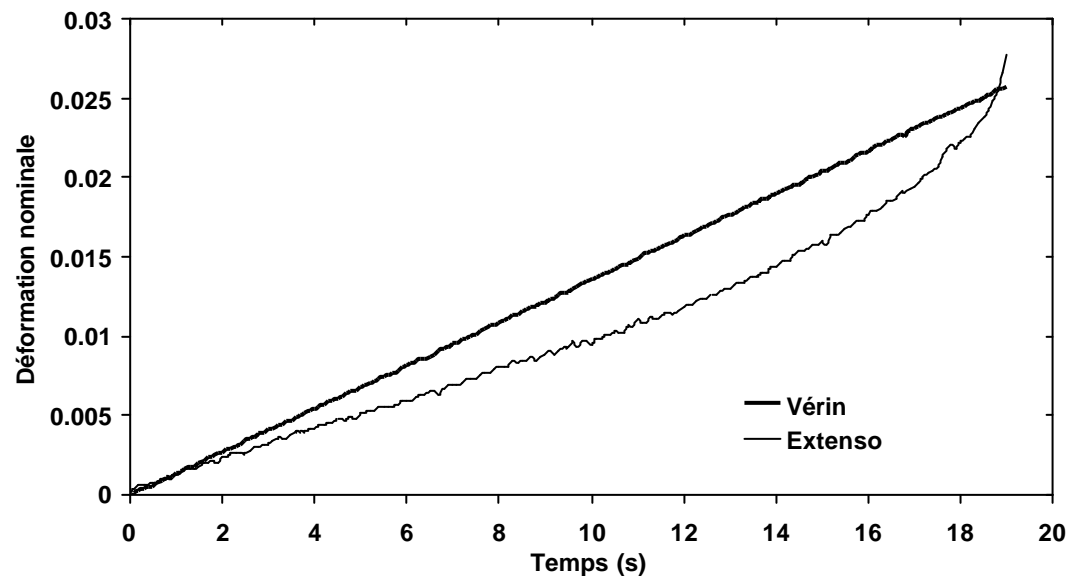
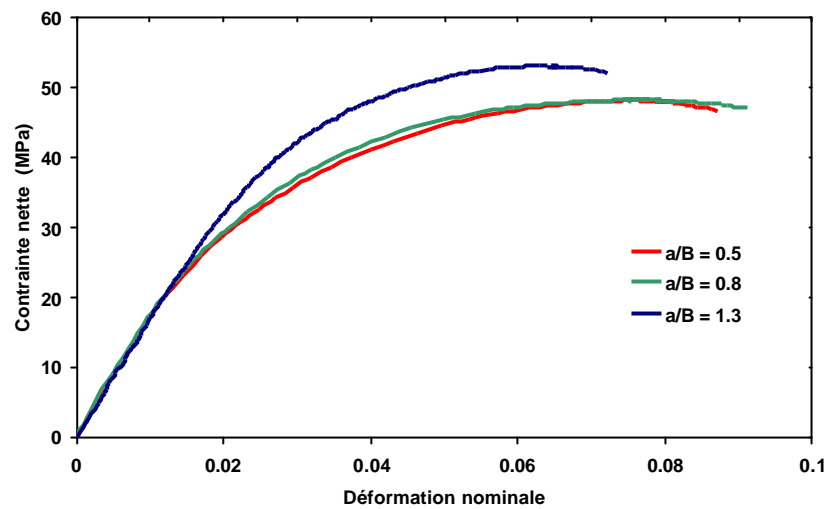


Figure A.II.21 Courbes déformation nominale-temps pour un rapport  $a/B = 0.07$  (a), et  $a/B = 0.45$  (b), obtenues à 20°C, à 0.15 mm/s

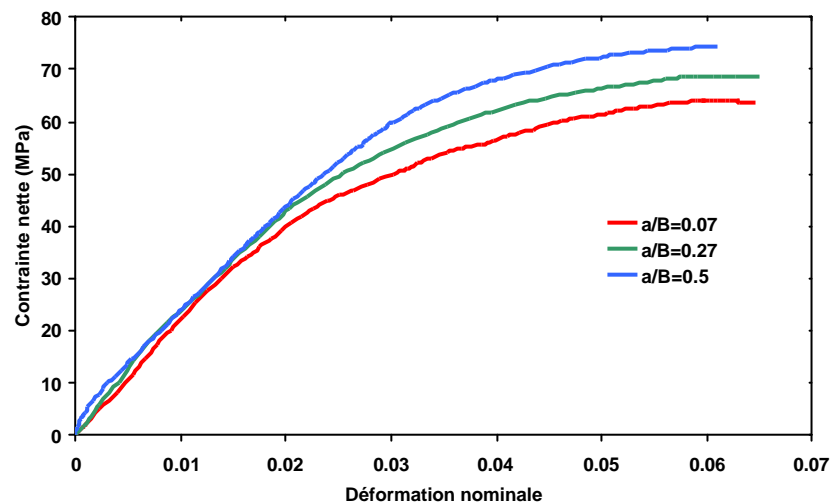
## a. Compléments des essais sur les éprouvettes DENT en température

La figure A.II.22 donne les résultats sur éprouvettes DENT à 35°C (a), 0°C (b) et -20°C (c).

a)



b)



c)

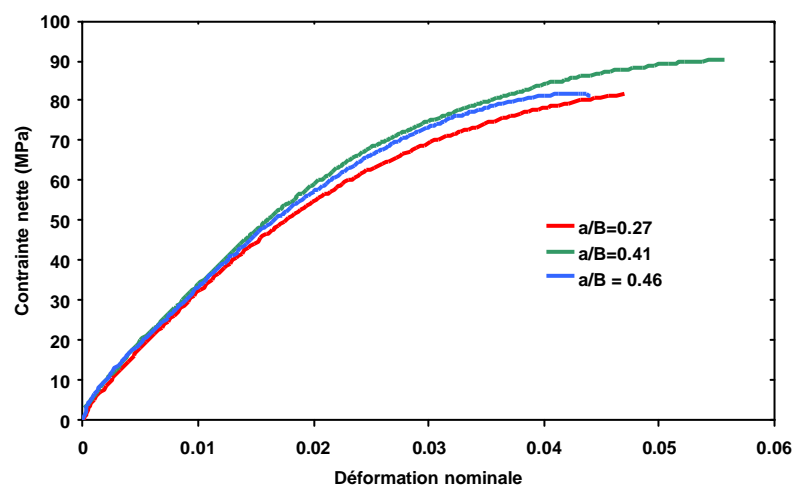
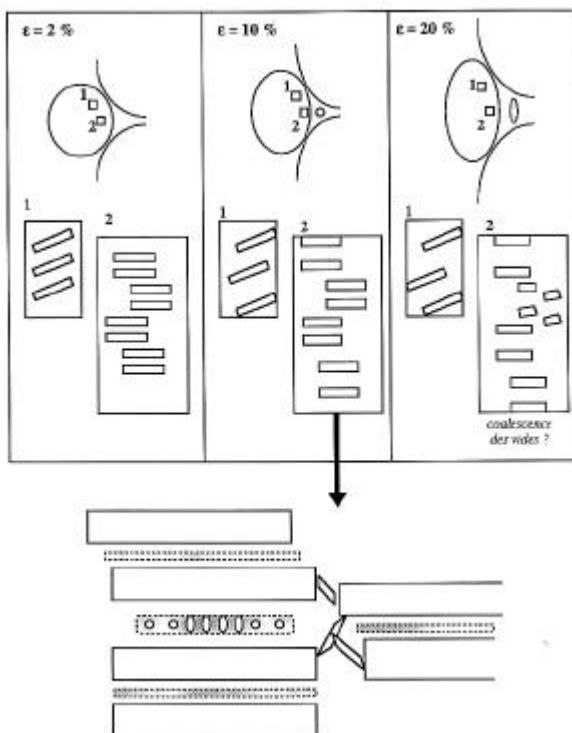


Figure A.II. 22 Résultats des essais sur éprouvettes DENT à 35°C (a), 0°C (b) et -20°C (c) pour différents rapports  $a/B$

**Annexe III.1 Modèle physique proposé par S. Castagnet pour décrire les micromécanismes de cavitation dans le PVDF**

Le premier schéma ci-dessous est repris de la thèse de S.Castagnet. Il traduit la déformation du PVDF dans le domaine élastique-anélastique. Les sphérolites s'ovalisent légèrement. Les empilements de lamelles sont déformés par la séparation interlamellaire dans les zones équatoriales (2 sur la *figure A.III.1a*), par la séparation et le glissement simultanés dans les zones à 45° (1 sur la *figure A.III.1*). La nucléation de la première population de cavités intervient prioritairement dans les zones équatoriales du sphérolite, avec une périodicité triple de la longue période. Les zones à 45° sont encore vierges de tout dommage. Une seconde population de défauts de taille dix fois supérieure affecte l'amorphe intersphérolitique. Au fur et à mesure de la déformation, les micro-vides envahissent largement le volume du matériau. Ils se développent en particulier dans les zones à 45°. Les cavités déjà formées s'allongent considérablement dans la direction de sollicitation pour former des épingles [Castagnet, 1998].

a)



b)

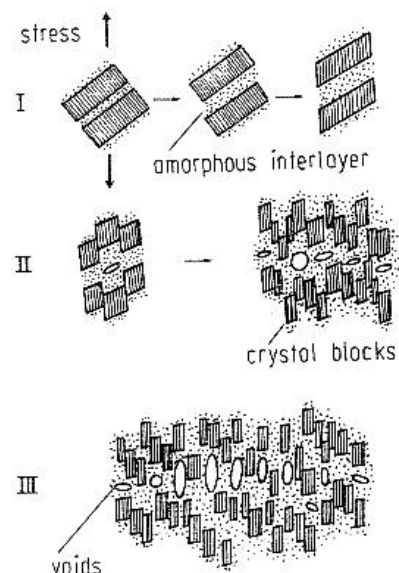


Figure A.III.1 (a) Modélisation de l'endommagement du PVDF [Castagnet, 1998], (b) Modélisation de la déformation d'un polymère semi-cristallin

Un schéma complémentaire a été proposé pour généraliser la déformation des polymères semi-cristallins pour une température supérieure à la température de transition vitreuse (*cf. Figure A.III.1b*). Les mêmes mécanismes que précédemment sont proposés, avec un complément sur la rupture. Quand la déformation maximale des chaînes liens et fibrilles est atteinte, leur rupture entraînent la coalescence des cavités, et la création de crazes qui peuvent ensuite propager au reste de la structure.

### Annexe III.2 Observations complémentaires des mécanismes de déformation et d'endommagement

#### a. Observations des faciès endommagés avant rupture

a) En complément des observations présentées dans le chapitre III, la figure A.III.2 présente une microfissure observée dans la zone endommagée d'une éprouvette AE0.8. La flèche rouge indique la direction de sollicitation. Dans la microfissure dont la longueur fait environ  $4\ \mu\text{m}$ , il est possible d'observer des fibrilles étirées. Au stade précédant cette fissure, des cavités étaient certainement présentes entre ces microfibrilles et la rupture de ces dernières a permis la coalescence des cavités.

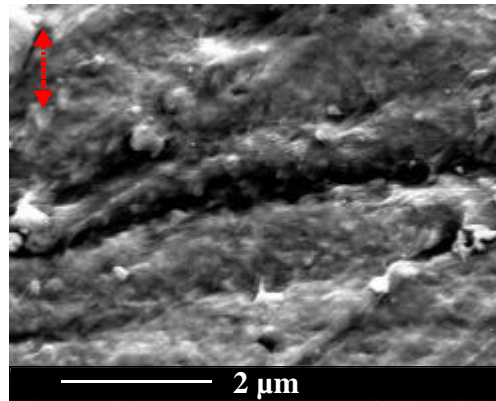


Figure A.III.2 Observation d'une microcavité dans la zone endommagée

b) La figure A.III.3 montre une comparaison entre deux zones microtomées : la zone de gauche correspond à la zone endommagée et la zone de droite correspond à une zone vierge. Les traits verticaux correspondent aux marques laissées par le couteau du microtome. La différence essentielle entre les deux photos est la présence de nombreuses cavités dans la zone endommagée. Bien que ces deux clichés correspondent au même échantillon, la surface endommagée est bombée alors que la surface vierge est complètement lisse. Ceci s'explique par le relâchement des chaînes localement fortement étirées.

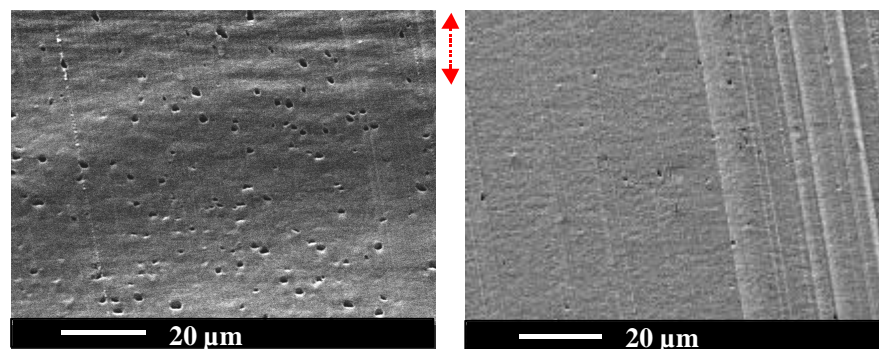


Figure A.III.3 Comparaison entre une surface endommagée et une surface vierge



**b. Observations de sphérolites étirés**

La figure A.III.4 présente des observations de sphérolites fortement étirés dans une zone d'amorçage d'une éprouvette AE. Ils suivent tous la même direction d'étirement, indiquée par l'allongement du cœur cristallisé et par les chaînes de part et d'autre. De nombreuses micro-cavités sont présentes à une plus petite échelle entre les chaînes macromoléculaires.

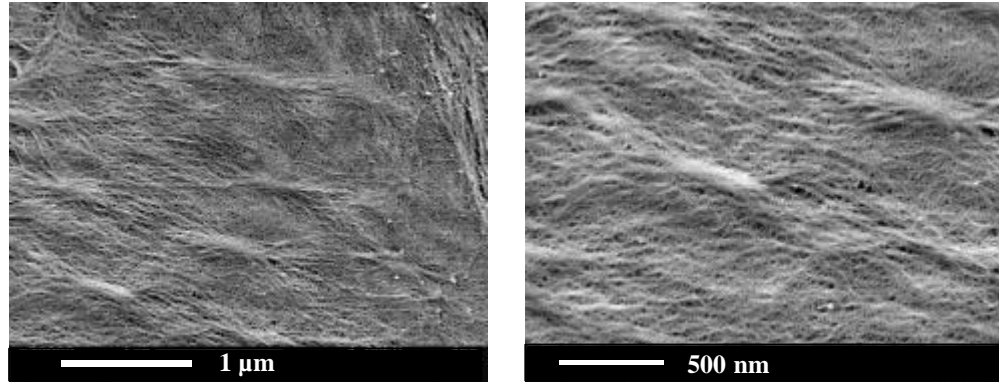


Figure A.III.4 Observations de sphérolites déformés

**c. Observations de l'endommagement en pointe de fissure**

La figure A.III.5 indique une observation macroscopique de l'endommagement sous forme de blanchiment en pointe de fissure pour des éprouvettes DENT. Bien que cet endommagement soit très net sur la photo de droite, au MEB ensuite il est plus difficile de le mettre en évidence car cet endommagement intervient essentiellement à cœur et on ne réalise qu'une observation de surface.

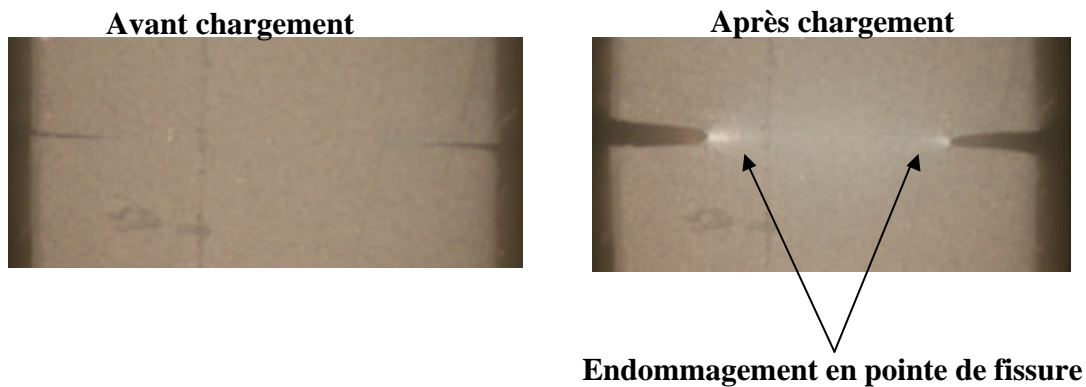


Figure A.III.5 Observations de l'endommagement en pointe de fissure

**d. Observations de bandes discontinues sur faciès de rupture AE**

La figure A.III.6 ci-dessous indique la présence de bandes discontinues sur un faciès d'AE4 à 20°C. Ces bandes se rapprochent avec l'accélération de la propagation du centre vers les bords de l'éprouvette.

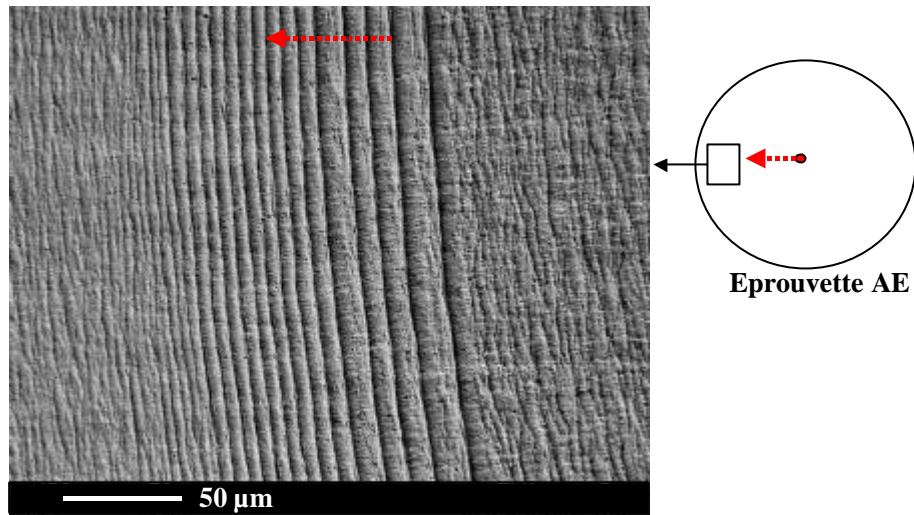


Figure A.III.6 Observation de bandes discontinues de propagation sur un faciès de rupture d'AE4

### Annexe III.3 Faciès de rupture d'éprouvette lisse à -100°C

Les essais de rupture sur éprouvettes lisses ont indiqué que même à -100°C l'amorçage était toujours ductile. Sur la figure A.III.7, la zone d'amorçage est présentée. Elle est caractérisée par une certaine elongation des chaînes témoignant de la ductilité. La présence de nombreuses impuretés au centre de la mini zone d'amorçage est également observée. Au delà de cette zone d'amorçage ductile, tout le reste du faciès est complètement fragile.

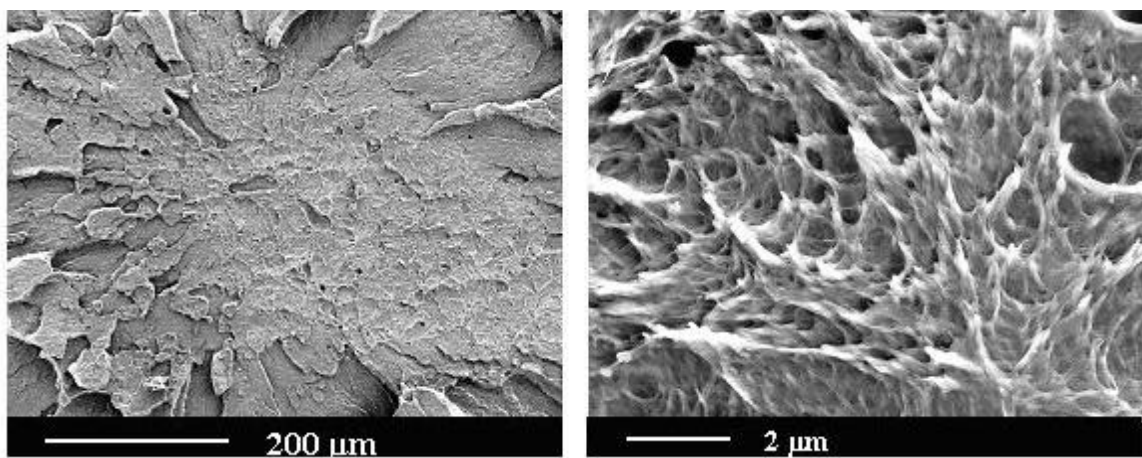


Figure A.III.7 Zone d'amorçage à -100°C

**Annexe IV.1 Maillage des éprouvettes axisymétriques entaillées**

Les maillages complets des éprouvettes AE4, AE1.6 et AE0.8 sont présentés ci-dessous (cf. Figure A.IV.1). L'élément en bleu représente le ressort qui permet de prendre en compte la complaisance de la machine. Les conditions limites sont également présentées ainsi que le détail du maillage dans la zone entaillée.

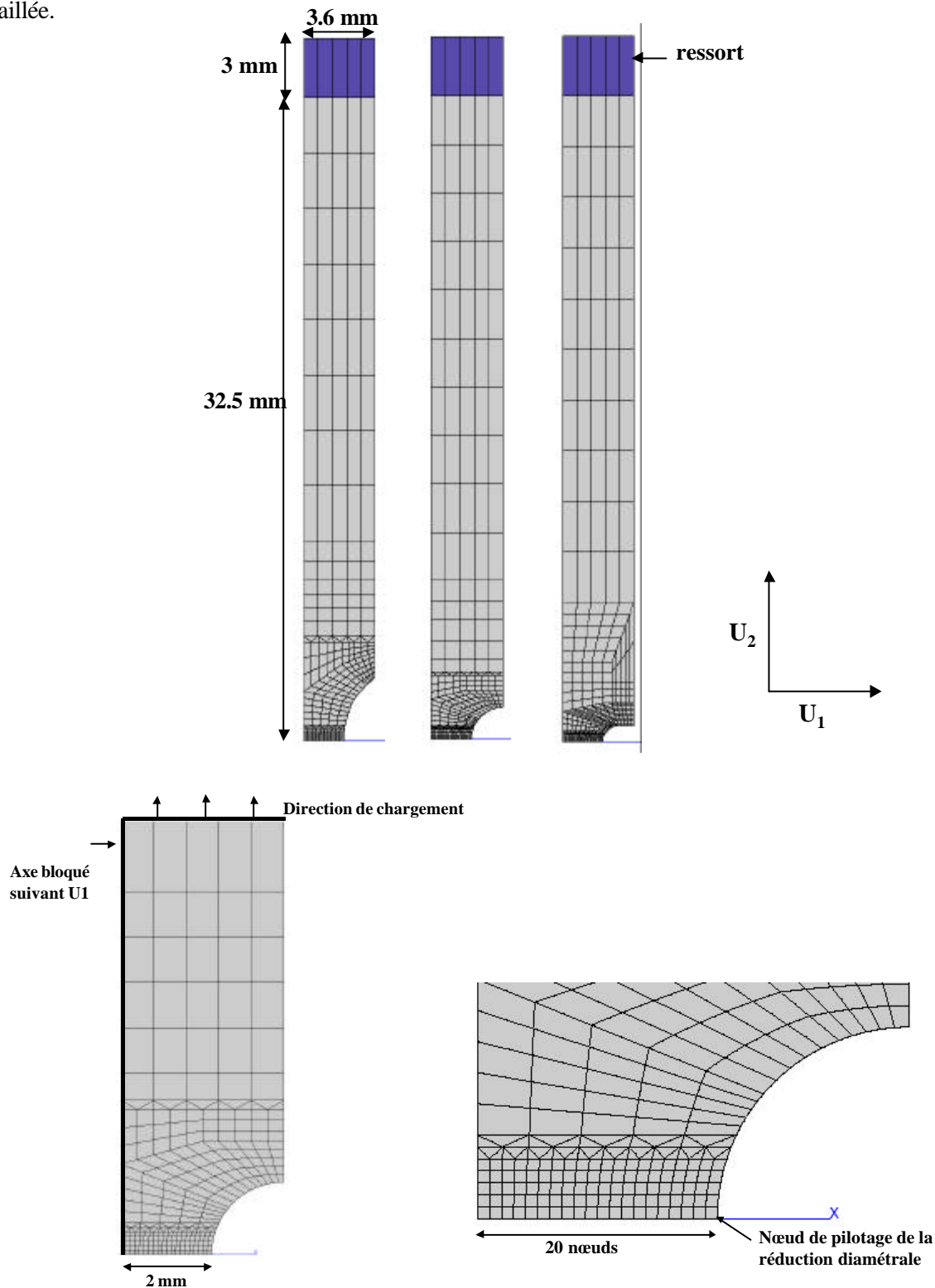


Figure A.IV.1 *Maillages et conditions limites des éprouvettes axisymétriques entaillées*

### Annexe IV. 2 Résultats des calculs GTN pour éprouvettes AE en chargement LVDT

Dans le chapitre IV ont été présentés les résultats des calculs pour des pilotage en vitesse de réduction diamétrale. On présente ici les résultats de comparaison entre les courbes expérimentales et simulées sur AE pour des chargements en vitesse de déplacement LVDT constante 3 mm/min (cf. Figure A.IV.2).

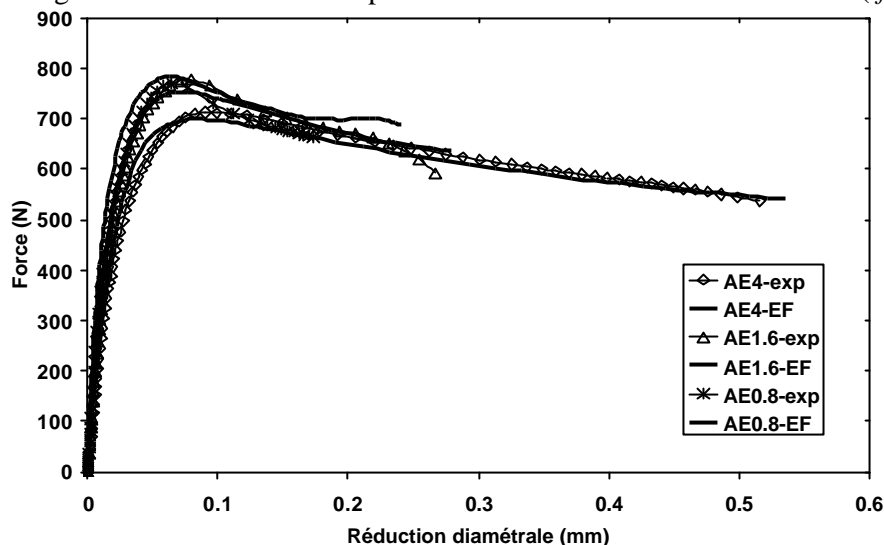


Figure A.IV.2 Courbes force-réduction diamétrale expérimentales et simulées, AE4, AE1.6 et AE0.8, 3 mm/min

### Annexe IV. 3 Compléments au mode de pilotage par réduction diamétrale

Dans le chapitre IV il a été évoqué l'utilisation d'une procédure de routine pour permettre de réaliser les calculs en vitesse de réduction diamétrale constante. Cette procédure utilise une variable de pénalisation  $K_{pen}$ , qui permet de forcer le calcul à suivre la vitesse demandée. Il est possible de changer la valeur de cette variable afin d'augmenter les pas de calcul tout en suivant à peu près la bonne vitesse de réduction diamétrale. La figure suivante donne une comparaison entre des résultats de calculs pour  $K_{pen} = 10000$  et  $K_{pen} = 1000000$  pour une éprouvette AE1.6, testée à  $-10^{\circ}\text{C}$  à 2.5 mm/s. On compare d'abord les résultats de force-réduction diamétrale et ensuite de vitesse de réduction diamétrale, par rapport aux données expérimentales (cf. Figures A.IV.3 et A.IV.4).

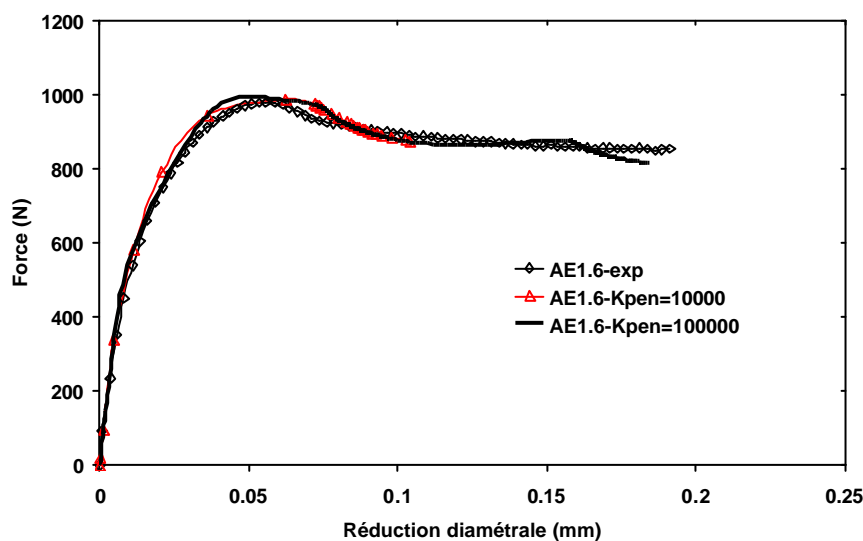


Figure A.IV.3 Courbes force-réduction diamétrale expérimentale et simulées pour deux valeurs de  $K_{pen}$

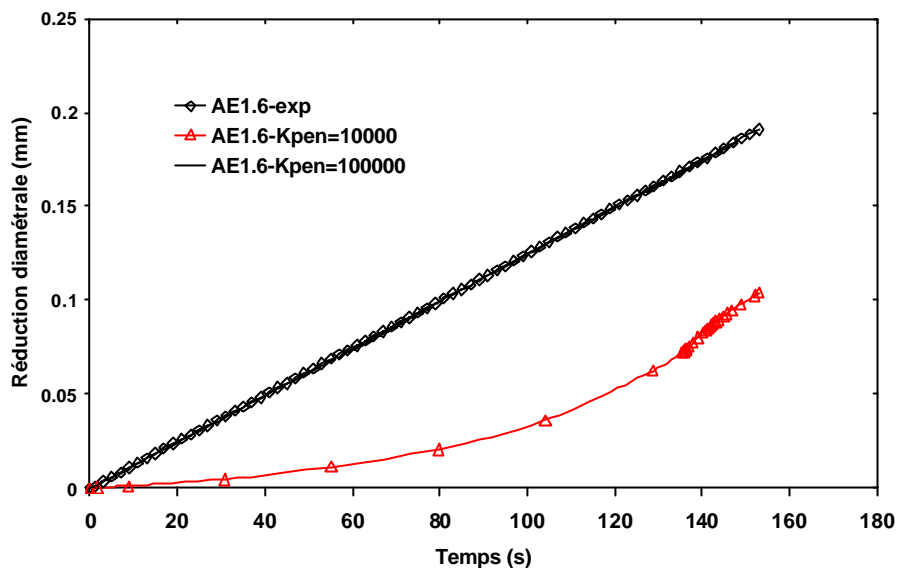


Figure A.IV.4 Courbes réduction diamétrale – temps expérimentale et simulées pour deux valeurs de  $K_{pen}$

**Annexe IV. 4 Calcul du volume par analyse d'images**

On schématise la moitié de l'éprouvette en axisymétrique, avec  $h_0$  la hauteur initiale de l'éprouvette,  $h_{max}$  sa hauteur actuelle lors de la déformation,  $r_{min}$  le rayon minimal, dépendant de  $h_{max}$  et de  $r_{max}$  le rayon initial de l'éprouvette. le volume initial s'écrit :

$$V_0 = \pi r_{max}^2 h_0 \tag{1}$$

tandis que le volume approximatif, en négligeant la contraction :

$$V_{app} = \pi r_{max}^2 h_{max} \tag{2}$$

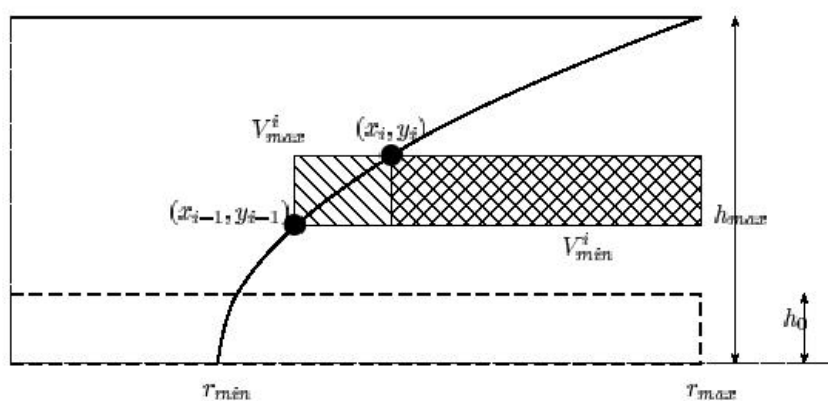


Figure A.IV.5 Déformée de l'éprouvette

## 1. Cas discret

a. En passant par le volume du tore  $V_{reel} = V_{app} - V_{tore}$  (3)

On calcule le volume du tore. Pour  $i$  fixé :

$$V_{\max}^i = 2\mathbf{p} \frac{r_{\max} + x_{i-1}}{2} (y_i - y_{i-1}) (r_{\max} - x_{i-1}) \quad (4)$$

$$V_{\min}^i = 2\mathbf{p} \frac{r_{\max} + x_i}{2} (y_i - y_{i-1}) (r_{\max} - x_i) \quad (5)$$

Soient :

$$V_{\max}^i = \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) (r_{\max}^2 - x_{i-1}^2) \quad (6)$$

$$V_{\min}^i = \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) (r_{\max}^2 - x_i^2) \quad (7)$$

Le volume élémentaire  $V^i$  sur le tore se calcule avec :

$$V^i = V_{\min}^i + \frac{V_{\max}^i - V_{\min}^i}{2} = \frac{V_{\max}^i + V_{\min}^i}{2} \quad (8)$$

donc,

$$V^i = \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) \left( r_{\max}^2 - \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \right) \quad (9)$$

Le volume total du tore s'obtient alors en sommant selon l'échantillonnage (selon  $i$ ) :

$$V_{tore} = \sum_i V^i = \sum_i \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) \left( r_{\max}^2 - \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \right) \quad (10)$$

Cette dernière équation peut encore s'écrire :

$$V_{tore} = \sum_i \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) r_{\max}^2 - \mathbf{p} \sum_i (y_i - y_{i-1}) \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \quad (11)$$

Or,

$$\sum_i \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) r_{\max}^2 = \mathbf{p} r_{\max}^2 h_{\max} = V_{app} \quad (12)$$

L'équation (3) permet d'obtenir le volume réel :

$$V_{reel} = V_{app} - V_{tore} = \mathbf{p} \sum_i (y_i - y_{i-1}) \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \quad (13)$$

b. Calcul direct du volume réel

Il s'agit de calculer par tranche de cône. De la même manière que précédemment, on peut calculer des tranches cylindriques  $(V_{\min}^i, V_{\max}^i)$ .

Ainsi,

$$V_{\max}^i = \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) x_i^2 \quad (14)$$

$$V_{\min}^i = \mathbf{p} (y_i - y_{i-1}) x_{i-1}^2 \quad (15)$$

Le volume élémentaire s'écrit :

$$V^i = V_{\min}^i + \frac{V_{\max}^i - V_{\min}^i}{2} = \frac{V_{\max}^i + V_{\min}^i}{2} \quad (16)$$

Donc

$$V^i = p(y_i - y_{i-1}) \left( \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \right) \quad (17)$$

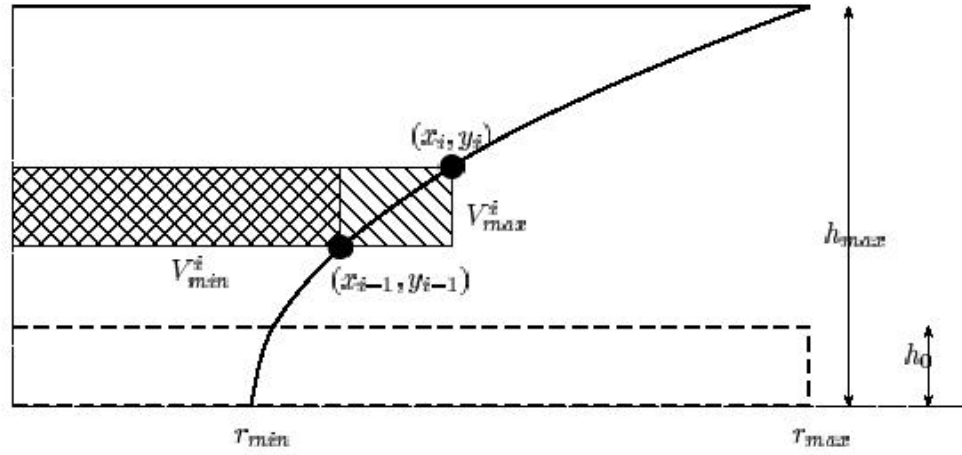


Figure A.IV.6 Déformée de l'éprouvette

Le volume total s'obtient alors en sommant selon l'échantillonnage (selon  $i$ ) :

$$V_{reel} = \sum_i V^i = \sum_i p(y_i - y_{i-1}) \frac{x_i^2 + x_{i-1}^2}{2} \quad (18)$$

On retrouve bien l'équation (13).

Supposons que l'échantillonnage soit assez fin pour qu'on puisse considérer que  $x_i = x_{i-1}$ . Alors, la formule devient :

$$V_{reel} = \sum_i p x_i^2 (y_i - y_{i-1}) \quad (19)$$

En travaillant à l'échelle du pixel ( $y_i - y_{i-1} = 1 \text{ pixel}$ ), on peut calculer le volume réel comme suit : pour une couche  $i$ , on compte le nombre de pixels correspondant au rayon  $n_i$ , puis le nombre de couches  $N$  va déterminer la hauteur. En considérant la taille du pixel  $p$ , le volume est donc :

$$V_{reel} = p N p \sum_i (n_i p)^2 = p N p^3 \sum_i n_i^2 \quad (20)$$

les équations (1-3) permettent de calculer le jacobien de la transformation  $J = V_{reel} / V_0$ .

$$J = \frac{V_{app} - V_{tore}}{V_0} = \frac{p r_{max}^2 h_{max} - V_{tore}}{p r_{max}^2 h_0} \quad (21)$$

ou encore,

$$J = \frac{h_{max}}{h_0} - \frac{V_{tore}}{p r_{max}^2 h_0} \quad (22)$$

## 2. Cas continu

a. Contraction sous forme parabolique

On repart de l'équation (18). Le passage à l'équation (19) est immédiat. On suppose donc que  $x = r_{\min} + ay^2$  et que  $y_i - y_{i-1} = dy$ . On peut donc transformer cette équation (19) en :

$$V_{reel} = \int_0^{h_{\max}} p(r_{\min} + ay^2) dy \quad (23)$$

$$V_{reel} = pr_{\min}^2 h_{\max} + 2p \frac{r_{\min} ah_{\max}^3}{3} + p \frac{a^2 h_{\max}^5}{5} \quad (24)$$

Il suffirait alors de connaître  $a$ .

b. Contraction sous forme quelconque

Dans l'équation (23), on peut changer l'expression de  $x$  en fonction de  $y$  par une fonction quelconque :  $x = f(y)$ . On aura alors :

$$V_{reel} = \int_0^{h_{\max}} p f^2(y) dy \quad (25)$$

Si  $f$  est intégrable, ce qui est facilement vérifiable en choisissant par exemple un lissage polynômial, on peut obtenir de manière formelle l'expression de  $V_{reel}$ .



### Annexe V.1 Observations des iso-valeurs de déformations plastiques en flexion

Il est possible de comparer les iso-valeurs de déformations plastiques principales pour trois géométries de flexion, en 2D-DP, en 2D-3D et en 3D afin de comparer le confinement de la plasticité. Dans le chapitre V, les comparaisons sont faites en surface. Ici, la comparaison est faite en cœur d'éprouvettes pour les géométries 2D3D et 3D. La figure A.V.1 présente ces résultats.

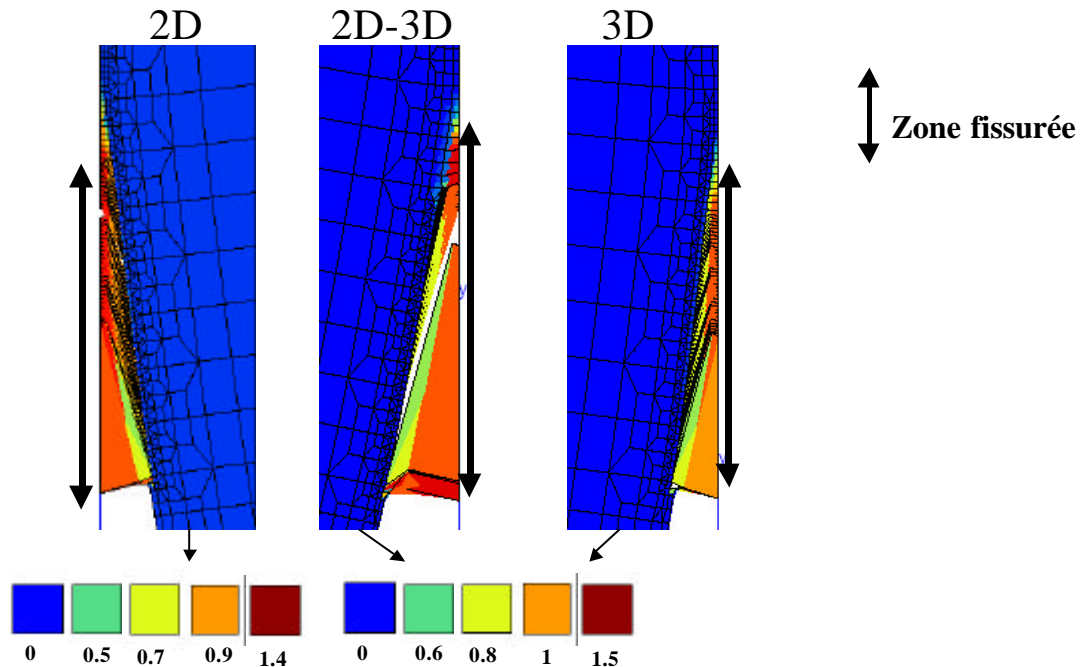


Figure A.V.1 Iso-valeurs de déformation plastique principale en 2D, 2D3D, et 3D après propagation

Sur cette figure, la double-flèche désigne la longueur de la zone qui a fissuré. On constate qu'en cœur d'éprouvette la déformation plastique se localise uniquement sur un élément de hauteur. Le confinement dans les trois cas est identique puisque en 2D3D comme en 3D, en cœur on se trouve en déformation plane, c'est à dire comme le calcul 2D-DP. La différence entre les trois géométries se fera dans l'épaisseur.

### Annexe V.2 Observations des faciès de propagation de DENT

Afin de comparer les résultats EF aux résultats expérimentaux, on présente ici les faciès de rupture des éprouvettes DENT pour deux rapports  $a/B$ ,  $a/B = 0.1$  et  $a/B = 0.5$  (cf. Figure A.V.2). La zone blanche correspond à la zone où la fissure a propagé de manière ductile. Le blanchiment est caractéristique de l'importante cavitation et de l'étirement de la matière

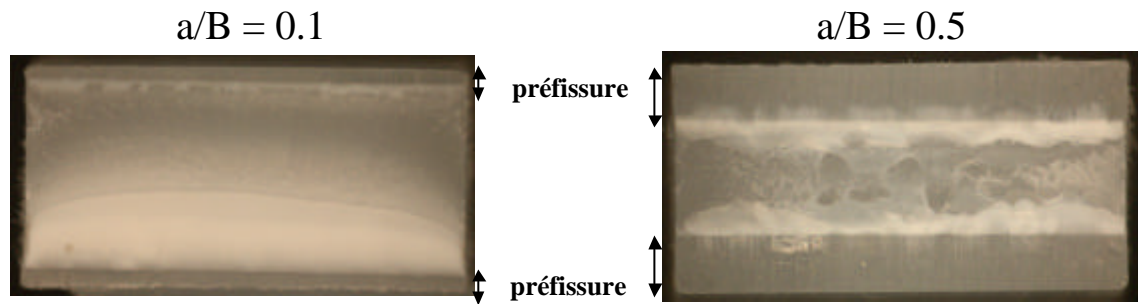


Figure A.V.2 Faciès de rupture d'éprouvettes DENT,  $a/B = 0.1$  et  $a/B = 0.5$ , à  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $0.15\text{ mm/s}$

Sur le faciès correspondant à  $a/B = 0.1$ , la fissure a propagé essentiellement que d'un côté. On peut distinguer deux zones dans la partie ductile, séparées par des bandes discontinues. Pour le faciès correspondant à  $a/B = 0.5$ , la fissure a propagé des deux côtés. Cependant, le front de propagation n'est pas droit sur toute la largeur, ce qui rend difficile l'estimation d'une distance de propagation moyenne.

## MODELISATION COUPLEE COMPORTEMENT ENDOMMAGEMENT ET CRITERES DE RUPTURE DANS LE DOMAINE DE LA TRANSITION DU PVDF

Le transport off-shore du pétrole nécessite l'utilisation de canalisations appelées pipelines. Ces conduites flexibles sont constituées d'une carcasse métallique interne qui assure la tenue mécanique et d'une gaine de pression en PVDF qui garantit l'étanchéité. L'étude est menée afin d'analyser les conditions pouvant conduire à des risques de rupture fragile dans le polymère. Le grade de PVDF choisi est différent du matériau industriel car il ne possède pas de plastifiant. Ce choix a conduit à une extrusion plus difficile et à la formation d'un taux de porosité anormalement élevé (environ 10%). L'étude mécanique du PVDF a été réalisée sur différentes géométries d'éprouvettes afin de montrer l'influence de la sévérité d'un défaut sur le mode d'endommagement et de rupture. Au cours de la déformation, le matériau est caractérisé par un blanchiment marqué, lié à un endommagement par cavitation et à l'étirement de la matière. La rupture ductile du PVDF est favorisée par les températures élevées, les faibles vitesses, les taux de triaxialité faibles et les chargements en flexion. La rupture fragile est en général obtenue pour les températures basses ( $T < T_g = -42^\circ\text{C}$ ), les vitesses élevées, les forts taux de triaxialité et les chargements en traction.

Le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman habituellement employé sur les matériaux métalliques a été utilisé ici pour modéliser le couplage comportement-endommagement du PVDF aux différentes températures. L'endommagement dans ce modèle est décrit comme étant dû à la croissance de cavités, représentée par deux paramètres  $q_1$  et  $q_2$ . Le modèle a permis de rendre compte de tous les résultats mécaniques et de déterminer deux critères d'amorçage ductiles liés au mode de rupture par crazing : un critère en élongation critique des fibrilles aux faibles taux de triaxialité et un critère en coalescence de cavités aux taux de triaxialité élevés. La contrainte principale maximale a été déterminée comme étant le critère de transition ductile fragile expliquant les modes de rupture différent en traction et en flexion.

Pipeline structures are used for the transport of crude oil in offshore fields. Flexible pipelines are made of an inner metallic layer, which accommodates flexural and tensile strains and of a PVDF layer, which guarantees watertightness. The aim of the study is to determine which conditions can lead to a risk of brittle fracture of the polymer material. The PVDF of interest was extruded without plasticizer and therefore it differs considerably from the standard industrial grade. The lack of plasticizer leads to a difficult extrusion, which creates significant porosity (10%). Several specimens with various geometries were tested in order to analyse the detrimental effect of a defect regarding damage evolution and fracture mechanisms. During the deformation process, the material is characterized by whitening due to void growth and material elongation. Ductile fracture of PVDF is promoted by high temperatures, low strain rates, low stress triaxiality ratios and flexural loading, whereas brittle fracture is favoured by low temperatures ( $T < T_g = -42^\circ\text{C}$ ), high strain rates, high stress triaxiality ratios and tensile loading.

The Gurson-Tvergaard-Needleman model, usually used for metallic materials, was employed to model behaviour and damage of PVDF material at various temperatures. Damage is essentially due to void growth and is described by using  $q_1$  and  $q_2$  parameters. The constitutive model has been successfully applied to account for all aspects of the mechanical behaviour of the material. Crazing is the failure mode and final fracture is assumed to occur when either, the maximum principal plastic strain at low stress triaxiality or the porosity at high stress triaxiality reaches respectively a critical value. Furthermore, the ductile to brittle transition criterion is found to be the maximum principal stress. This latter allows to explain both fracture mechanisms modes in flexural and tensile loading.