



HAL
open science

Comportement thermo-mécanique et rupture de polypropylènes. Etude expérimentale et modélisation.

Nadia Temimi-Maaref

► **To cite this version:**

Nadia Temimi-Maaref. Comportement thermo-mécanique et rupture de polypropylènes. Etude expérimentale et modélisation.. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français. NNT: . tel-00188389

HAL Id: tel-00188389

<https://pastel.hal.science/tel-00188389>

Submitted on 16 Nov 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.

AVANT-PROPOS

Le travail consigné dans ce mémoire a été réalisé au sein du Centre de Mise en Forme des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, à Sophia Antipolis en partenariat avec les sociétés Faurecia, Renault et Visteon dans le cadre d'une thèse CIFRE. Je tiens tout d'abord à exprimer ma gratitude à la direction du laboratoire, ainsi qu'à celle de ces partenaires industriels, pour la confiance qu'ils m'ont accordée.

Mes remerciements vont ensuite tout naturellement à Noëlle Billon qui a dirigé ce travail avec beaucoup de rigueur et d'implication. Je tiens à lui témoigner ma profonde reconnaissance pour m'avoir communiqué son enthousiasme pour la recherche et pour m'avoir initié à un sujet passionnant par ses conseils judicieux et des discussions stimulantes au possible.

Alain Bürr a par ailleurs largement contribué à l'aboutissement de ce travail et je tiens à lui dire toute ma gratitude.

Je voudrais également inclure dans ces remerciements Eric Michau (Faurecia), Jean-christophe Le Flohic (Faurecia), Gregory Spingler (Visteon) et Simon Xu (Renault) pour avoir suivi ce travail jusqu'à son aboutissement. J'ai apprécié la très grande convivialité qu'ils ont mise dans nos rapports.

Je souhaite également remercier Jean-François Agassant pour l'intérêt constant qu'il a porté à ma thèse et qui a donné lieu à de nombreux échanges.

Je remercie messieurs Jean-Marc Lefebvre et Christophe Fond pour avoir assuré la charge de rapporteurs. Je remercie aussi Jean-Luc Lataillade, André Chrysochoos et Alain Bürr d'avoir accepté de participer au Jury de thèse. J'ai pu apprécier l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail par leur participation très active au moment de la soutenance.

Je souhaite remercier ici l'ensemble des personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ces travaux : Gilbert Fiorucci pour tout le temps qu'il m'a consacré et pour avoir partagé tant de galères, Suzanne pour ton aide et ta bonne humeur, merci également à Patrick, Simon, Christophe, Michel-Yves, Gaby, Emmanuel, Valery, Carole, Alain, Roland, Gabriel, Marc, Eric et Francis.

Pour avoir partagé un bureau, un café, un repas, de bons et mauvais moments, je remercie Simon, Sam, Manu, Rodolophe, les deux Cyrils, Ramzy, Luisa, Olga, Yasmine, Alice, Elise, Julien, Sorin et les autres.

Pour tous les moments passés ensemble, pour leur amitié et leur soutien, je remercie les grâces : Alexandra, Aliza et Christelle.

Je remercie infiniment mes parents et toute ma tribu qui ont toujours été là pour moi et qui m'ont soutenu tout au long de ces années.

Un dernier clin d'œil pour ma petite fille et mon mari pour m'avoir encouragé dans tous les chemins que j'ai choisis et pour m'avoir supporté pendant cette période si particulière.

INTRODUCTION GENERALE –
OBJECTIFS DE L'ETUDE

Le potentiel des polymères est exploité dans le secteur automobile depuis de longues années, en particulier dans les pièces de l'habitacle (planches de bord, panneaux de porte, etc.). Ces éléments doivent respecter un cahier de charges strict dans lequel apparaissent des exigences sécuritaires concernant les chocs lors d'accidents.

Le concepteur s'appuie désormais largement sur la simulation numérique du fait du coût important des essais sur prototypes. Si la simulation à l'échelle du véhicule peut s'avérer satisfaisante, les prédictions sont souvent localement beaucoup trop grossières pour repérer l'endommagement et la rupture, alors même que la sécurité des passagers demande un contrôle de l'instant, de la zone et même du mode de rupture. En effet, s'agissant de polymères de structure, souvent semi cristallins et multiphasiques, les études existantes ne fournissent pas à l'heure actuelle des modèles physiques et mécaniques nécessaires à une prédiction aussi fine. De fait, ces approches sont quelquefois développées autour de modèles faisant des hypothèses non pertinentes (incompressibilité de la plasticité par exemple) et reposent souvent sur une caractérisation mécanique classique donnant accès à un nombre limité de grandeurs mesurables. Cette méthodologie, justifiée pour d'autres types de matériaux, peut s'avérer non adaptée aux polymères.

Notre étude se place dans ce contexte et est menée en partenariat avec trois acteurs majeurs de l'industrie automobile que sont Faurecia Systèmes d'Intérieur, Renault et Visteon Interior Systems. Son objectif est l'établissement de lois de comportement et de critères de rupture pertinents implémentables dans une simulation numérique du comportement de structure de polypropylènes couramment utilisés dans l'industrie automobile. Nous nous concentrons sur deux polypropylènes copolymères, dont un chargé, utilisés pour la réalisation d'éléments de l'intérieur automobile. Ces matériaux sont réputés équivalents d'un point de vue technologique mais sont très différents en terme de formulation. Un objectif secondaire de notre travail sera donc d'apprécier dans quelle mesure cette « équivalence technologique » reflète ou non une équivalence de comportement intrinsèque.

Dans ce travail nous avons pris le parti de conduire en premier lieu une caractérisation mécanique expérimentale aussi exhaustive et fine que possible. Ce faisant, nous pouvons discriminer les hypothèses de dépouillement acceptables des autres et dégager les phénomènes physiques majeurs à prendre en compte pour une modélisation pertinente. Sur ces bases saines, nous pouvons proposer une première approche d'une loi de comportement et d'un critère de rupture spécifiques à nos matériaux.

Les premiers chapitres de ce manuscrit sont donc consacrés à la caractérisation expérimentale du comportement mécanique des polymères de l'étude compte tenu de l'application visée.

Le **chapitre I** décrit ces deux aspects et permet de préciser notre gamme expérimentale. Des essais technologiques, proches de l'application industrielle, et une analyse bibliographique conduisent alors à un choix motivé des moyens de caractérisation et de la gamme de vitesses et de modes de chargement à reproduire.

Au **chapitre II**, l'analyse des propriétés viscoélastiques en petites déformations de nos polypropylènes est menée. Ces essais fournissent une première estimation de la sensibilité de leur comportement à la température et à la vitesse de sollicitation. Nous profitons de la simplicité de ces mesures pour estimer l'effet le mise en œuvre, i.e. anisotropie et hétérogénéité des grandeurs mécaniques, et préciser notre protocole de prélèvement d'éprouvettes de laboratoire.

Le **chapitre III** est consacré à la description du comportement de nos matériaux en grandes déformations. L'analyse de la réponse des matériaux soumis à un chargement en traction s'appuie sur une méthodologie expérimentale qui s'éloigne des schémas habituels par l'emploi simultané de techniques photomécaniques de mesures de champs de déformation $3D$ et de température. Cette instrumentation riche, associée à la simplicité du mode de sollicitation de traction uniaxiale monotone, autorise le dépouillement des résultats sans utilisation, a priori, d'hypothèses simplificatrices. Nous mettrons donc en évidence les propriétés intrinsèques de nos

polymères, essentielles à une bonne compréhension de leur comportement et une bonne modélisation de celui-ci. Parmi les caractéristiques clefs figure le développement d'un processus d'endommagement par cavitation mis en évidence par la mesure de variation de volume et des observations microscopiques. Nous accorderons un soin particulier à la définition et à l'identification d'un paramètre d'endommagement représentatif de l'évolution de ce phénomène au cours de la sollicitation. Au vu de l'application visée, il est impératif de compléter la caractérisation en traction par d'autres types de chargement. Nous décrirons le comportement de nos polymères soumis à un chargement en compression et en cisaillement (suivant deux méthodes, toutes deux équipées de moyens de mesures de champ). Au terme de ce chapitre nous disposons d'un modèle phénoménologique d'endommagement et des données expérimentales permettant la construction des surface de charges et lois d'écoulement associées.

L'étude expérimentale est complétée au **chapitre IV** par une analyse du comportement à la rupture des polypropylènes de l'étude. Un critère de dangerosité basé sur l'approche statistique de Weibull est proposé.

Le **chapitre V** de ce manuscrit est consacré à la modélisation mécanique et numérique du comportement mécanique de nos matériaux. Une loi de comportement, prenant en compte une partie de nos observations, est proposée. Elle est développée selon un formalisme thermodynamique endommageable viscoplastique écrouissable, jusqu'ici peu employé dans le domaine des polymères. Cette approche est menée jusqu'au stade de la validation numérique via une implémentation dans ABAQUS. Nous jugerons de son apport à l'aide de simulations numériques des essais expérimentaux menées après avoir décrit le protocole d'identification de ses paramètres. La reproduction satisfaisante des grandeurs intrinsèques et globales atteste de la pertinence de ce choix.

Une lecture critique des résultats précédents souligne également les limitations du cadre théorique employé. Nous en déduisons donc des perspectives clefs pour la poursuite de cette étude dans notre conclusion.

TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION GENERALE - OBJECTIFS DE L'ETUDE</u>	1
--	----------

CHAPITRE I MATERIAUX DE L'ETUDE – APPLICATION INDUSTRIELLE

I.1. LES FORMULATIONS DE L'ETUDE.....	3
<i>I.1.A. STRUCTURE MOLECULAIRE DU POLYPROPYLENE</i>	3
<i>I.1.B. STRUCTURES CRISTALLINES DU POLYPROPYLENE</i>	3
<i>I.1.C. MORPHOLOGIE SEMI CRISTALLINE DU POLYPROPYLENE - STRUCTURE DES PIECES INJECTEES.....</i>	6
<i>I.1.D. LES POLYPROPYLENES INDUSTRIELS.....</i>	7
<i>I.1.E. LES MATERIAUX DE L'ETUDE.....</i>	9
<i>I.1.F. MISE EN FORME PAR INJECTION DES EPROUVETTES.....</i>	9
I.2. CARACTERISATION INITIALE.....	11
I.3. ELEMENTS DE CARACTERISATION EN GRANDES DEFORMATIONS	13
<i>I.3.A. ELEMENTS SUR LES MECANISMES DE DEFORMATION DES POLYMERES</i>	13
<i>I.3.A.1. DEFORMATION DES POLYMERES SEMI CRISTALLINS</i>	15
<i>I.3.A.2. LES POLYMERES RENFORCES</i>	15
<i>I.3.A.3. CONCLUSION.....</i>	15
<i>I.3.B. IMPACT MULTIAXIAL SUR PIECE-TYPE</i>	16
<i>I.3.B.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....</i>	16
<i>I.3.B.2. REPONSE DES POLYPROPYLENES.....</i>	17
<i>I.3.C. IMPACT MULTIAXIAL SUR PLAQUES.....</i>	22
<i>I.3.C.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....</i>	22
<i>I.3.C.2. REPONSE DES POLYPROPYLENES.....</i>	23
I.4. CONCLUSION - CAMPAGNES D'ESSAIS.....	25

CHAPITRE II COMPORTEMENT VISCOELASTIQUE EN PETITES DEFORMATIONS

II.1. INTRODUCTION.....	30
II.2. ELEMENTS SUR LES RELAXATIONS DU POLYPROPYLENE.....	30
II.3. PROTOCOLE EXPERIMENTAL	31

II.3.A. <i>TECHNIQUE UTILISEE</i>	31
II.3.B. <i>CHOIX D'UNE ZONE DE PRELEVEMENT</i>	32
II.4. <i>REPONSE DES POLYPROPYLENES</i>	35
II.4.A. <i>SENSIBILITE A LA TEMPERATURE</i>	35
II.4.B. <i>SENSIBILITE A LA FREQUENCE</i>	35
II.5. <i>CONCLUSION</i>	38

CHAPITRE III COMPORTEMENT THERMO - MECANIQUE EN GRANDES DEFORMATIONS

III.1. <i>TRACTION UNIAXIALE MONOTONE SUR EPROUVETTES LISSES</i>	40
III.1.A. <i>PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET DEPOUILLEMENT DES ESSAIS DE TRACTION</i>	40
III.1.B. <i>HOMOGENEITE DE LA DEFORMATION</i>	44
III.1.C. <i>INCOMPRESSIBILITE</i>	46
III.1.D. <i>DISSIPATION INTRINSEQUE</i>	49
III.1.E. <i>THERMODEPENDANCE ET EFFET DE L'ECHAUFFEMENT</i>	51
III.1.F. <i>SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION</i>	53
III.1.G. <i>ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT</i>	55
III.1.H. <i>CONCLUSION</i>	57
III.2. <i>TRACTION UNIAXIALE MONOTONE SUR EPROUVETTES ENTAILLEES</i>	58
III.2.A. <i>PROTOCOLE EXPERIMENTAL</i>	58
III.2.B. <i>DEFORMATION LE LONG DU LIGAMENT</i>	58
III.2.C. <i>HETEROGENEITE DE L'ENDOMMAGEMENT EN EPAISSEUR</i>	59
III.2.D. <i>INFLUENCE DE L'ETAT DE TRIAXIALITE DES CONTRAINTES</i>	60
III.2.E. <i>DISSIPATION INTRINSEQUE</i>	61
III.2.F. <i>SCENARIO DE L'ENDOMMAGEMENT</i>	63
III.2.G. <i>CONCLUSION</i>	66
III.3. <i>MESURE DE L'ENDOMMAGEMENT</i>	67
III.3.A. <i>DEFINITION DE LA VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT</i>	67
III.3.B. <i>PROTOCOLE EXPERIMENTAL</i>	68

III.3.C. EVOLUTION DU PARAMETRE D'ENDOMMAGEMENT	69
III.3.D. MODELISATION DE L'ENDOMMAGEMENT	72
III.3.E. CONCLUSION	73
III.4. CHARGEMENT EN CISAILLEMENT	75
III.4.A. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX	75
III.4.A.1. DISPOSITIF DE DOUBLE CISAILLEMENT.....	75
III.4.A.2. DISPOSITIF DE GLISSEMENT SIMPLE OU IOSIPESCU.....	76
III.4.B. RESULTATS ET DISCUSSION	77
III.4.B.1. PHENOMENE DE CAVITATION.....	77
III.4.B.2. HOMOGENEITE DE LA DEFORMATION.....	78
III.4.B.3. COMPORTEMENT INTRINSEQUE.....	82
III.4.B.4. ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT.....	84
III.4.C. CONCLUSION	84
III.5. CHARGEMENT EN COMPRESSION	86
III.5.A. PROTOCOLE EXPERIMENTAL	86
III.5.B. COMPORTEMENT INTRINSEQUE	87
III.5.C. CONCLUSION	89
III.6. CONTRAINTE AU SEUIL DE PLASTICITE	90
III.6.A. INFLUENCE DE LA NATURE DU CHARGEMENT - SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION	90
III.6.B. ENVELOPPE DE PLASTICITE	91
III.6.C. CONCLUSION	92
III.7. SYNTHESE	93
 CHAPITRE IV <u>RUPTURE DES POLYPROPYLENES</u>	
IV.1. LES CRITERES DE RUPTURE : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	98
IV.1.A. MECANIQUE ELASTIQUE ET ELASTO-PLASTIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE	98
IV.1.A.1. DISCUSSION.....	100
IV.1.B. CRITERES PHENOMENOLOGIQUES APPLIQUES AUX MATERIAUX FRAGILES	100
IV.1.B.1. DISCUSSION.....	102
IV.1.C. CRITERES PHENOMENOLOGIQUES APPLIQUES AUX MATERIAUX DUCTILES	102
IV.1.C.1. CRITERES BASES SUR UNE ANALYSE DU CHAMP DE CONTRAINTES	102

IV.1.C.2. CRITERES BASES SUR LE CALCUL D'UN TEMPS DE RUPTURE	103
IV.1.C.3. DISCUSSION.....	104
IV.1.D. CRITERES BASES SUR UNE IDENTIFICATION DE L'ENDOMMAGEMENT	105
IV.1.D.1. CRITERES BASES SUR UN VOLUME OU UNE TAILLE CRITIQUE DE CAVITES.....	105
IV.1.D.2. CRITERES D'AMORÇAGE DE CRAQUELURES.....	107
IV.1.D.3. CRITERES BASES SUR L'INTRODUCTION D'UNE VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT	108
IV.1.D.4. DISCUSSION.....	109
IV.1.E. STATISTIQUE DE WEIBULL	109
IV.1.F. CONCLUSION.....	110
IV.2. ELEMENTS SUR LA RUPTURE DE NOS POLYPROPYLENES	111
IV.2.A. FRACTOGRAPHIE.....	111
IV.2.B. SITES D'AMORÇAGE DE LA RUPTURE.....	112
IV.2.C. EVOLUTION DES GRANDEURS MECANIQUES	113
IV.2.D. STATISTIQUE DE LA RUPTURE.....	115
IV.3. CONCLUSION.....	119
 CHAPITRE V MODELISATION ET SIMULATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE	
V.1. CADRE THERMODYNAMIQUE GENERAL.....	124
V.1.A. ENONCES FONDAMENTAUX DE LA THERMODYNAMIQUE.....	124
V.1.B. POTENTIEL THERMODYNAMIQUE – LOIS D'ETAT	125
V.1.C. POTENTIEL DE DISSIPATION.....	127
V.2. COMPORTEMENT ELASTIQUE ENDOMMAGEABLE	128
V.2.A. POTENTIEL D'ENERGIE LIBRE	128
V.2.B. LOI DE COMPORTEMENT.....	129
V.3. COMPORTEMENT VISCOPLASTIQUE ENDOMMAGEABLE	129
V.3.A. POTENTIEL D'ENERGIE LIBRE	129
V.3.B. POTENTIEL DE DISSIPATION	130
V.3.C. SURFACE DE CHARGE D'UN MATERIAU INCOMPRESSIBLE.....	132
V.3.D. SURFACES DE CHARGE IMPLIQUANT LA PRESSION HYDROSTATIQUE.....	132
V.3.D.1. CRITERES LINEAIRES EN PRESSION.....	132

<i>V.3.D.2. CRITERES NON-LINEAIRES EN PRESSION</i>	<i>133</i>
<i>V.3.E. SURFACE DE CHARGE CHOISIE</i>	<i>136</i>
V.4. LOI DE COMPORTEMENT.....	136
V.5. VALIDATION NUMERIQUE	137
<i>V.5.A. IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LA LOI DE COMPORTEMENT</i>	<i>137</i>
<i>V.5.B. VALIDATION LORS DE SOLLICITATIONS SIMPLES</i>	<i>140</i>
<i>V.5.B.1. TRACTION UNIFORME SUR EPROUVETTES LISSES</i>	<i>140</i>
<i>V.5.B.2. TRACTION CYCLIQUE</i>	<i>145</i>
<i>V.5.B.3. COMPRESSION.....</i>	<i>148</i>
<i>V.5.B.4. CISAILLEMENT IOSIPESCU.....</i>	<i>149</i>
<i>V.5.C. DISCUSSION DE L'APPORT DE NOTRE FORMALISME.....</i>	<i>153</i>
<i>V.5.C.1. APPORT D'UN CRITERE PIEZO-DEPENDANT.....</i>	<i>153</i>
<i>V.5.C.2. APPORT D'UNE VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT.....</i>	<i>154</i>
<i>V.5.D. APPLICATION AUX SOLLICITATIONS COMPLEXES</i>	<i>156</i>
<i>V.5.E. CONCLUSION</i>	<i>160</i>
V.6. EXTRAPOLATION AUX ESSAIS D'ARCAN	162
<i>V.6.A. PRESENTATION DES ESSAIS.....</i>	<i>162</i>
<i>V.6.B. VALIDATION A PARTIR DES GRANDEURS GLOBALES</i>	<i>163</i>
<i>V.6.C. RUPTURE.....</i>	<i>164</i>
<i>V.6.D. CONCLUSION.....</i>	<i>167</i>
V.7. SYNTHESE.....	168
<u>CONCLUSIONS & PERSPECTIVES</u>	170
<u>ANNEXE I INFLUENCE DE LA GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE CISAILLEMENT IOSIPESCU</u>	173

Chapitre I

Matériaux de l'étude - Application industrielle

L'objet de ce premier chapitre est de présenter les matériaux de l'étude et de justifier le protocole expérimental adopté pour la caractérisation mécanique.

Nous présenterons d'abord un certain nombre d'informations bibliographiques qui permettront d'entrevoir l'importance des effets combinés de la formulation et de la mise en œuvre des polypropylènes. Nous compléterons cette revue par une étude de laboratoire (analyse enthalpique différentielles et diffraction des Rayons X) de nos matériaux.

Avant de réaliser une campagne de caractérisation mécanique complète des deux matériaux, il convient de bien définir les protocoles et gammes de mesures. Pour prendre en compte les exigences de l'application industrielle, deux paragraphes de ce chapitre seront dédiés à l'étude du comportement en conditions de choc multiaxial d'une pièce jugée représentative (de part sa géométrie) de la planche de bord et de plaques planes. Ces essais, menés en grandes déformations, fournissent un ordre de grandeur de vitesses de déformation à considérer et donnent des indications sur les modes de chargement à reproduire. Ces données nous permettront de définir une gamme de mesures pertinentes pour nos essais de laboratoire.

L'ensemble de ces points nous conduira à un choix motivé des moyens expérimentaux.

I.1. LES FORMULATIONS DE L'ETUDE

Depuis sa commercialisation au milieu du vingtième siècle, une grande variété d'homopolymères, de copolymères et de mélanges à base de polypropylène a été produite pour correspondre à différentes applications. A l'instar de tout polymère, les propriétés d'emploi d'un polypropylène dépendent fortement de la nature chimique de sa formulation et des conditions de sa mise en forme.

I.1.A. STRUCTURE MOLECULAIRE DU POLYPROPYLENE

Le polypropylène (PP) est une polyoléfine linéaire obtenue par catalyse stéréospécifique du propène. Ce type de catalyse autorise la synthèse de polypropylène isotactique (plus récemment syndiotactique) qui, seul, présente les propriétés requises à un usage structural.

Lors de la synthèse, l'encombrement stérique du groupe méthyle favorise l'enchaînement tête-queue, ce qui donne une grande régularité chimique à la chaîne de polypropylène. Ainsi le polypropylène isotactique peut adopter quatre conformations hélicoïdales stables d'égale énergie (Fig. I-1) dites de type 3_1 ou encore $2 \times 3/1$ (trois motifs monomères de deux atomes de carbone par pas d'hélice). La position des groupes méthyle par rapport à l'axe de la macromolécule permet de distinguer des hélices isoclines ou anticlines suivant le sens "montant" ou "descendant" des hélices.

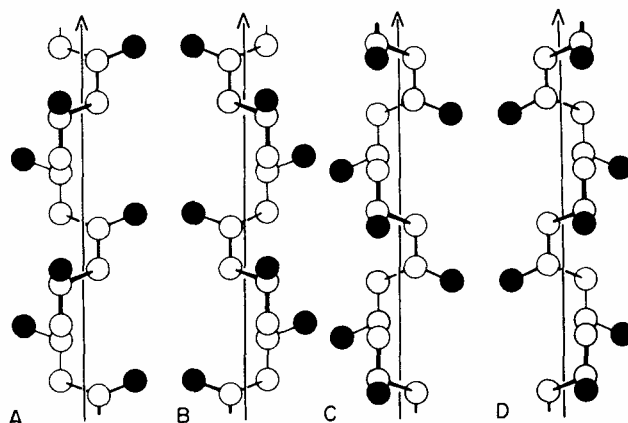


Fig. I-1 Les conformations régulières de la macromolécule de polypropylène isotactique [1].
A : Hélice droite isocline. B : Hélice gauche isocline. C : Hélice gauche anticline. D : Hélice droite anticline.

I.1.B. STRUCTURES CRISTALLINES DU POLYPROPYLENE

La régularité de la chaîne du polypropylène permet à ce matériau d'être semi cristallin à l'état solide. Il présente toutefois un polymorphisme cristallin. Aujourd'hui, quatre structures cristallines sont identifiées [2] : α monoclinique, β hexagonale, γ triclinique et smectique. Une cinquième phase cristalline δ existe dans le polypropylène à grande proportion de phase amorphe et serait liée à la phase non isotactique du PP [3]. Ces formes étudiées par diffraction des rayons X présentent des diffractogrammes très différents et peuvent être discernées (Fig. I-2).

Le polymorphisme du polypropylène isotactique est étroitement lié aux conditions de température et de pression au cours de la cristallisation mais est également affecté par les défauts introduits le long de la chaîne. Les formes α , et dans une moindre mesure β , sont largement prédominantes dans les polymères industriels. Varga [4] a montré que l'apparition de la structure β est inhibée par des conditions de cristallisation isotherme et de vitesse de refroidissement importante. Par contre, des vitesses de refroidissement très lentes et la présence de contraintes internes [5] favorisent la formation de structures β .

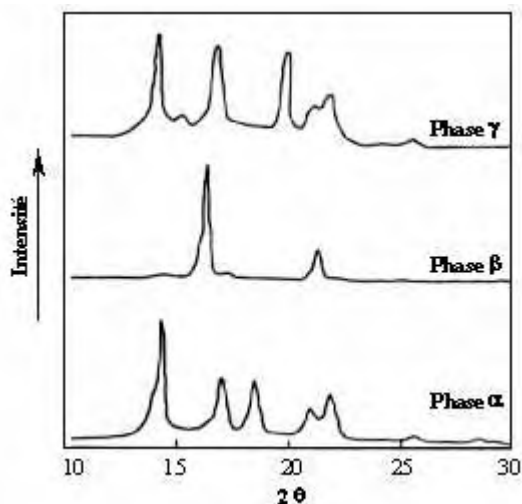


Fig. I-2 Diagrammes de diffraction des rayons X aux grands angles des différentes formes cristallines du polypropylène isotactique [3].

La structure α monoclinique est la plus courante (Fig. I-3). Les paramètres de maille sont donnés d'après Turner-Jones et al. dans Cheng et al.[3]:

$$a = 6,66 \text{ \AA} ; b = 20,78 \text{ \AA} ; c = 6,495 \text{ \AA} ; \beta = 99,62^\circ \text{ et } \alpha = \gamma = 90^\circ$$

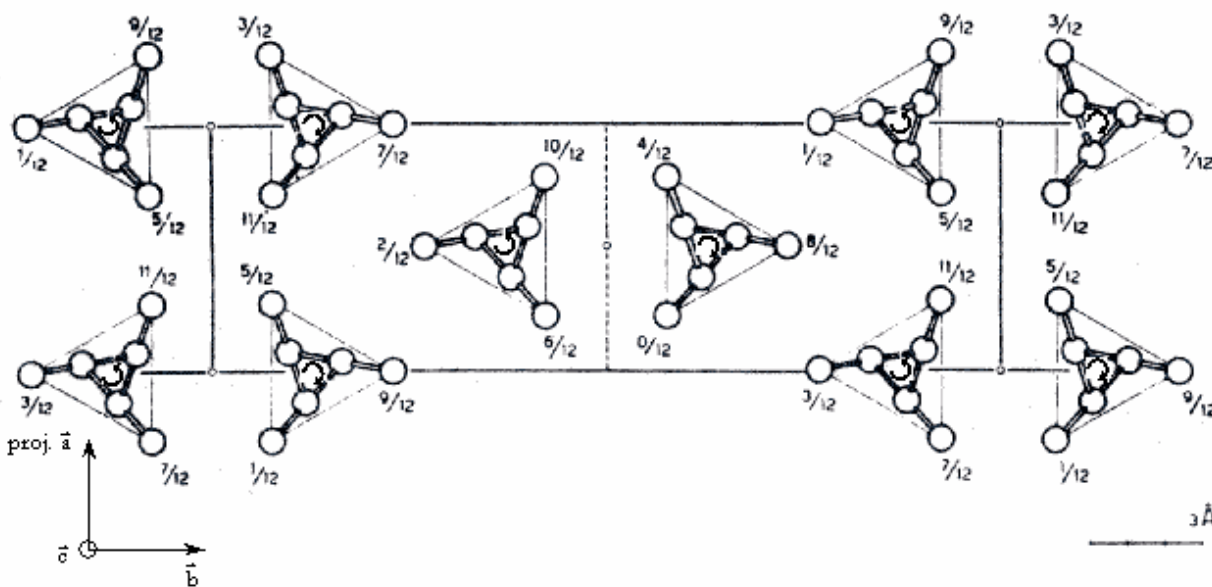


Fig. I-3 Projection de la structure α monoclinique du polypropylène sur le plan $\{0 0 1\}$ [3].

La masse volumique du cristal α est de $0,946 \text{ g/cm}^3$. Chaque chaîne est en contact avec trois hélices énantiomorphes et deux hélices isomorphes (Fig. I-3). L'ordre cristallographique peut être altéré par l'introduction d'hélices isoclines et anticlines réparties aléatoirement. Par diffraction des rayons X et par calorimétrie différentielle, plusieurs auteurs [3] ont montré que la phase α pouvait être recristallisée en une forme α_1 moins ordonnée, constituée d'hélices isoclines et anticlines distribuées aléatoirement, et une forme α_2 plus ordonnée où les hélices isoclines et anticlines sont disposées de façon régulière. La différence d'énergie de cohésion du cristal entre ces deux formes α_1 et α_2 est de quelques dixièmes de $k[\text{joules}/\text{mole}]$.

Dans les conditions standard de cristallisation, la phase β est moins stable que la phase α . Des auteurs [6] rapportent la préparation de polypropylène isotactique très riche en phase β par des techniques de trempe, solidification par zonage, cristallisation dans un gradient de température ou par l'utilisation d'agents de germination spécifiques. Dans les pièces injectées, la phase β peut apparaître dans les zones de cisaillement.

Sa structure est un sujet de controverse. Les premiers travaux étaient basés sur des analyses par diffraction des rayons X aux grands angles. Deux pics de diffraction principaux apparaissent alors, correspondant à des familles de plans réticulaires de distance égale à $5,53 \text{ \AA}$ et $4,17 \text{ \AA}$ (Fig. I-2). Keith et al. [7] ont attribué ces deux réflexions aux plans $\{2\ 0\ 0\}$ et $\{2\ 0\ 1\}$ d'une maille hexagonale dont les paramètres sont :

$a = 12,74 \text{ \AA}$; $c = 6,35 \text{ \AA}$; $\gamma = 120^\circ$ et $\alpha = \beta = 90^\circ$. D'autres travaux [3] attribuent ces pics à des familles de plans correspondant à des paramètres de maille légèrement différents. L'agencement des chaînes dans la phase β se ferait par groupe de chaînes parallèles et isomorphes. Ceci a été confirmé par Gomez et al. [8] par des mesures de RMN du ^{13}C .

Depuis quelques années, un jeu de paramètres de la maille de la phase β semble être admis ($a = 11 \text{ \AA}$; $c = 6,5 \text{ \AA}$; $\gamma = 120^\circ$ et $\alpha = \beta = 90^\circ$). La maille aurait également des plans de symétrie formés par des hélices isochirales. La divergence d'opinions qui subsiste concerne les modèles de désordre liés à la rotation des chaînes et aux jonctions [9,10,11].

Ces approches, en admettant un grand degré de désordre dans la phase cristalline, justifient certains faits expérimentaux :

- La vitesse de croissance élevée incompatible avec l'existence de cristaux contenant uniquement des hélices isomorphes ;
- La possibilité de transformer la phase β en phase α par un processus de fusion - recristallisation [6] implique que la structure des deux phases soit très différente ;
- La différence de température de fusion entre les deux polymorphes ($T_f \in [170-200^\circ\text{C}]$ pour la phase β contre $[185-208^\circ\text{C}]^*$ pour la phase α) malgré des densités du cristal proches.

Labour et al. [12] ont montré que la mobilité moléculaire est plus importante dans les cristaux de la phase β par rapport à la phase α . Cette mobilité accrue est susceptible d'être la conséquence d'une densité du cristal plus petite et d'interactions limitées des chaînes. Trodjeman et al. [13] montrent que le travail essentiel à la rupture et l'allongement à rupture augmentent avec le pourcentage de phase β dans un polypropylène alors que le module d'Young et la contrainte au seuil de plasticité diminuent.

Les observations précédentes sont quelquefois mises en avant pour expliquer la plus grande ductilité du polypropylène en présence de phase β . Cette ductilité serait également favorisée par la maille cristalline hexagonale qui offre trois plans de symétrie équivalents. Ainsi, si l'on admet que la plasticité des polymères semi cristallins est liée aux dislocations et glissements au sein du cristal [14,15], la probabilité que la maille de la phase β soit bien orientée pour le glissement est plus importante. En outre, un plus grand degré de désordre dans la phase β induirait une distribution de la contrainte plus uniforme.

Nous ne parlerons pas ici des phases tricliniques et smectique plus rarement observées bien qu'elles soient largement décrites dans la littérature [3,5,8,16,17].

Retenons ici qu'un polypropylène peut voir sa phase cristalline exister sous plusieurs formes en fonction des conditions de transformation et que ces phases ne sont pas équivalentes d'un point de vue mécanique.

* Si l'étendue de la gamme de température de fusion pour le polymorphe β s'explique par son instabilité thermodynamique, l'existence d'une variation aussi importante pour la phase α a été expliquée pour les fibres de polypropylène isotactique. Il a été reporté que plusieurs pics de températures de fusion peuvent advenir et que ces pics correspondent au cas où une orientation des chaînes non cristallisées existerait [6].

I.1.C. MORPHOLOGIE SEMI CRISTALLINE DU POLYPROPYLENE - STRUCTURE DES PIECES INJECTEES

Un polypropylène semi cristallin possède localement un arrangement périodique dont l'unité de base est une lamelle cristalline d'épaisseur environ 100 \AA [5,6,18,19,20,21]. La phase amorphe est constituée de parties mobiles des extrémités de chaînes, de boucles de repliement et de molécules indépendantes.

Au cours de la cristallisation, les lamelles cristallines s'organisent selon un arrangement radial pour former des sphérolites dont la taille varie de quelques microns à quelques centaines de microns de diamètre [5,6,18,19,20,21].

Les sphérolites de la phase α et β ne sont pas topologiquement identiques. Les premiers contiennent des quadrilles qui sont un entrecroisement quasi orthogonal de lamelles radiales et tangentielles. Le taux de lamelles tangentielles diminue avec la température de cristallisation.

Nos matériaux sont mis en œuvre par le procédé d'injection qui est susceptible de perturber ces arrangements [18,22,23,24], et donc de modifier les comportements locaux des pièces injectées. De façon schématique, il est possible de distinguer trois catégories de sollicitations pouvant profondément modifier la morphologie cristalline du polypropylène :

→ Les conditions mécaniques

Lors d'un écoulement, les chaînes macromoléculaires s'orientent entraînant la formation de morphologies particulières [25,26]. Le premier effet de l'orientation moléculaire sera d'augmenter le nombre de germes, voire de les aligner. Il résulte de l'augmentation de leur nombre, une diminution de la taille moyenne de sphérolites.

Dans la phase de croissance et selon la nature et l'intensité de l'écoulement, la cristallisation du polymère fait apparaître une morphologie de sphérolites (en particulier à cœur), sphérolites aplatis en ellipsoïdes, disques en gerbe ou cylindrites (Fig. I-4). Une morphologie fibrillaire et lamellaire est également observée et est connue sous l'appellation "shish-kebab" (Fig. I-5).

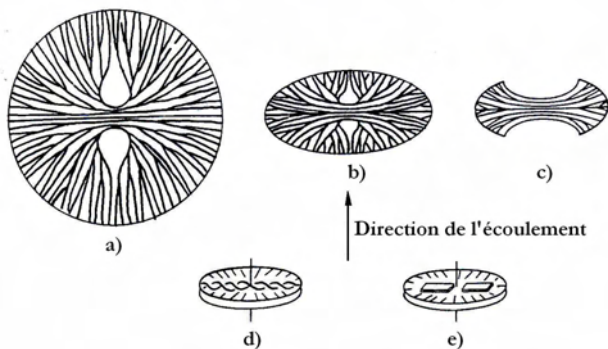


Fig. I-4 Morphologies se développant dans un écoulement [18] : a) Sphérolite, b) Sphérolite aplati en ellipsoïde, c) Disque en forme de gerbe, d) et e) Cylindrite.



Fig. I-5 Morphologie en "shish-kebab" [26].

→ Les conditions thermiques

Les conditions de refroidissement (plus ou moins rapides) contrôlent en partie le nombre de germes et le taux de cristallinité. De plus, un fort gradient thermique peut modifier la géométrie de croissance du fait des variations de vitesse. Les sphérolites dégénèrent vers une forme parabolique ou "comètes" [27]. Proche de la surface, les effets conjugués de la température et de la germination, due à la paroi du moule, contribuent quelquefois à l'apparition de zones transcristallines (croissance préférentielle des entités cristallines perpendiculairement à la paroi des outillages de mise en forme) [28].

De part la nature même du procédé d'injection, la morphologie des pièces mises en forme peut faire intervenir tout ou une partie de ces microstructures dans une organisation globalement multicouche. Les strates sont parallèles à la direction de l'écoulement. Si le refroidissement est symétrique, les strates sont symétriques par rapport au plan médian de la pièce. Le nombre de ces couches entre la surface et le centre varie dans la littérature entre trois [29] et cinq [22,30]. Dans tous les cas, on distingue :

→ Une zone de peau

La peau est constituée du polymère qui aurait cristallisé au cours de l'écoulement. Dans cette zone, le polymère est fortement orienté dans le sens de l'écoulement (ayant subi l'effet "fontaine") et est également sollicité en cisaillement en amont du front de remplissage [22,24,31]. La densité et donc la cristallinité en peau serait plus faible qu'à cœur et diminuerait en s'éloignant de la buse d'injection. Du point de vue morphologique, la zone de surface d'un polypropylène injecté peut être divisée en sous-zones : une zone de trempe sans morphologie apparente et une zone de cisaillement et de gradient thermique de "comètes" de faibles dimensions alignées en rangs parallèles à la direction de l'écoulement [22].

→ Une zone de cœur

Le cœur est isolé du refroidissement brutal subi par la couche solidifiée au contact du moule. Le polymère cristallise donc dans des conditions de plus faibles écoulement et vitesse de refroidissement, mais de plus forte pression (compactage) que le reste de la pièce. La cristallisation a donc lieu sans orientation moléculaire privilégiée. Elle conduit à la formation de sphérolites plus grossiers que dans les autres strates de la pièce injectée.

→ Une zone intermédiaire

Les zones de surface et de cœur peuvent être éventuellement séparées par une zone médiane. La morphologie des entités cristallines dans cette zone est très sensible à la nature du polymère et aux conditions d'injection. Le polymère aurait cristallisé subissant un écoulement de cisaillement, ce qui induit la formation de strates alignées formées de sphérolites dont la taille augmenterait en s'approchant du cœur [29]. L'influence du gradient thermique est perceptible et induirait la formation de morphologies en "comètes".

Il est bien souvent difficile de délimiter ces trois zones étant donné l'évolution des morphologies à l'intérieur de chacune d'entre elles. La nature du polymère, la géométrie de la pièce ainsi que les conditions d'injection peuvent profondément perturber la morphologie cristalline des pièces. Ainsi certaines de ces zones peuvent ne pas se former et les morphologies peuvent ne pas être discernables par microscopie optique.

La structure multicouche des pièces injectées est un facteur incontournable pour la compréhension du comportement sous sollicitation du polypropylène. Viana et al. [32,33] soulèvent la compétition entre deux phénomènes antagonistes au cours de la déformation d'un copolymère polypropylène/éthylène selon les conditions de sa mise en forme par injection : l'amplification de la ductilité avec la taille des sphérolites à cœur (favorisée par un taux de refroidissement faible) et son atténuation si l'orientation de la peau est notable (favorisée par un taux de refroidissement important). Ainsi dans la première configuration, le comportement du cœur prédomine et au contraire le comportement des peaux devient décisif si celles-ci sont fortement orientées. Plusieurs auteurs dont Aurkoetxea et al. [34] relèvent également la différence du comportement à la rupture de la peau et du cœur des pièces injectées. En effet, la peau peut se comporter d'une manière plus ductile ou plus fragile que le cœur selon les conditions de mise forme et la géométrie du moule.

I.1.D. LES POLYPROPYLENES INDUSTRIELS

De nombreux additifs entrent dans la composition finale des matières polymères pour faciliter leur mise en forme, améliorer ou adapter leurs propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, améliorer l'aspect de surface ou bien diminuer le prix de revient du polymère transformé [35,36,37,38].

Dans le cas des polypropylènes, nous ajouterons (peut être de manière impropre) à la famille des additifs les co-monomères et/ou mélange de polymères. En effet, le polypropylène homopolymère est généralement trop fragile pour être utilisé tel quel. Généralement, il sera légèrement copolymérisé avec une autre α -oléfine (éthylène par exemple) pour former une matrice copolymère statistique à faible taux de co-monomère. A cette phase

majoritaire, on rajoutera, soit par mélange après synthèse soit par contrôle de la synthèse, une phase caoutchoutique (souvent copolymère aléatoire). Dans certains cas, une deuxième polyoléfine (PE) peut exister. Les polymères étant généralement immiscibles, cela se traduit par une morphologie de phases dispersées dans une matrice. Les autres adjuvants les plus fréquemment employés sont :

- Les plastifiants et lubrifiants sont utilisés pour abaisser la rigidité (ou la viscosité) des matières plastiques. Ils peuvent être ajoutés pour faciliter la mise en œuvre. Leur persistance à l'état solide peut modifier le comportement du polymère.
- Les stabilisants empêchent la dégradation des polymères lors de leur transformation en les stabilisant contre les effets de la température, de l'oxygène et du rayonnement UV.
- Les colorants et pigments.
- Les retardateurs de flamme ou ignifugeants.
- Les agents antistatiques.
- Les charges minérales (verre, carbone, talc, ...) ou organiques (farine de bois, fibres végétales, ...).

Tous les éléments de formulation peuvent modifier les propriétés du matériau soit directement soit par leur influence sur la microstructure.

L'organisation spatiale des charges et additifs peut être contrôlée par la mise en œuvre. Ainsi des charges plaquettaires telles du talc ou du graphite sont orientées parallèlement aux parois du moule d'injection en surface de pièces injectées [37,38]. Cette orientation devient perpendiculaire à l'écoulement voire aléatoire au cœur de pièces [39]. Zipper et al. [38] conjointement à Choi et al. [40] ont établi que l'orientation des charges entraîne une orientation des cristallites du polypropylène. Ces résultats sont concordants avec les observations de Naiki et al. [41] et Díez-Gutiérrez et al. [42] concernant un polypropylène chargé de talc (20m%) avec ou sans traitement de surface des plaquettes. Díez-Gutiérrez et al. soulignent également que l'adjonction du talc s'accompagne de la diminution de la température de transition vitreuse T_g . Ce dernier résultat est la conséquence du rôle nucléant que joue le talc conduisant à une cristallisation plus rapide du polypropylène (par rapport au polymère non chargé) et donc à une phase amorphe plus mobile (T_g plus faible). Mucha et al. [43] ont également signalé le rôle nucléant du noir de carbone incorporé au polypropylène, ce qui conduit à une augmentation de la température de cristallisation du polymère et à la transformation partielle de la structure α en β .

La multiplicité des charges induit une grande variété d'effets. Il est donc difficile d'en faire une description exhaustive. Nous pouvons toutefois donner quelques exemples pour souligner la forte dépendance du comportement du polymère à sa formulation et démontrer que différents processus contradictoires ou complémentaires peuvent coexister rendant difficile l'établissement de règles générales.

On distingue généralement les effets des charges sur la « rigidité » (modification des modules) et/ou sur le seuil de plasticité du polymère et leur effet sur la capacité d'absorption d'énergie ou renforcement au choc.

Le renforcement au choc des polymères repose souvent sur le principe de multiplication des foyers de dissipation d'énergie en redistribuant localement les contraintes. Galeski [44] et Argon et al. [45] soulignent l'intérêt des mécanismes de cavitation induits au cours de la déformation par la présence de charges. La cavitation favorise en effet d'autres processus de déformation tels que le craquelage et l'apparition des bandes de cisaillement à des niveaux de contraintes plus faibles. Ainsi, les processus dissipatifs sont amorcés plus rapidement. Ces effets viennent s'ajouter à la contribution propre de la cavitation à la déformation plastique du polymère.

L'incorporation de carbonate de calcium (CaCO_3) dans un polypropylène isotactique permet d'augmenter le module d'élasticité en traction du matériau et de diminuer la contrainte au seuil de plasticité [46]. Thio et al. ont montré grâce à ces mêmes travaux qu'il existe une taille limite des particules de charge en deçà de laquelle le carbonate de calcium ne permet pas d'augmenter l'absorption d'énergie au cours d'un essai d'impact de type Izod. Fekete et al. [47] relie ce phénomène à l'augmentation des interactions entre particules de charge à mesure que leurs tailles diminuent, pouvant entraîner la formation d'agrégats. L'exploitation d'essais d'impact et de traction et la fractographie des échantillons montrent que le mécanisme de rupture mis en jeu à faible interaction entre les particules de carbonate de calcium (taille suffisamment grande) est la décohésion charge/matrice – entraînant la formation de cavités- et la déformation plastique de la matrice. En présence

d'agrégats, la rupture est amorcée à leurs voisinages immédiats sans qu'une déformation plastique ait eu lieu, limitant ainsi les processus dissipatifs d'énergie. Par ailleurs, Li et al. [48] établissent qu'il existe un taux de charge critique des particules de carbonates de calcium pour lequel les valeurs des contraintes à rupture (en traction et en flexion) sont maximales. Les auteurs relient leurs observations expérimentales à la formation de la phase β , plus ductile [12,13,14,15], favorisée par les particules de charge. A plus fort taux de charge, les germes se multiplient et la taille des cristaux β diminue pouvant entraîner une chute de la résistance du polymère. L'existence d'un taux de charge optimal découlerait des effets conjugués de ces deux phénomènes.

Les mécanismes de déformation au sein d'un polypropylène chargé de fibres de verre impliquent aussi des mécanismes non-cohésifs. Zebarjad et al. [49] soulignent qu'à basse vitesse de sollicitation en traction, l'incorporation de fibres longues de verre ($\sim 6 \text{ mm}$) à un polypropylène induit l'amorçage de craquelures perpendiculairement aux fibres et provoquant la rupture de celles-ci. Ces craquelures n'étant pas observées dans le polymère soumis à la même procédure expérimentale.

La diversité des formulations combinée aux conditions de mise en œuvre font que la famille des polypropylènes soit vaste et comporte des matériaux différents de part leurs comportements mécaniques. Il convient donc de présenter au mieux nos produits et d'en fixer les conditions de mise en forme.

I.1.E. LES MATERIAUX DE L'ETUDE

Nous utilisons deux polymères connus pour être "équivalents" du point de vue de l'application industrielle mais de formulations différentes. Nos essais prouveront qu'une même propriété technologique peut être obtenue pour nos deux matériaux en mettant en jeu des processus différents.

Le PP EXXTRAL®BMT222 (commercialisé par EXXON Mobil Chemical), que nous appellerons BMT222, est un polypropylène copolymère pigmenté et chargé de particules minérales (dont talc) à 20 % de sa masse et renforcé de nodules élastomères. Les particules de charge se présentent sous la forme de plaquettes de longueur moyenne $20 \mu\text{m}$. Ce polymère est destiné aux applications intérieures dans l'industrie automobile et a été modifié par l'incorporation d'agents plastifiants, stabilisants et d'agents anti-statiques.

Le PP HIFAX®BA238G9 (commercialisé par BASELL), que nous appellerons BA238G9, est un polypropylène copolymère non pigmenté et non chargé.

Ces matériaux sont des formulations commerciales complexes pour lesquelles nous ne disposons que de très peu d'informations. Cela rendra difficile toute interprétation physique fine de nos observations. L'utilisation de polymères modèles aurait rendu les interprétations physiques plus sûres mais risquait de nous interdire l'extrapolation de nos résultats vers l'application souhaitée. En effet, le rôle de chaque élément d'addition n'est pas clair et nous aurions pris le risque de modifier les processus élémentaires responsables du comportement du polymère en modifiant sa formulation. Nous avons donc pris le parti de favoriser l'extrapolation vers l'application en contrôlant, à défaut de comprendre, au mieux tous les éléments. Ceci se traduira notamment par le choix des conditions d'injection.

I.1.F. MISE EN FORME PAR INJECTION DES EPROUVETTES

Avant l'injection, le polypropylène chargé est étuvé 2 h à 80°C , le second matériau est utilisé sans conditionnement préalable. Par contre, les éprouvettes ne sont pas re-conditionnées avant les essais.

L'essentiel de notre étude mécanique est faite sur des éprouvettes prélevées par usinage dans des plaques de dimensions : $240 \times 180 \times 3 \text{ mm}^3$. Les deux polypropylènes sont injectés à l'aide d'une presse CODIM DK 300, d'une force de fermeture de 300 tonnes au TECHNOCENTRE RENAULT Guyancourt. Le moule est à empreinte parallélépipédique avec une alimentation en nappe. Les conditions de transformation sont choisies suivant les règles de l'art et maintenues constantes. Elles sont récapitulées Tableau I-1.

	Température matière (°C)	Température moule fixe et mobile (°C)	Vitesse d'injection (mm/s)	Pression d'injection (bar)	Temps de maintien (s)	Pression de maintien (bar)
PP chargé BMT222	245	40	50	490	12	310
PP non chargé BA238G9	225	30	50	480	12	270

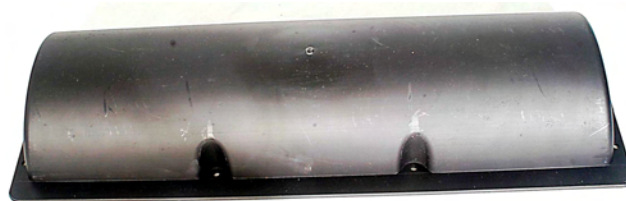
Tableau I-1 Paramètres d'injection des plaques de BMT222 et de BA238G9.

La géométrie plaque présente l'avantage d'être proche de celle utilisée dans l'industrie (corps mince). Par contre les essais de compression sont difficiles à réaliser. C'est pourquoi, des joncs axisymétriques sont injectés au CRITT Polymères Picardie à l'aide d'une presse FERROMATIK MILACRON 100S d'une force de fermeture de 100 tonnes. Le moule présente une empreinte cylindrique à embouts hémisphériques de diamètre 12 mm et de longueur utile 60 mm, qui autorise un compactage suffisant du polymère. Les conditions d'injection sont récapitulées Tableau I- 2. Il est clair que les microstructures de ces joncs risquent d'être différentes de celles des plaques. Il faudra donc considérer nos résultats de compression avec beaucoup de précaution.

	Température buse (°C)	Température moule fixe et mobile (°C)	Vitesse d'injection (mm/s)	Pression d'injection (bar)	Temps de maintien (s)	Pression de maintien (bar)
PP chargé BMT222	175	80	5	1100	30	1050
PP non chargé BA238G9	175	80	5	1100	30	1050

Tableau I- 2 Paramètres d'injection des joncs de BMT222 et de BA238G9.

Une autre partie de notre travail consiste en l'étude du comportement de pièces jugées représentatives de la géométrie ou des caractéristiques physiques des planches de bord. Une géométrie de gouttière (Fig. I-6) est retenue [50] et injectée au TECHNOCENTRE RENAULT Guyancourt.

Fig. I-6 Photo d'une gouttière. Dimensions : $525 \times 185 \times 3 \text{ mm}^3$, hauteur 70 mm .

I.2. CARACTERISATION INITIALE

La pigmentation et/ou la complexité des formulations rendent les observations microstructurales impossibles. Il est toutefois possible de réaliser des analyses enthalpiques différentielles et de diffraction de rayons X pour comparer nos deux matériaux.

L'analyse par diffraction des rayons X aux grands angles est réalisée sur des échantillons prélevés à cœur des plaques injectées (Fig. I-7). Les diffractogrammes des deux échantillons présentent les pics caractéristiques de la phase α du polypropylène. Le manque d'informations précises sur la composition des additifs et charges dans nos matériaux interdit l'indexation précise de tous les pics de diffraction. Nous ne pouvons donc pas exclure totalement l'existence d'une phase β . Toutefois, si elle est présente, ce serait en très faible proportion.

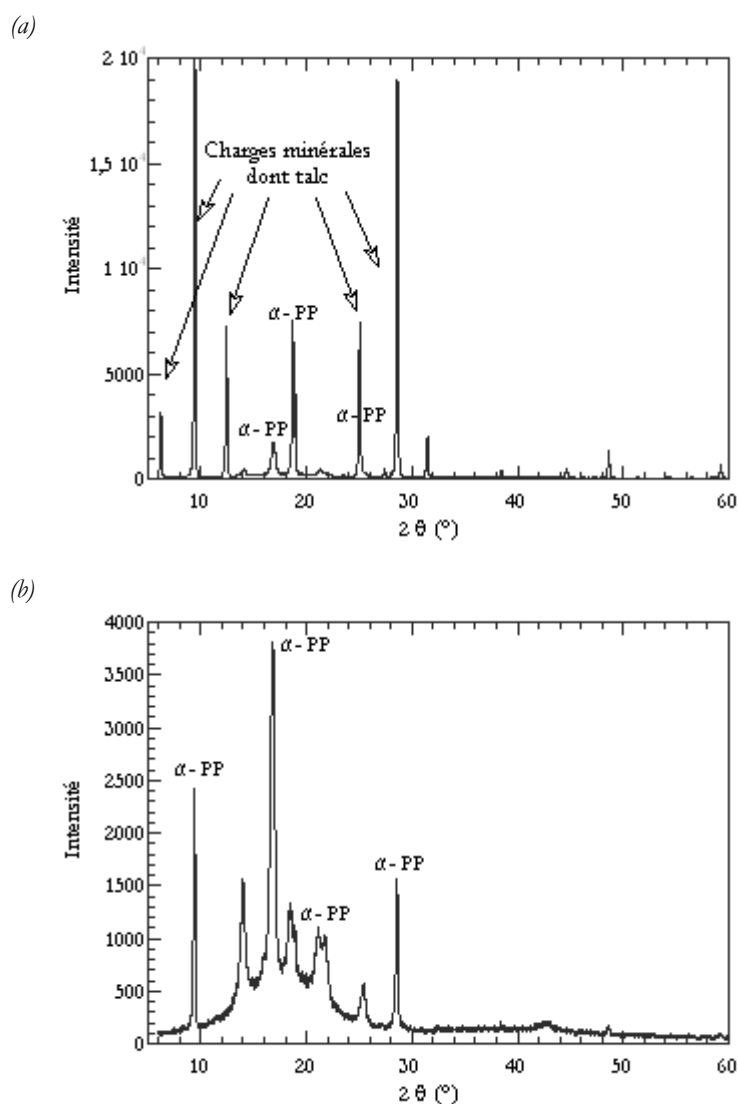


Fig. I-7 Diffractogrammes de rayon X du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) en incidence rasante obtenus à cœur des plaques injectées.

La mesure des taux de cristallinité de nos matériaux mis en forme est conduite par analyse enthalpique différentielle à compensation de puissance (acronyme DSC). L'appareillage employé est le calorimètre Perkin Elmer DSC7. Les mesures sont réalisées sous balayage permanent d'azote à 1,4 bars. L'étalonnage en température et en puissance est assuré à l'aide d'échantillons d'Indium et d'Etain pour des phases de chauffage de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Les échantillons de masse approchant 16 mg sont prélevés dans toute l'épaisseur des plaques injectées. Un thermogramme représentatif de chacun des polymères est présenté (Fig. I-8). L'allure des thermogrammes est typique d'un polypropylène copolymère [51].

L'évolution du flux de chaleur pour le matériau chargé laisse apparaître deux pics de fusion : un pic de fusion de la matrice polypropylène à $T_f = 165,7^\circ\text{C}$, un deuxième pic à $125,4^\circ\text{C}$ pour le BMT222 et à 115°C pour le BA238G9. Ce dernier pourrait être le signe de l'existence d'une certaine quantité de polyéthylène (PE).

Les taux de cristallinité calculés à partir de l'enthalpie de fusion ΔH_f en posant l'enthalpie de fusion d'un cristal parfait à 148 J/g [19,24,31] sont faibles : $37,5\%$ pour le matériau chargé et 47% pour le matériau non chargé. Ces valeurs sont données à titre indicatif, s'agissant de valeurs approchées, minorées par la non prise en compte de l'existence de copolymère, des charges et des nodules d'élastomères dont les taux nous sont inconnus.

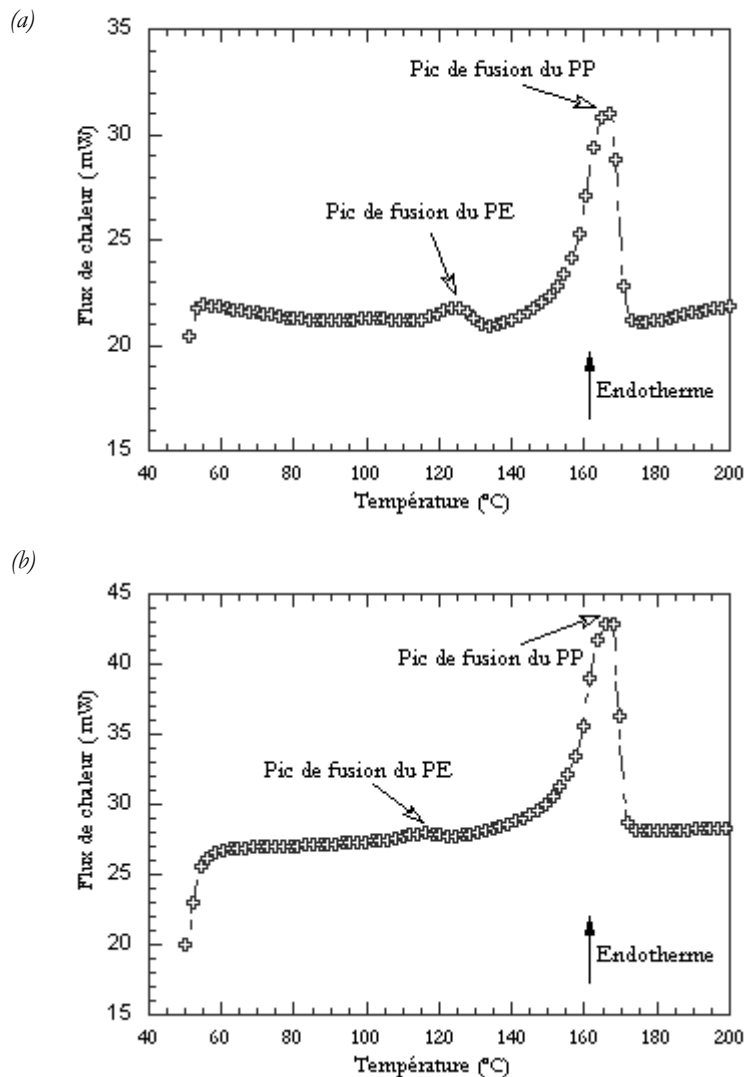


Fig. I-8 Thermogrammes de fusion du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) à $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

I.3. ELEMENTS DE CARACTERISATION EN GRANDES DEFORMATIONS

Nous devons caractériser nos matériaux jusqu'aux déformations plastiques. Il convient donc de s'interroger sur les processus de déformation qui peuvent se développer.

I.3.A. ELEMENTS SUR LES MECANISMES DE DEFORMATION DES POLYMERES

Notre étude du comportement mécanique des polypropylènes se place à des températures au-dessus de l'ambiante et donc au-dessus de leurs transitions α (située à $\sim 2^\circ\text{C}$ pour le PP chargé et à $\sim 0^\circ\text{C}$ pour le PP non chargé). Sur cette plage, la phase amorphe est caoutchoutique et 'renforcée' par les cristallites, elles-mêmes reliées par les molécules lien qui assurent les premiers stades de la déformation [52]. La déformation du matériau va donc résulter de l'allongement des chaînes amorphes et de la déformation des cristallites.

I.3.A.1. DEFORMATION DES POLYMERES SEMI CRISTALLINS

Considérant le modèle d'empilement de lamelles cristallines séparées par une zone amorphe, il est possible de distinguer deux processus de déformation pour les zones amorphes : le glissement ou la séparation interlamellaire [53-54]. Le premier mode conduit au cisaillement des couches interlamellaires amorphes par le glissement des lamelles parallèlement les unes aux autres. La séparation des lamelles cristallines se produit lorsqu'une contrainte de traction est appliquée à leur plus grande surface, les chaînes amorphes sont alors étirées.

On peut imaginer que les premiers stades de déformations du polymères ne concernent que sa phase amorphe [20]. Pour les polymères amorphes homogènes, on reconnaît d'ordinaire que la déformation s'opère par apparition de bandes de cisaillement et éventuellement de craquelures [55]. Bien que l'existence d'une phase cristalline ou d'éléments de mélange puisse changer singulièrement le problème, ces modes sont une illustration du comportement intrinsèque des polymères.

Les bandes de cisaillement consistent en une déformation localisée gouvernée par le cisaillement et qui s'opère sans variation du volume. Elles sont associées à la rupture ductile du fait de la dissipation importante d'énergie par la déformation plastique.

L'intersection des bandes de cisaillement conduit à la formation d'une zone à très grande concentration de déformations. Dans cette zone, les chaînes macromoléculaires subissent un effort important qui peut conduire à la formation d'une cavité et à sa propagation jusqu'à la ruine du matériau (Fig. I-9).

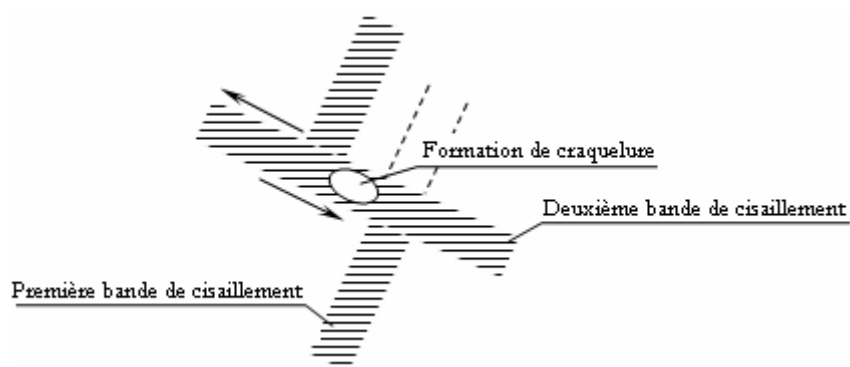


Fig. I-9 Mécanisme de cavitation par intersection de bandes de cisaillement [52].

La craquelure est le plus souvent considérée comme un processus d'endommagement, même si en fonction de la nature du polymère, la présence de craquelures dans le matériau peut se traduire par une « ductilité » apparente, c'est-à-dire un certain niveau de dissipation d'énergie. La craquelure est constituée de fibrilles entre lesquelles existent des microvides (Fig. I-10). Les craquelures se développent dans le plan perpendiculaire à

l'effort maximal de traction. La rupture, dans ce cas, est due à l'amorçage, la croissance et la rupture des craquelures donnant lieu à un front de fissure.

A la différence des bandes de cisaillement, la formation de craquelures est un processus de cavitation et implique donc une augmentation du volume du matériau. Il en découle que les sollicitations triaxiales contribuent à l'amorçage des craquelures [56]. Cet état de contraintes peut se produire à proximité d'une discontinuité dans le polymère (impureté, cristal, fluctuation de densité,..). La nature macromoléculaire du matériau et la nature du chargement sont déterminantes pour indiquer si cette concentration des contraintes donnera naissance à une bande de cisaillement ou à une craquelure.

Dijkstra et al. [57] ont décrit l'évolution des modes de déformation dans un polypropylène en fonction de la vitesse de sollicitation (10^{-4} à 100 s $^{-1}$). A basse vitesse de sollicitation, le mécanisme de déformation prépondérant semble être la bande de cisaillement. L'augmentation de la vitesse conduit à l'apparition de cavités réparties d'une manière homogène dans le matériau et prenant naissance dans les sphérolites.

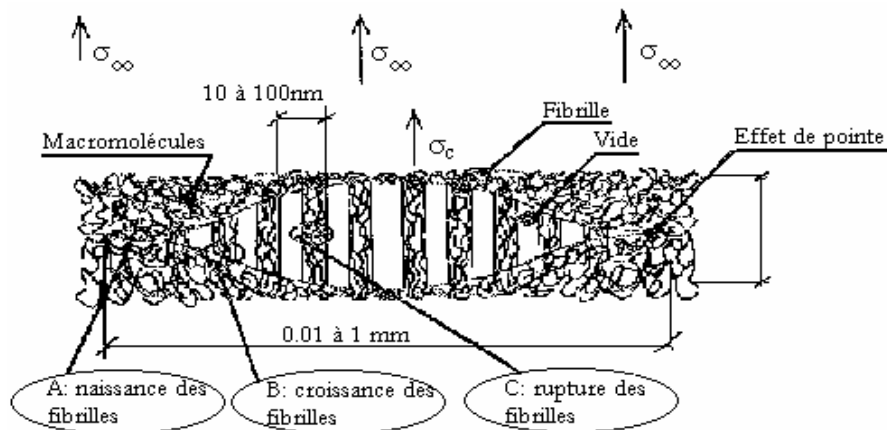


Fig. I-10 Microstructure d'une craquelure [56].

Zok et Shinozaki [58] ont souligné par ailleurs l'existence d'une variation de volume significative (de $-0,4\%$ à $0,5\%$ mesurée par densimétrie) dans un polypropylène soumis à une sollicitation monotone ou cyclique en traction, en compression. Les auteurs ont identifié le craquelage comme le phénomène gouvernant cette variation de volume. Les craquelures sont localisées au niveau des intersections des bandes de cisaillement en compression selon le principe schématisé Fig. I-9. Un résultat particulièrement intéressant émane de ces travaux. En effet, une augmentation abrupte de la variation de volume accompagne le passage par un maximum de la contrainte. Ce qui permet de relier le 'crochet de traction' à la manifestation d'une instabilité plastique due à l'accumulation d'une variation de volume critique ou d'un nombre de craquelures critique.

Dans la fenêtre température/vitesse de transition, des craquelures et des cavités peuvent se former simultanément. Un retour élastique important est observé après la rupture. Les auteurs le relient à un comportement de type élasticité caoutchoutique rendu possible par la défragmentation des cristaux du fait de la cavitation amorcée dans les sphérolites. Les lamelles cristallines jouent alors le rôle de liens dans la phase amorphe.

En effet, lorsque la contrainte appliquée au matériau atteint un seuil critique, le cristal polymère peut se déformer par des mécanismes cristallographiques de glissement, maclage (seulement une partie du cristal subit un cisaillement simple) ou transformation de type martensitique (changement de la phase cristalline).

Ces phénomènes contribuent au basculement des lamelles cristallines qui s'orientent selon la direction principale de sollicitation. Aux grandes déformations, leur morphologie de lamelles à chaînes repliées et leur orientation confèrent aux cristaux de polymère la possibilité de se fragmenter en blocs plus petits reliés entre eux par des macromolécules étirées (Fig. I-11). La morphologie se transforme ainsi en une morphologie microfibrillaire induisant la création de microvides dans les sphérolites, voire la destruction de ces derniers.

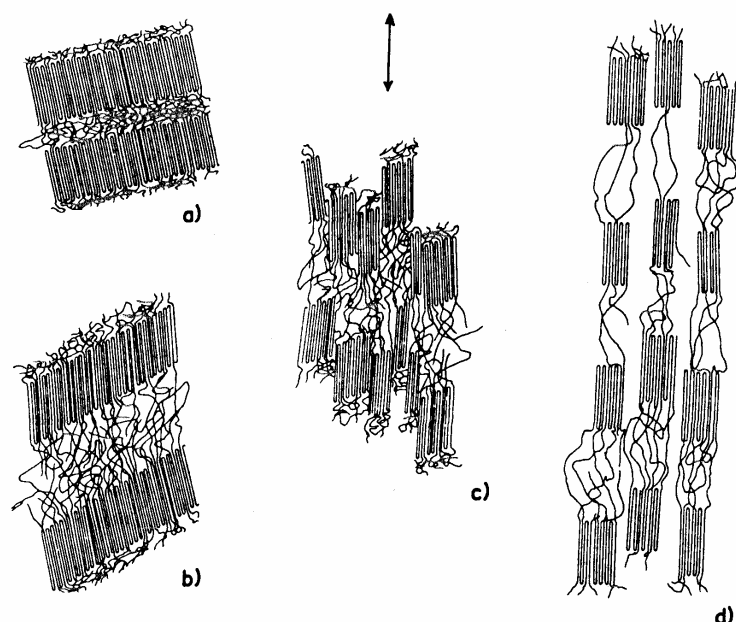


Fig. I-11 Passage d'une morphologie lamellaire à une morphologie fibrillaire [53]. a) Etat non déformé. b) Extension des molécules de liaison et basculement des chaînes à l'intérieur des lamelles. c) Fragmentation des lamelles en blocs plus petits. d) Alignement des blocs dans la direction d'étirage.

I.3.4.2. LES POLYMERES RENFORCES

Thio et al. [59] ont montré que l'incorporation de carbonate de calcium (CaCO_3) dans un polypropylène isotactique modifie les mécanismes de déformation et d'endommagement. A basses vitesses, les auteurs ont observé l'apparition de cavités autour des particules rigides et réparties de manière homogène dans le matériau.

Zebarjad et al. [60] soulignent le rôle que jouent les nodules d'EPR (copolymère aléatoire d'éthylène et de propylène élastomère) dans la déformation d'un matériau polypropylène/EPR. Les nodules de caoutchouc sont le siège d'un processus de cavitation conduisant à la formation de vacuoles. Des cavités apparaissent également à l'interface élastomère/matrice conduisant à l'apparition de zones ayant une structure proche de celle d'une craquelure.

Glaeski [61], Argon et Cohen [62] soulignent que la formation de cavités dans un polymère chargé induit celle de bandes de cisaillement et de craquelures aux confins des cavités. Cette constatation est d'un intérêt particulier, ces processus de déformation étant dissipatifs et favorisant l'augmentation de la résistance du matériau.

I.3.4.3. CONCLUSION

Dans un polymère à morphologie complexe, la déformation peut s'accompagner de la formation de multiples bandes de cisaillement, craquelures et vacuoles. La caractérisation microscopique des processus d'endommagement et de déformation dépasserait le cadre de cette étude. Il est donc plus adéquat d'adopter une approche globale dans l'étude de la déformation et de l'endommagement de ces polymères. Il s'agirait d'examiner les propriétés macroscopiques mécaniques des polymères, qui sont fonction de la nature des mécanismes en jeu mais sans entrer dans leur description détaillée.

Toutefois, l'existence de processus cavitationnels doit orienter l'expérimentateur vers l'utilisation de techniques riches permettant d'éviter le recours à l'hypothèse d'incompressibilité qui pourrait induire une erreur importante sur les résultats.

I.3.B. IMPACT MULTIAXIAL SUR PIECE-TYPE

Nous l'avons vu précédemment, les processus de déformation des polymères sont nombreux. Ils peuvent être sensibles aux termes de cisaillement ou de dilatation. Ils peuvent également être amorcés de façon différente en fonction de la vitesse de sollicitation. La caractérisation du comportement des polymères au vu d'un usage particulier ne peut donc se faire sans une connaissance de l'application, à savoir le mode de sollicitation visé et la vitesse de celui-ci. Cette connaissance permettra de définir une campagne d'essais de laboratoire aussi représentative que possible, c'est-à-dire amorçant les mêmes processus.

L'étude du comportement de pièces jugées représentatives de la géométrie ou des caractéristiques physiques des planches de bord nous permettra donc de définir les modes et vitesses de sollicitation à reproduire dans notre travail pour rester au plus proche de l'application industrielle.

I.3.B.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

La procédure expérimentale d'essais dynamiques sur pièce-type adoptée dans ce travail a été développée par la société Visteon et ses partenaires [63] : une pièce de type gouttière est soumise à un impact dynamique moyennant un poinçon lubrifié. Ceci permet de reproduire les conditions de chargements rencontrés lors d'un choc automobile.

Les essais ont été conduits avec des poinçons, de 20 ou de 40 mm de diamètre, lubrifiés avec une graisse silicone. Les vitesses explorées sont de 0,1, 1 et 3 m/s (Fig. I-12). Les essais ont eu lieu à l'ONERA DMSE (département de la mécanique du solide et de l'endommagement - centre de Lille) à l'aide d'un vérin hydraulique rapide SCHENK à température ambiante. Le poinçon perce la gouttière à 100 mm du seuil d'injection situé au centre de la pièce. L'effort est mesuré par une cellule piézo-électrique placée en bout du poinçon et le déplacement est déduit de la vitesse du vérin et du temps. A ce dispositif est associé un système vidéo métrique constitué de deux caméras rapides permettant l'acquisition simultanée des images de déformation sous le poinçon et de celle de la structure globale des gouttières (Fig. I-13).

Un quadrillage, initialement de $10 \times 10 \text{ mm}^2$, est apposé sur la gouttière sous la zone d'impact. Son analyse donnera une estimation des déformations locales.

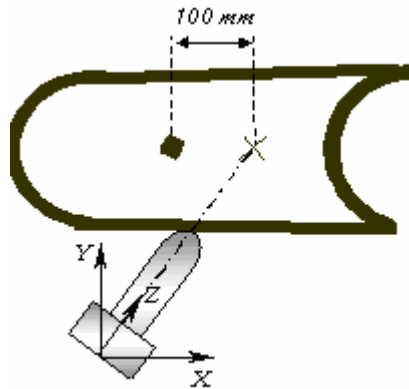
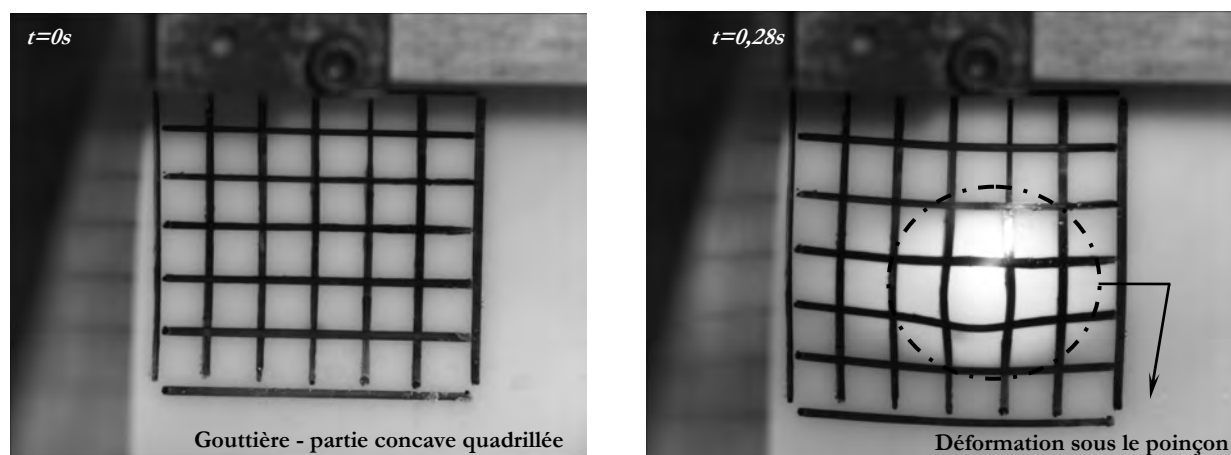
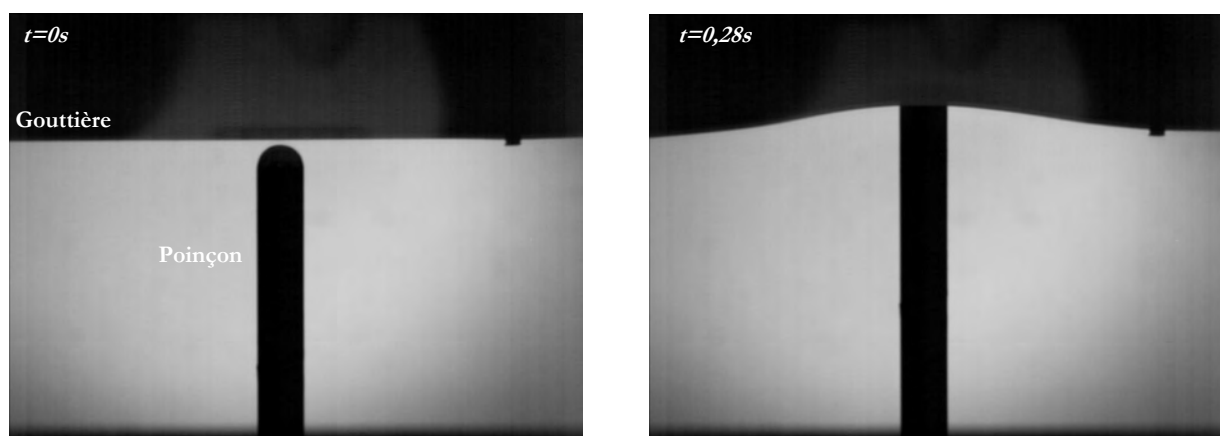


Fig. I-12 Schéma des essais d'impact sur gouttières et système des coordonnées associé.



(a) Vue de face - déformation du quadrillage



(b) Vue de profil - déformation de la structure

Fig. I-13 Images issues de l'acquisition vidéo à l'instant initial et au cours de la déformation d'une gouttière en BA238G9 soumise à un impact à $0,1 \text{ m/s}$ avec le poinçon lubrifié de diamètre 20 mm .

I.3.B.2. REPONSE DES POLYPROPYLENES

L'allure des courbes force - déplacement est sensiblement similaire pour les essais sur le BMT222 et le BA238G9 (Fig. I-14). Le rôle renforçant des charges minérales cité précédemment pourrait laisser attendre une dissipation d'énergie plus importante du matériau BMT222 et donc un écart significatif entre les réponses des deux matériaux. La similarité des courbes atteste l'importance de l'effet de structure sur ce test, limitant l'expression du comportement des polymères.

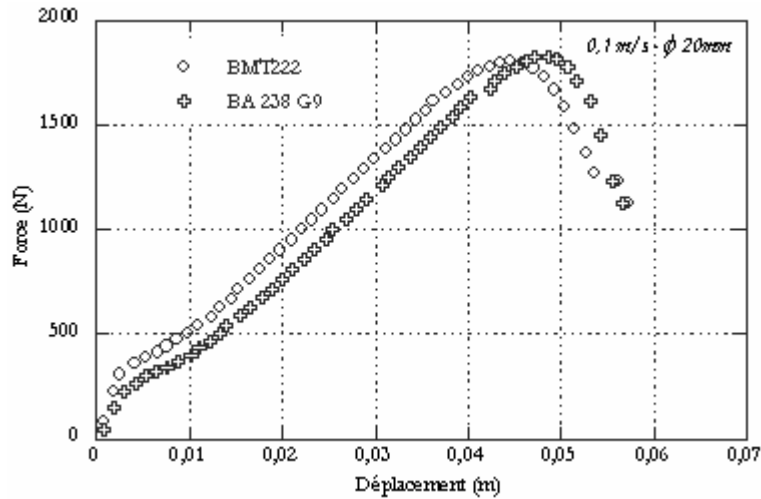


Fig. I-14 Courbes force - déplacement de l'impact des deux polypropylènes à $0,1 \text{ m/s}$ avec le poinçon de 20 mm .

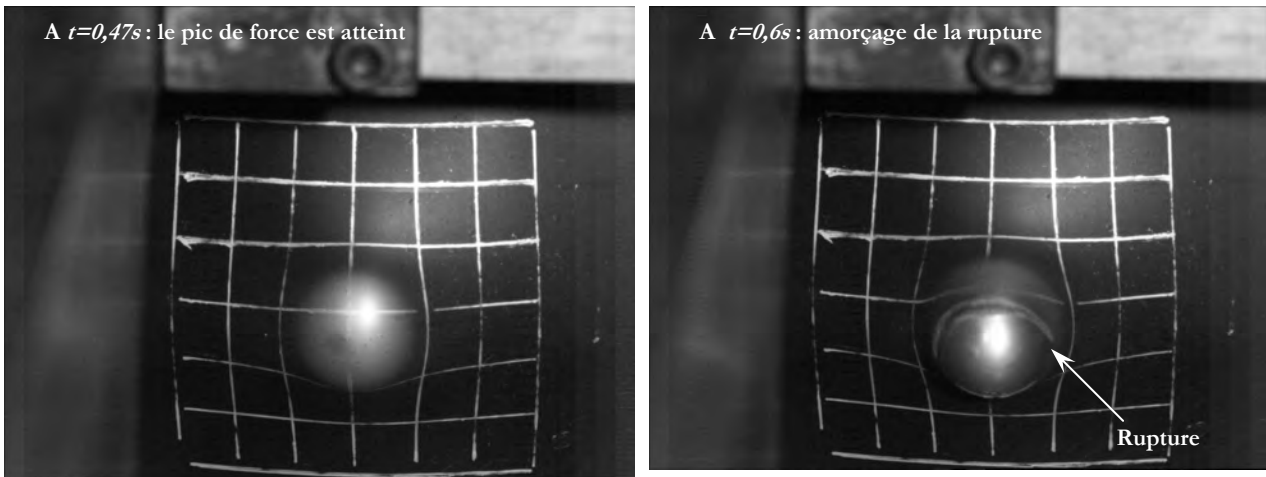


Fig. I-15 Images issues de l'acquisition vidéo à l'instant où la force passe par un pic et à l'instant de la rupture du BMT222 soumis à un impact à $0,1 \text{ m/s}$ avec le poinçon lubrifié de diamètre 20 mm .

Les courbes présentent un pic de force survenant avant l'amorçage de la rupture comme l'attestent les images prises à l'instant où la force passe par un maximum et à l'instant de la rupture à $0,1 \text{ m/s}$ données comme exemple Fig. I-15

Les essais d'impact multiaxial avec un poinçon de plus grand diamètre conduisent à des niveaux de déplacement et de force nettement plus importants (Fig. I-16). Le suivi vidéo métrique des essais montre qu'avec le gros poinçon, une zone plus importante de la gouttière est sollicitée (Fig. I-17), ce qui conduit à une consommation d'énergie avant rupture plus importante.

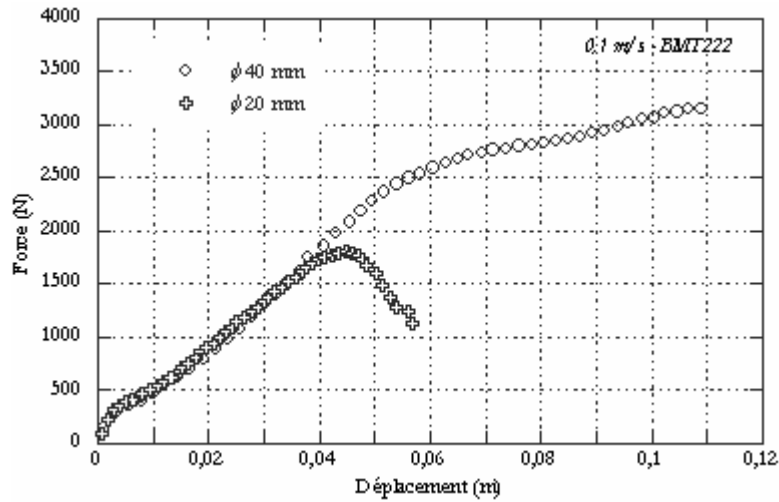


Fig. I-16 Courbes force - déplacement de l'impact du BMT222.
Essais $0,1$ m/s avec deux diamètres de poinçons.

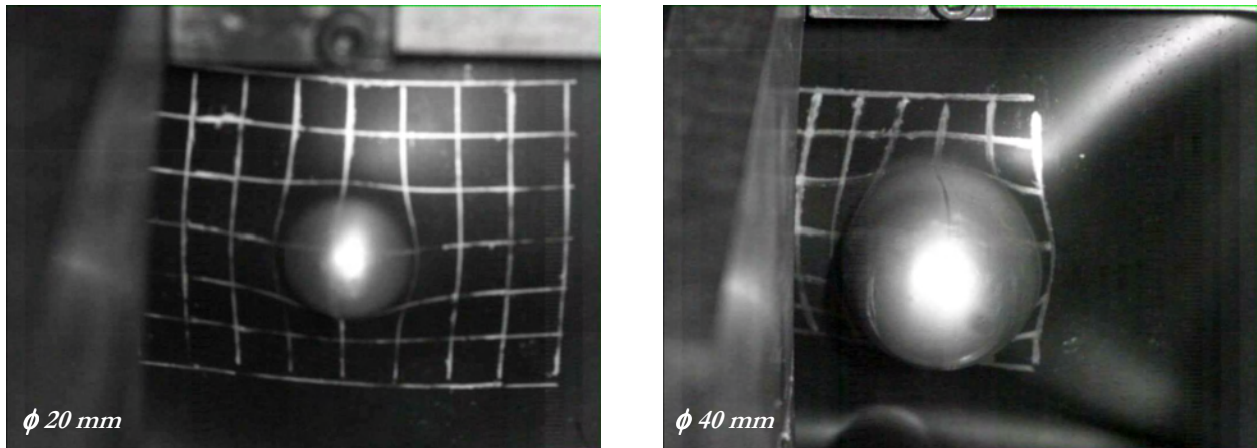


Fig. I-17 Images à l'instant précédant la rupture lors de l'impact
des gouttières à 1 m/s avec les deux diamètres de poinçon.

Le suivi vidéo métrique permet de s'affranchir partiellement de l'aspect technologique de ce test en fournissant l'évolution de la déformation sous le poinçon en fonction du temps. En toute rigueur, les mesures ne sont admissibles que sous le pôle du poinçon. En première approximation, il semble que les déformations de la zone en contact avec celui-ci soient quasi identiques selon les axes X et Y (Fig. I-18), trace d'une sollicitation biaxiale équilibrée que laissait attendre la lubrification des impacteurs. On remarque également que la déformation du matériau est très localisée sous le poinçon, le reste de la structure se déformant par flexion élastique. La vitesse de déformation locale atteinte est de l'ordre de 60 s⁻¹ au cours de l'impact d'une gouttière à 3 m/s.

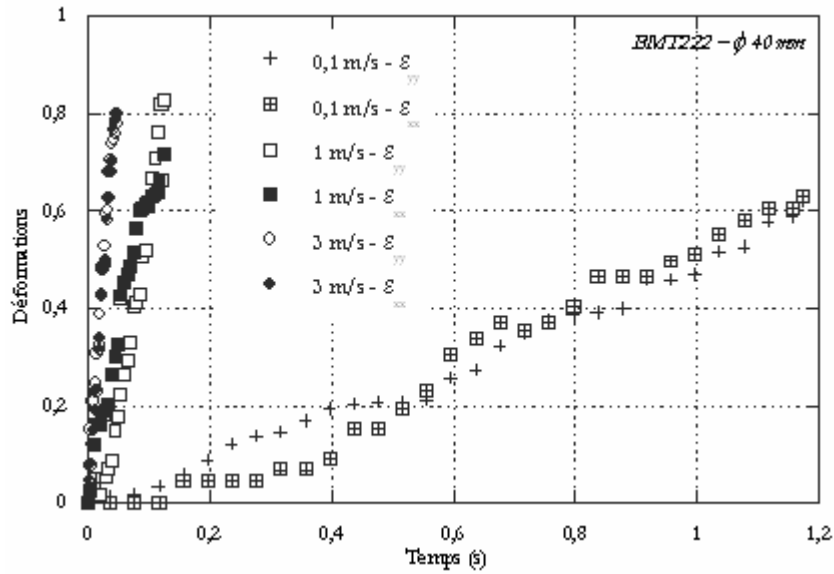


Fig. I-18 Déformations du BMT222 sous le poinçon de diamètre 40 mm. Essais à différentes vitesses. ϵ_{xx} et ϵ_{yy} sont respectivement les déformations parallèlement et perpendiculairement à la grande longueur de la gouttière.

Le polypropylène non chargé est le siège d'une déformation plus importante selon les deux axes considérés que le polypropylène renforcé (Fig. I-19). La déformation perpendiculairement à la longueur de la gouttière semble privilégiée pour ce matériau, l'acquisition vidéo (Fig. I-20) soulignant une forte inflexion de la structure qui pourrait restreindre la déformation selon l'axe parallèle.

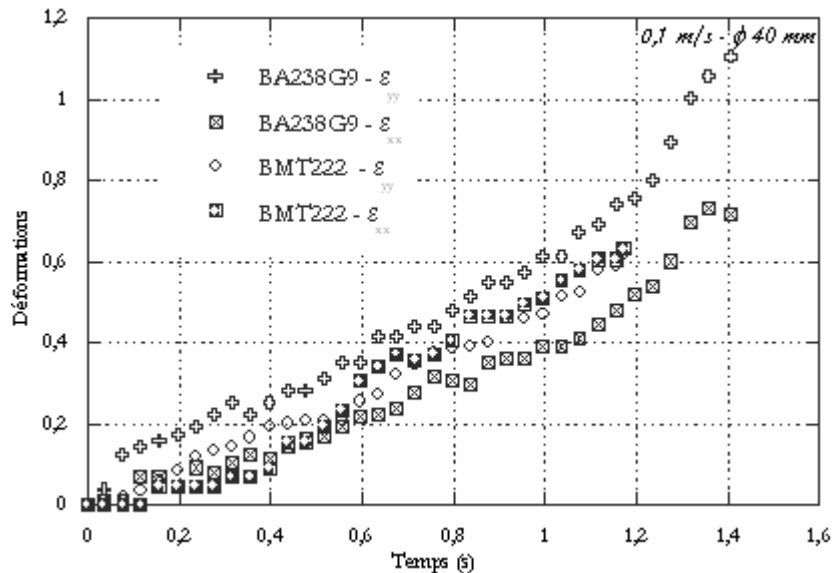


Fig. I-19 Déformations sous le poinçon de BA238G9 et du BMT222. Essai à 0,1 m/s avec le poinçon de diamètre 40 mm. ϵ_{xx} et ϵ_{yy} sont respectivement les déformations parallèlement et perpendiculairement à la grande longueur de la gouttière.

Si la déformation est localisée sur une zone plus étendue avec l'utilisation du poinçon de diamètre 40 mm (Fig. I-21), les niveaux de déformation atteints semblent aussi importants et les vitesses de déformation sont identiques tout au long du chemin de déformation (Fig. I-22) pour les deux poinçons.

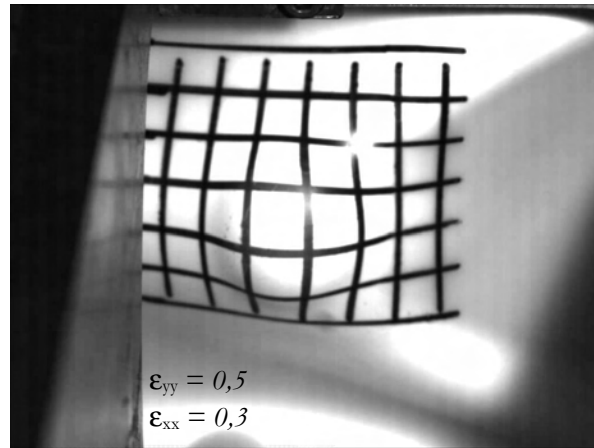


Fig. I-20 Image de la déformation sous le poinçon du BA238G9 à $t \approx 0,5$ s. Essai à $0,1$ m/s avec le poinçon de diamètre 40 mm.

Retenons ici que les essais entrepris ont permis de révéler les niveaux de déformation, ϵ_{yy} , avant rupture pouvant atteindre 1 et de vitesses de déformation, $\dot{\epsilon}_{yy}$, pouvant atteindre 60 s⁻¹ que nous nous efforcerons de reproduire. La complexité de la sollicitation en conditions de crash nous orientera vers une exploration de tous les chargements simples pour ne négliger aucune contribution mécanique à la tenue en impact.

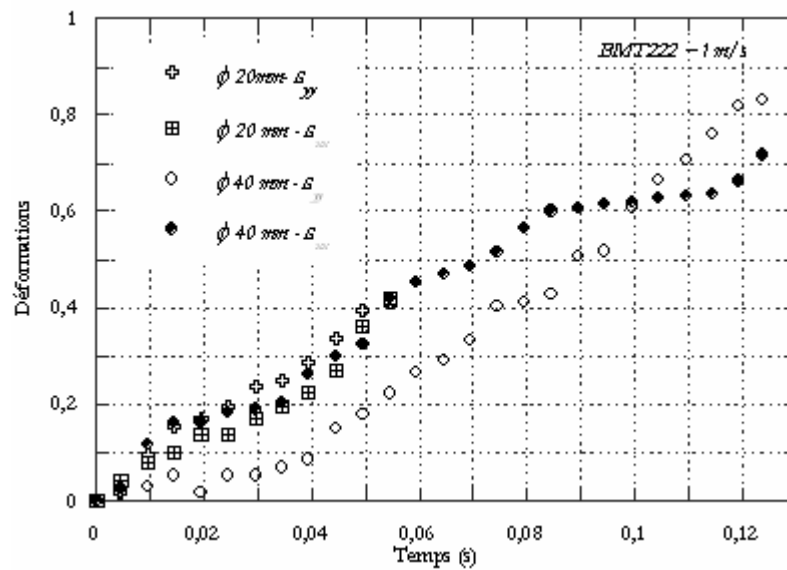


Fig. I-21 Déformations du BMT222 sous le poinçon. Essai à 1 m/s avec les poinçons de diamètres 20 et 40 mm. ϵ_{xx} et ϵ_{yy} sont respectivement les déformations parallèlement et perpendiculairement à la grande longueur de la gouttière.

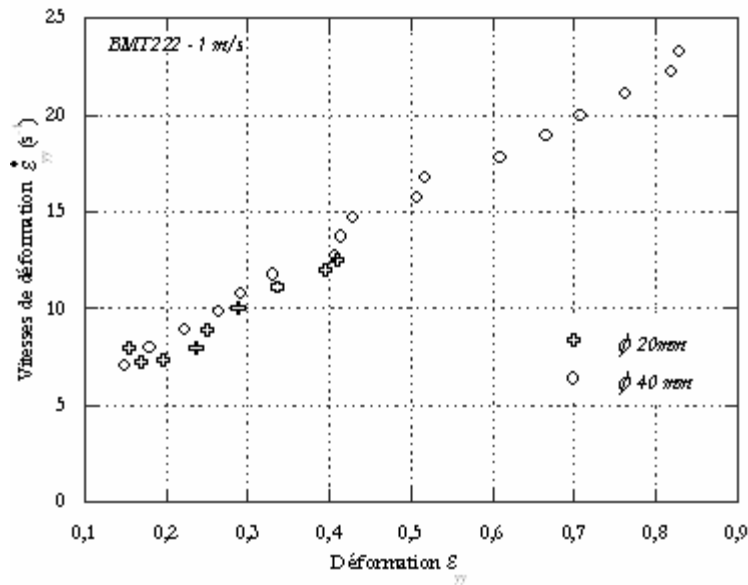


Fig. I-22 Vitesses de déformation du BMT222 sous le poinçon.
Essai à 1 m/s avec les poinçons de diamètres 20 et 40 mm.

I.3.C. IMPACT MULTIAXIAL SUR PLAQUES

L'essai sur pièce-type est un essai de structure car la géométrie a une contribution notable dans la réponse de la pièce. Un compromis entre la reproduction de sollicitations multiaxiales et l'étude du comportement intrinsèque des matériaux est l'essai d'impact multiaxial sur plaque auquel nous dédions ce paragraphe. Cette configuration semble en effet bien adaptée à la reproduction de déformations locales biaxiales sous le percuteur rencontrées sur pièces types.

I.3.C.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Seules les observables force et déplacement sont accessibles. L'exploitation des résultats en terme de grandeurs intrinsèques nécessiterait une modélisation numérique de l'essai. Nous nous limiterons ici à une analyse qualitative des résultats sur la base des grandeurs technologiques et des profils d'éprouvettes.

Le test d'impact consiste à percuter une plaque à l'aide d'un poinçon cylindrique à embout hémisphérique de 20 mm de diamètre (Fig. I-23). Les éprouvettes carrées de dimensions $60 \times 60 \times 3 \text{ mm}^3$ ont été usinées dans les plaques injectées. Chaque éprouvette est encastrée sur toute sa circonférence (libérant un disque de 40 mm de diamètre) et est entraînée à la rencontre du percuteur par le vérin hydraulique. Le percuteur fixe est muni d'un capteur piézo-électrique, la force exercée sur le polymère est alors enregistrée en fonction du déplacement.

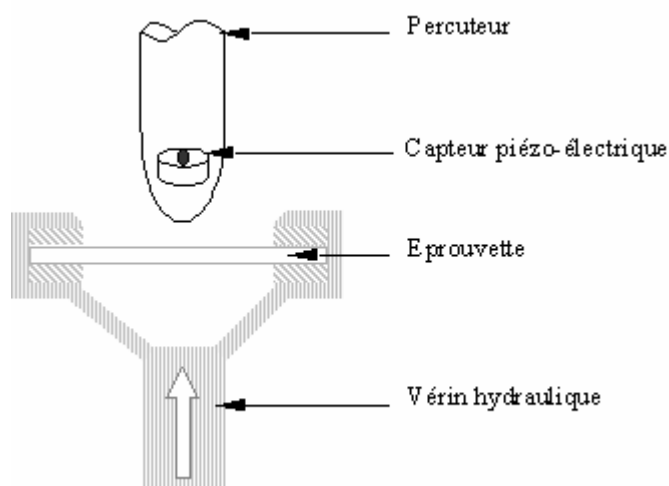


Fig. I-23 Schéma du dispositif expérimental d'impact multiaxial.

Les essais seront conduits à température ambiante et à des vitesses allant de 1 m/s à 10 m/s . Afin d'annuler les effets de frottement entre l'impacteur et la matière, le percuteur a été lubrifié avec une graisse silicone [64-65].

I.3.C.2. REPONSE DES POLYPROPYLENES

Débarassés des effets de frottement grâce à la lubrification, nous pouvons comparer la réponse de nos matériaux. Ils présentent une zone de déformation plastique très localisée (Fig. I-24). La déformation sous le poinçon est toutefois plus importante pour le BA238G9 conduisant à la formation d'un film mince, signe probable d'une plus grande ductilité. Les comportements macroscopiques sont très proches même si une plus grande rigidité (pente initiale) et une plus grande fragilité (rupture plus précoce) du matériau chargé sont visibles (Fig. I-25 et Fig. I-26).

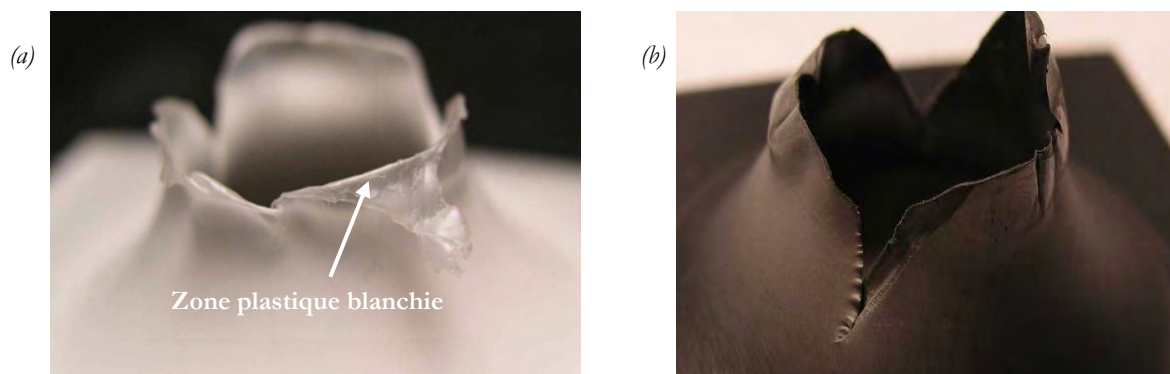


Fig. I-24 Faciès de rupture des échantillons impactés du BA238G9 (a) et du BMT222 (b) à 3 m/s et à température ambiante. Essais à température ambiante. Cas d'un percuteur lubrifié.

Le niveau d'absorption d'énergie (l'aire sous la courbe force-déplacement) du matériau chargé est légèrement plus important à 1 m/s mais cet écart s'estompe à plus hautes vitesses et les valeurs d'énergie absorbée deviennent comparables (Tableau I-3). On devine ici que l'apparente équivalence des deux matériaux peut cacher des processus différents :

- L'absorption d'énergie du BMT222 peut être reliée au rôle renforçant des particules de charge. En effet, la multiplicité des charges induit la multiplication des foyers de dissipation d'énergies en redistribuant localement les contraintes [66-67], entraînant également une déformation sur une zone plus étendue.
- Au sein du polypropylène non chargé, la dissipation d'énergie peut être tributaire du travail plastique.

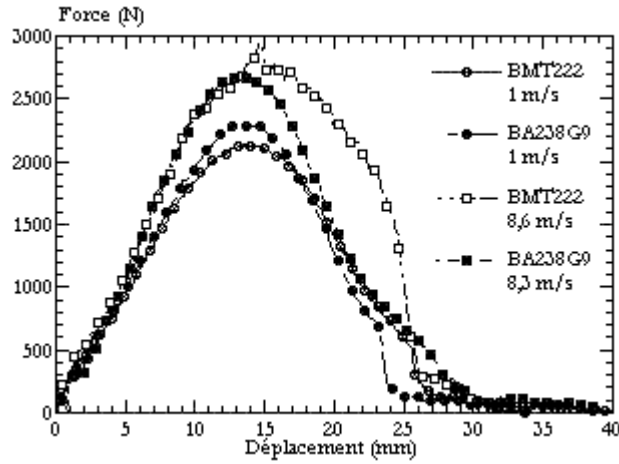


Fig. I-25 Réponses des deux polypropylènes sous sollicitation multiaxiale en impact. Essais à température ambiante. Cas d'un contact lubrifié.

	<i>BA238G9</i>	<i>BMT222</i>
1 m/s	34 kJ	38 kJ
3 m/s	44 kJ	44 kJ
~5 m/s	46 kJ	46 kJ
~6,5 m/s	46 kJ	46 kJ
~8,5 m/s	49 kJ	49 kJ

Tableau I-3 Energie absorbée au cours d'essais d'impact à différentes vitesses pour les deux matériaux de l'étude.

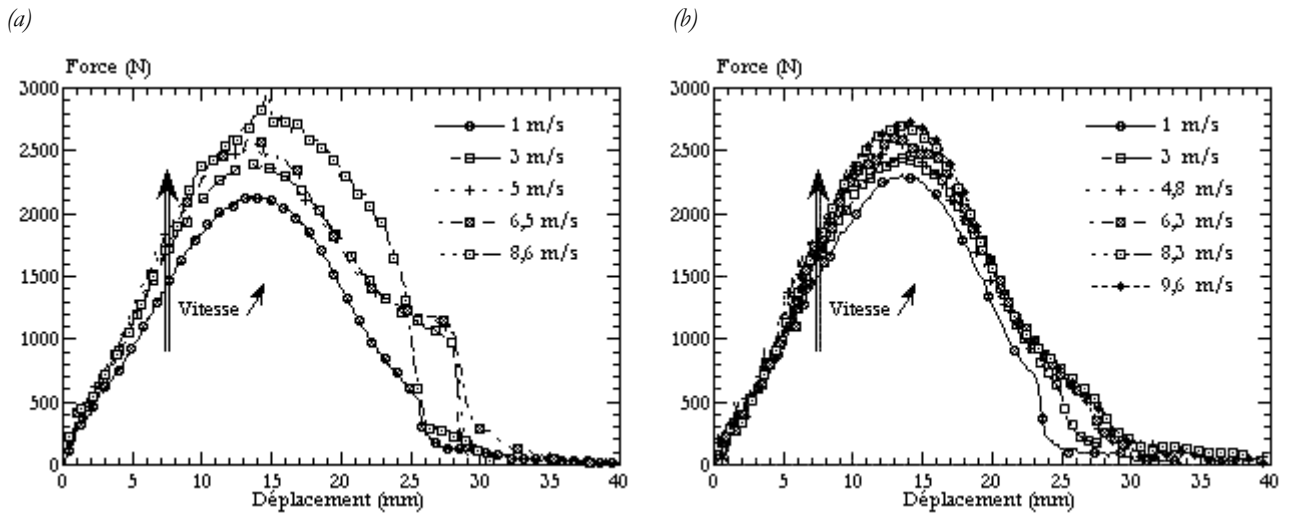


Fig. I-26 Influence de la vitesse sur le comportement du polypropylène BMT222 (a) et du BA238G9 (b). Essais à température ambiante. Cas d'un contact lubrifié.

Pour finir soulignons que ces essais peuvent constituer une base de données de validation future du formalisme et des paramètres de la loi de comportement que nous souhaitons estimer.

I.4. CONCLUSION - CAMPAGNES D'ESSAIS

Les deux polypropylènes de l'étude semblent avoir des matrices assez proches en terme de cristallisation. La phase cristalline est essentiellement une phase α .

La synthèse bibliographique que nous venons de présenter sur des matériaux approchant par leur composition celles des formulations de l'étude invite à la prudence. En effet, la mise en forme par injection de pièces en polypropylène conduit à une microstructure stratifiée hétérogène. Cette particularité, comme plusieurs auteurs le soulignent, a une influence considérable sur le comportement mécanique et la rupture du matériau. Nous allons donc essayer de juger de l'hétérogénéité de nos plaques même si une étude exhaustive n'est pas envisageable dans le cadre du présent travail.

Cette mise en forme peut également induire des effets d'orientations des charges et/ou des cristaux. Il conviendra donc de s'assurer de l'isotropie de nos plaques.

Des déformations plastiques locales peuvent exister. Des autoéchauffements importants peuvent se produire et induire une évolution du comportement de nos matériaux. La dissipation thermique est un paramètre important à prendre en compte.

Différents modes de déformation peuvent se développer au sein d'un polymère sous sollicitation et certains sont susceptibles d'entraîner une variation de volume. Les phénomènes de cavitation peuvent ainsi se révéler importants à l'identification du comportement intrinsèque des matériaux.

L'analyse du comportement de nos matériaux au plus proche de leur application en tant qu'éléments de l'habitacle nous oriente vers l'exploration d'une large gamme de vitesses pour des chargements les plus variés possibles. Ainsi, nous ne négligerons aucune contribution mécanique à la tenue à l'impact

Le protocole expérimental va donc comporter :

- L'analyse dynamique mécanique, qui permet de souligner la nature du comportement de nos matériaux dans le domaine des petites déformations. Elle autorisera, de plus, de juger de la sensibilité du comportement à la vitesse de sollicitation et à la température ainsi que de l'hétérogénéité et de l'anisotropie des plaques.
- La traction uni axiale à basses et moyennes vitesses, qui permet d'étudier le comportement du polymère à partir des grandeurs mécaniques intrinsèques pour les faibles et moyennes vitesses de déformation.
- La traction uniaxiale à grandes vitesses, qui est imposée par la volonté de reproduire les vitesses de sollicitation représentatives de l'application industrielle tout en bénéficiant de la richesse des informations accessibles au protocole de traction.
- La traction sur éprouvettes entaillées, qui allie la triaxialité de la sollicitation en pointe d'entaille à l'instrumentation riche du dispositif de traction.
- La traction cyclée, qui autorise la mesure d'une variable macroscopique d'endommagement des matériaux. Cette variable résume à elle seule l'évolution de l'endommagement cavitationnel dans nos polymères.
- La compression simple entre tas plats.
- Le cisaillement simple, qui permet, avec la compression, de diversifier les sollicitations simples appliquées au matériau et de guider le choix du critère de plasticité.

Références bibliographiques du chapitre I

- [1] Wunderlich B. ; *Macromolecular Physics vol.1* , Crystal structure, Academic press New York and London, 1973.
- [2] Natta, G., Corradini, P. ; *Nuovo Cimento*, suppl. **15** (1960) 40.
- [3] Cheng S.Z.D., Janimak J.J., Rodriguez J. ; "*Crystalline structures of polypropylene homo- and copolymers*", In : *Polypropylene : Structure and morphology*, 1^{ère} édition, Chapman & Hall, 1995.
- [4] Varga J. ; *J. Mat. Sci.* **27** (1992) 2557.
- [5] Cailleau P. ; "*Effets thermiques et dommage mécanique au cours de la fatigue du polypropylène*", thèse de doctorat de l'université de Poitiers, 1996.
- [6] Karger-Kocsis J. ; *Polypropylene : Structure, blends and composites*, Vol. 1, 1^{er} édition, Chapman & Hall, 1995.
- [7] Keith H.D., Padden Jr F.J., Walker N.M., Wyckoff H.W. ; *Appl. Phys.* **30** (1959) 1485.
- [8] Gomez M.A., Tanaka H., Tonelli A.E. ; *Polymer* **28** (1987) 2227.
- [9] Lotz B., Kopp S., Dorset D. ; *C.R. Acad. Sci. Paris* **319 II** (1994) 187.
- [10] Dorset D., Mc Court M.P., Kopp S., Schumacher M., Okihara T., Lotz B. ; *Polymer* **39** N°25 (1998) 6331-6337.
- [11] Meille S.V., Ferro D.R., Brückner S., Lovinger A.J., Padden F.J. ; *Macromolecules* **27** (1994) 2615.
- [12] Labour T., Gauthier C., Séguéla R., Vigier G., Bomal Y., Orange G. ; *Polymer* **42** (2001) 7127-7135.
- [13] Tordjeman Ph., Robert Ch., Gerard P. ; "*The mechanical properties of α , β polypropylene*", Matériaux 2002, Tours- France, 21-25 octobre 2002.
- [14] O'Kane W.J., Young R.J., Ryan A.J. ; *J. Macromol. Sci.-Phys.* **B-34** (1995) 427-458.
- [15] G'Sell C., Dahoun A., Favier V., Hiver J.M., Philippe M.J., Canova G.R. ; *Polym. Engng. Sci.* **37** (1997) 1702-1711.
- [16] Meille S.V., Brückner S., Porzio W. ; *Macromolecules* **23** (1990) 4114.
- [17] Foresta T., Piccarolo S., Goldbeck-Wood G. ; *Polymer* **42** (2001) 1167-1176.
- [18] Haudin J.M., Navard P. ; "*Physique des polymères*", Centre de mise en forme des matériaux - Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [19] Monasse B. , Thèse de doctorat de l'université de Lyon, 1987.
- [20] Olley R.H., Bassett D.C. ; *Polymer* **30** (1989) 399-409.
- [21] Bassett D.C., Olley R.H. ; *Polymer* **25** (1984) 935-943.

-
- [22] Porcier-Denard S. ; "*Relations entre les paramètres d'injection, la structure et les propriétés mécaniques d'un polyéthylène haute densité. Influence d'un comptabilisant sur la morphologie et les propriétés mécaniques de mélanges injectés PEHD/PA6*", thèse de doctorat de l'École des Mines de Paris, 1994.
- [23] Agassant J.F., Avenas P., Sergent J.Ph, Vergnes B., Vincent M. ; "*La mise en forme des matières plastiques* ", 3^{ème} édition, Lavoisier TEC & DOC, Paris, 1996.
- [24] Duplay C. ; "*Influence de la structure moléculaire sur la cinétique de cristallisation de polypropylènes en écoulement de cisaillement*", thèse de doctorat de l'École des Mines de Paris, 2001.
- [25] Keller A., Machin M.J. ; J. Macromol. Sci.-Phys. **B-1 1** (1967) p41.
- [26] Penning A.J., Van der Mark J.M.S.S., Booji H.C. ; Kolloid Z.u.Z. Polymere **236** (1970) p99.
- [27] Lovinger A.J., Gryte C.C. ; J. Appl. Phys. **47** (1976) p1999.
- [28] Fitchum D.R., Newman S. ; J. Polym. Sci. Part A-2, **8** (1970) p1545.
- [29] Kantz M.R., Newman H.D., Stigale F.H. ; J. Appl. Polym. Sci. **16** (1972) p1249.
- [30] Menges G., Wübken G., Horn B. ; Colloid and Polymer Sci. **254** (1976) p267.
- [31] Jay F. ; "*Etude de la cristallisation de polypropylènes en écoulement – Application à la modélisation du procédé d'extrusion de film à plat – Propriétés mécaniques résultantes*", thèse de doctorat de l'École des Mines de Paris, 1996.
- [32] Viana J.C., Cunha A.M., Billon N. ; "*Strain rate dependance of the tensile properties of injection moulded polypropylene-ethylene copolymer for different processing conditions*", 10th Int. Conf. on Deformation, Yield and Fracture of Polymers, Cambridge - UK, 1997, 320-323.
- [33] Viana J.C., Cunha A.M., Billon N. ; Polymer **43** (2002) 4185-4196.
- [34] Aurrekoetxea J., Sarrionandia M.A., Urruibeascoa I., Maspoch M.Ll. ; Polymer **44** (2003) 6959-6964.
- [35] Naudin C.A. et Clozza C. ; "*Techniques de l'ingénieur*", **A 3 220**, 1-11.
- [36] Galeski A. ; Prog. Polym. Sci. **28** (2003) 1643-1699.
- [37] Velasco J.I., Morhain C., Martinez A.B., Rodriguez-Perez M.A., De Saja J.A. ; Polymer **43** (2002) 6805-6811.
- [38] Zipper P., Chernev B., Schnetzinger K., Lederer K. ; "*Comparative studies on polypropylene compounds with graphite, talc and magnesium hydroxide*", Polymer Processing Society PPS 18, Guimarães - Portugal, 16-20 juin 2002.
- [39] Choi W.J., Kim S.C. ; Polymer **45** (2004) 2393-2401.
- [40] Choi W.J., Kim S.C. ; Polymer **45** (2004) 2393-2401.
- [41] Naiki M., Fukui Y., Matsumura T., Nomura T., Matsuda M. ; J. Appl. Polym. Sci. **79** (2001) 1693-1703.
- [42] Díez-Gutiérrez S., Rodríguez-Pérez M.A., De Saja J.A., Velasco J.I. ; Polymer **40** (1999) 5345-5353.
- [43] Mucha M., Marszałek J., Fidrych A. ; Polymer **41** (2000) 4137-4142.
- [44] Galeski A. ; Prog. Polym. Sci. **28** (2003) 1643-1699.

- [45] Argon A.S., Cohen R.E. ; Polymer **44** (2003) 6013-6032.
- [46] Thio Y.S., Argon A.S., Cohen R.E., Weinberg M. ; Polymer **43** (2002) 3661-3674.
- [47] Fekete E., Molnár Sz., Kim G.-M., Michler G.H., Pukánszky B. ; J. Macromol. Sci.-Phys. **B-38 5&6** (1999) 885-889.
- [48] Li Y., Fang Q.F., Yi Z.G., Zheng K. ; Mat. Sci. Engng. **A 370** (2004) 268-272.
- [49] Zebarjad S.M., Bagheri R., Seyed Reihani S.M., Forunchi M. ; J. Appl. Polym. Sci. **87** (2003) 2171-2176.
- [50] Spingler G. ; "*Caractérisation des matériaux pour la sécurité passive secondaire*", thèse de doctorat de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, 2001.
- [51] Drozdov A.D., Agarwal S., Gupta R.K.; Computational Materials Science **29** (2004) 195-213.
- [52] Castagnet S. ; "*Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux*", Thèse de doctorat de l'université de Poitiers, 1998.
- [53] Haudin J.M., G'Sell C. ; "*Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semi cristallins*", In : *Introduction à la mécanique des polymères*, 1^{ère} édition, G'Sell, C. et Haudin, J.M., France, 1995, p.251-273.
- [54] Coulon G.,Castelain G., G'Sell C.; Polymer **40** (1998) 95-110.
- [55] Kinloch A.J., Young R.J. ; "*Fracture behavior of polymers*", 5^e ed., London : Chapman & Hall, 1995, 491 p.
- [56] Schirrer R.; "*Les craquelures dans les polymères*", In : *Introduction à la mécanique des polymères*, 1^{ère} édition, G'Sell, C. et Haudin, J.M., France, 1995, p.395-404.
- [57] Dijkstra P.T.S., Van Dijk D.J., Huétink J. ; "*Morphological study of strained polypropylene*", Polymer Processing Society PPS 18, Guimãres - Portugal, 16-20 juin 2002.
- [58] Zok F., Shinozaki D.M. ; Journal of Materials Science **22** (1987) 3995-4001.
- [59] Thio Y.S., Argon A.S., Cohen R.E., Weinberg M. ; Polymer **43** (2002) 3661-3674.
- [60] Zebarjad S.M., Lazzeri A., Bagheri R., Seyed Reihani S.M., Forunchi M. ; Materials Letters **57** (2003) 2733-2741.
- [61] Galeski A. ; Prog. Polym. Sci. **28** (2003) 1643-1699.
- [62] Argon A.S., Cohen R.E. ; Polymer **44** (2003) 6013-6032.
- [63] Spingler G. ; "*Caractérisation des matériaux pour la sécurité passive secondaire*", thèse de doctorat de l'Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis, 2001.
- [64] Billon N.; "*Comportement des polymères à grande vitesse, application au choc*", In : *La mise en forme des matériaux*, 1^{ère} édition, Ecole des Mines de Paris, France, 1996.
- [65] Billon N., Haudin J.M. ; "*Thermomechanical modelling of multiaxial impact test in polymers*" In : *Numerical methods in industrial forming processes*, Rotterdam : Chenot, Wood & Zienkiewicz, 1992.
- [66] Galeski A. ; Prog. Polym. Sci. **28** (2003) 1643-1699.

[67] Argon A.S., Cohen R.E. ; Polymer **44** (2003) 6013-6032.

Chapitre II

Comportement viscoélastique en petites déformations

L'analyse dynamique mécanique permet d'illustrer les évolutions du comportement viscoélastique en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation. Ces essais sont reproduits en différents lieux des plaques injectées pour leur simplicité de mise en œuvre. Ils constituent ainsi une première étude de l'hétérogénéité de nos matériaux. Ces résultats nous autoriseront un choix raisonné des zones de prélèvement de nos éprouvettes pour les essais mécaniques en grandes déformations.

II.1. INTRODUCTION

L'analyse des propriétés viscoélastiques permet de caractériser les phénomènes de relaxation et donc les transitions qui leur sont associées en fonction des températures et des vitesses de déformation.

Une analyse en fréquence donne une première illustration de la sensibilité du comportement à la vitesse de sollicitation des deux polypropylènes auxquels nous nous intéressons. Par ailleurs, le prélèvement des éprouvettes à diverses zones des plaques injectées nous permet d'apprécier l'influence potentielle de la mise en œuvre sur le comportement des polymères.

II.2. ELEMENTS SUR LES RELAXATIONS DU POLYPROPYLENE

Trois processus de relaxation ont été rapportés dans le cas du polypropylène : γ , g (ou α) associée à la transition vitreuse et α' , par ordre croissant des températures [1,2,3]. La première relaxation γ située entre -80 et -100°C est rarement commentée dans la littérature [4,5]. Elle est très souvent attribuée aux mouvements locaux plus ou moins confinés dans l'amorphe libre [6], précurseurs de la transition principale T_α (variant entre -20 et 10°C en fonction du taux de copolymérisation). $T_{\alpha'}$ (comprise entre 50 et 110°C) serait quant à elle tributaire de mouvements de l'amorphe lié (i.e. contraint par le cristal proche) et/ou de relaxations dans le cristal lui-même, voire à des processus de pré-fusion [7].

Li et al. [7] observent que la relaxation principale peut être déplacée à 17°C (soit 290°K) si le polymère est chargé (Fig. II-1). Ils suggèrent que les particules de charges jouent le rôle β -nucléant et favorisent ainsi la formation de nombreuses cristallites β , ce qui tendrait à déplacer la transition vitreuse vers les températures hautes.

Par ailleurs, Joseph et al. [8] rapportent des résultats de Howard et al. et Droste et al. qui semblent indiquer que la mobilité des chaînes macromoléculaires est réduite au voisinage des charges ce qui induirait aussi une augmentation de la température de relaxation principale. L'incorporation d'une phase PEHD/EPR dans un polypropylène [9] pourrait aussi induire le même phénomène.

Ces conclusions ne font pas l'unanimité dans la communauté scientifique. Díez-Gutiérrez et al. [10], suite à une analyse mécanique dynamique en flexion, concluent, quant à eux, à une diminution de la température de relaxation principale T_α avec le taux de talc dans un polypropylène. Ils postulent que l'effet nucléant du talc, accélère la cinétique de cristallisation emprisonnant ainsi une phase amorphe plus mobile (T_α plus faible).

Par ailleurs, López-Manchado et al. [2] observent que l'incorporation de fibres courtes ($20m\%$), contribue à faire baisser la température de transition vitreuse et à augmenter la valeur du module de perte G'' d'un polypropylène. Les auteurs voient en ces observations la manifestation de mécanismes dissipatifs aux interfaces fibres/matrice favorisés par les traitements de surface des charges visant à améliorer l'adhésion.

Cette brève revue bibliographique souligne que l'adjonction de charges peut modifier les phénomènes de relaxation des polypropylènes. Par contre, les effets résulteraient de la compétition entre plusieurs processus :

- Une diminution de la mobilité des chaînes à proximité des charges dont la conséquence serait une augmentation de la valeur de température de transition vitreuse ;
- Une formation de cristaux β ou autre autour des charges induirait également l'accroissement de la valeur de température de transition vitreuse ;
- Une cristallisation plus rapide, i.e. à plus haute température, conduirait à une phase amorphe plus mobile et donc à la diminution de la température de transition vitreuse.
- Des effets interfaciaux dissipatifs concourraient à faire baisser la température de transition vitreuse.

Devant la multiplicité des phénomènes, il paraît nécessaire d'analyser spécifiquement nos matériaux pour juger de l'effet des charges.

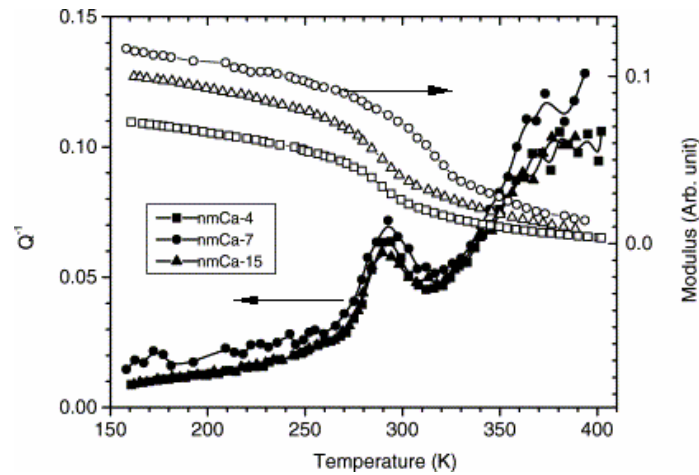


Fig. II-1 Réponse d'un polypropylène chargé de carbonate de calcium à raison de : 4 m% (nmCa-4), 7 m% (nmCa-7) et 15 m% (nmCa-15), à une torsion dynamique à 2 rd/s selon Li et al. [7]. Evolutions du module élastique (échelle normalisée) et du frottement interne Q^{-1} (relié à la tangente de l'angle de perte).

II.3. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

II.3.A. TECHNIQUE UTILISEE

Nous caractérisons les relaxations propres à nos polymères par analyse dynamique mécanique en torsion (DMA). Nous utilisons pour cela un rhéomètre Rheometrics RMS 800. L'échantillon subit une torsion de faible amplitude (0,04% dans notre cas) pour rester dans le domaine des déformations viscoélastiques linéaires. L'enregistrement des composantes du couple en phase et en quadrature avec la déformation donne accès aux modules élastique en cisaillement G' et visqueux G'' , respectivement. L'essai est mené à plusieurs températures pour différentes pulsations ω .

L'angle de perte δ exprime le déphasage entre la réponse de l'échantillon et la sollicitation imposée. Il est défini comme étant le rapport des modules visqueux et élastique (équation [II-1]).

$$\tan(\delta) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad [\text{II-1}]$$

Nous nous intéressons aux propriétés au choc des polymères à température ambiante. Nous allons donc étudier leur comportement sur une large gamme de vitesses. Notre dispositif DMA nous autorise une fenêtre de [1 - 100 rd/s]. Pour élargir la gamme de vitesse virtuellement, nous réaliserons des essais à froid (jusqu'à -40 °C), et donc équivalents à des hautes vitesses, profitant de l'équivalence temps- températures dans nos polymères.

Nous envisageons d'étudier le comportement en grandes déformations de nos polymères dans la suite du travail. Or, la déformation plastique combinée à la faible conductivité thermique des polymères peut conduire à grande vitesse de déformation à des autoéchauffements importants [11], qui peuvent induire à leur tour une évolution du comportement mécanique du matériau [12]. Nous élargirons donc notre gamme de mesures DMA au-delà de 20 °C.

La plage de température choisie est finalement [-40,120°C], pour une vitesse de chauffage de 1°C/min (suffisamment faible pour autoriser une relaxation progressive du matériau pendant le balayage en température). Ainsi, l'influence de la vitesse de sollicitation et la dépendance à la température peuvent être soulignées. Toutefois, un important phénomène de flambement survient lors des essais sur le matériau non chargé BA238G9, rendant incertaine l'exploitation des résultats pour des températures supérieures à 80°C.

Les essais sont conduits sur des éprouvettes parallélépipédiques de longueur 60 mm et de largeur $12,7\text{ mm}$ dans les plaques présentées au chapitre I.

Pour définir les zones et les protocoles de prélèvements, les effets d'hétérogénéité et d'anisotropie des plaques injectées sont étudiés sur le BMT222. A priori, et compte tenu de la littérature, il s'agit là du matériau le plus susceptible de voir se développer une hétérogénéité microstructurale car chargé.

Trois zones arbitraires sont définies pour appréhender l'hétérogénéité des pièces -I, II et III- respectivement proche du seuil d'injection au milieu et en fin de plaque (Fig. II-2). L'anisotropie du comportement viscoélastique est estimée en prélevant les éprouvettes dans la zone II parallèlement ou perpendiculairement au sens d'injection.

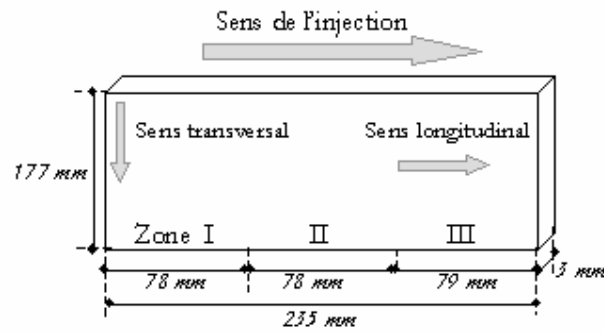


Fig. II-2 Définition du protocole expérimental de DMA.

II.3.B. CHOIX D'UNE ZONE DE PRELEVEMENT

Les effets d'orientation existent mais restent faibles dans la gamme de mesure. L'écart entre les modules longitudinaux et transverses (Fig. II-3) est de l'ordre de 20% à basse température et devient négligeable au dessus de 20°C . La position des transitions ne semble pas dépendre du sens de prélèvement compte tenu de la précision de la mesure (Fig. II-4).

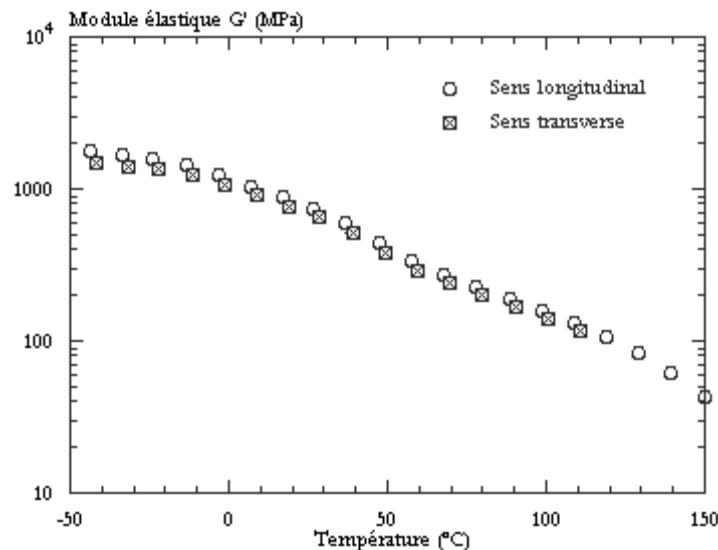


Fig. II-3 Sensibilité du comportement viscoélastique du BMT222 à l'effet d'orientation pour une pulsation de 1 rd/s et une vitesse de chauffage de 1°C/min .

Pour faible que soit l'effet d'orientation, il convient de rester prudent pour deux raisons :

- Les mécanismes conduisant à la déformation viscoélastique linéaire peuvent être différents en nature ou en intensité de ceux impliqués dans la déformation plastique et la rupture. Ces derniers pourraient être plus sensibles à l'orientation ;
- L'équivalence temps/température n'exclut pas qu'à haute vitesse la différence observée ici à froid puisse exister à 20°C.

Nos résultats ne justifient donc pas une étude exhaustive de l'anisotropie, mais nous prendrons soin de réaliser des essais supplémentaires en grandes déformations pour juger de l'importance des hypothèses isotropes sur le comportement global de nos polymères.

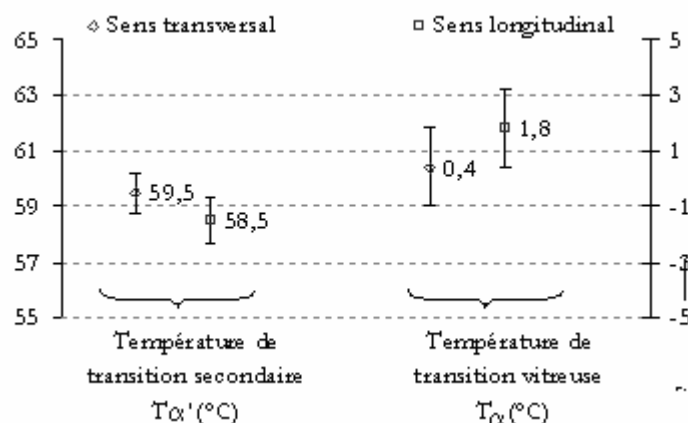


Fig. II-4 Sensibilité des températures de transition de relaxation principale et secondaire du BMT222 à l'effet d'orientation pour une pulsation de 1 rd/s et une vitesse de chauffage de 1°C/min.

L'effet de la zone de prélèvement est quant à lui plus marqué (Fig. II-5). Toutefois seule la zone I, proche du seuil d'injection, est particulière. La différence entre les propriétés mécaniques des zones II et III n'étant pas perceptible. Il est possible que la zone I puisse correspondre à la zone d'établissement de l'écoulement [13].

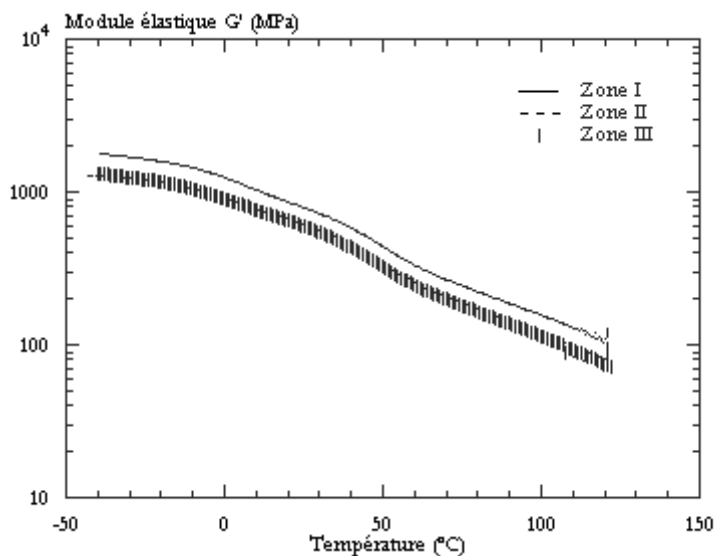


Fig. II-5 Sensibilité du module élastique du BMT222 à la zone de prélèvement pour une pulsation de 1 rd/s et une vitesse de chauffage de 1°C/min. Eprouvettes usinées dans le sens longitudinal.

Dans la suite de ce travail, nous nous limiterons à la caractérisation mécanique à partir d'éprouvettes prélevées dans les zones II et III, zones où le comportement mécanique semble homogène. Une étude plus exhaustive des effets de transformation n'est pas envisageable dans le cadre de ce travail.

Enfin, pour juger de l'homogénéité en épaisseur, quatre types d'éprouvettes (Fig. II-6) ont été utilisés :

- Des éprouvettes ayant l'épaisseur de la plaque (3 mm) ;
- Des éprouvettes représentatives majoritairement du cœur (épaisseur 1 mm usinées sur les deux faces pour éliminer les peaux) ;
- Des éprouvettes usinées sur une seule face sur une profondeur de 1 mm qui seront représentatives du cœur et d'une des peaux alternativement (épaisseur 2 mm).

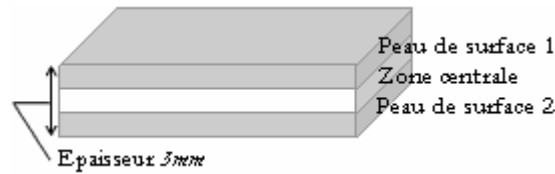


Fig. II-6 Fractionnement de l'épaisseur de la plaque.

Ces épaisseurs ont été choisies de manière arbitraire. Une approche rigoureuse aurait nécessité des observations microstructurales qui, compte tenu des formulations de nos polymères, restent difficiles. Nos résultats serviront donc à juger qualitativement de l'intérêt d'une prise en compte spécifique de cette microstructure stratifiée au vu de la précision des mesures.

L'évolution du module élastique (Fig. II-7) démontre qu'un gradient des propriétés viscoélastiques existe dans l'épaisseur : le module de la plaque semble essentiellement contrôlé par le module du matériau de cœur et les deux zones de peau ne sont pas identiques mais toujours moins rigides que le cœur.

Ces conclusions rappellent les travaux de Rémond et Védrines [14] portant sur une structure injectée en polyamide 66 (PA66) non chargé ou chargé de fibres de verre courtes. Ils suggèrent, à l'issue d'analyse inverse d'essais de vibration, que le module élastique est inférieur dans les couches superficielles de la pièce pour toutes les conditions de mise en forme testées.

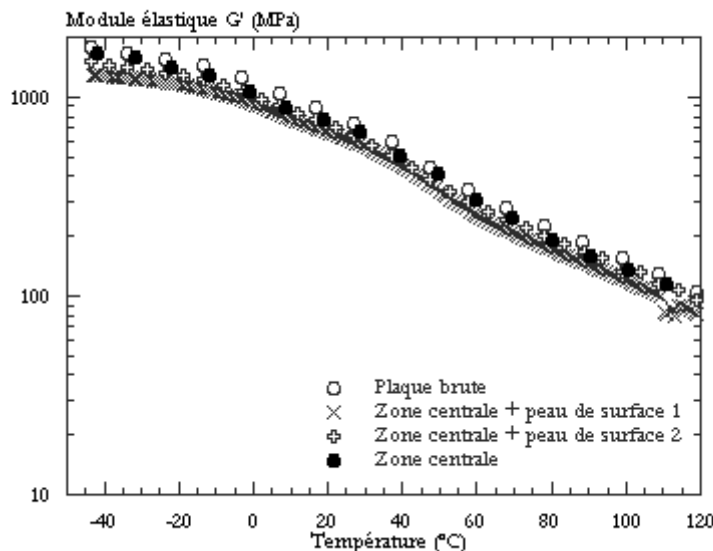


Fig. II-7 Sensibilité du module élastique du BMT222 à la zone de prélèvement dans l'épaisseur de la plaque pour une pulsation de 1 rd/s et une vitesse de chauffage de 1°C/min. Eprouvettes usinées dans le sens longitudinal.

Si la différence cœur/peau provenait d'une orientation de la peau, on pourrait s'attendre à un module de peau supérieur au module de cœur. Cette baisse du module élastique des peaux pourrait dès lors être imputable à une cristallinité plus faible. La différence entre les deux peaux pourrait, quant à elle, provenir d'un déséquilibre thermique entre les deux parties du moule.

Nous poursuivrons donc nos essais sur des prélèvements dans les zones II et III, majoritairement dans le sens longitudinal (avec quelques vérifications transverses) en englobant la totalité de l'épaisseur. Nos analyses devront toutefois être menées en gardant à l'esprit que les polymères de l'étude ne sont pas homogènes.

II.4. REPONSE DES POLYPROPYLENES

II.4.A. SENSIBILITE A LA TEMPERATURE

Un résultat représentatif du comportement de chacun des deux matériaux à une fréquence de 1 rd/s est présenté Fig. II-8. Dans la gamme considérée, le matériau présente deux transitions β (ou α) et α' .

La température de relaxation principale T_g varie entre -1 et $+3,5$ °C pour le polypropylène chargé selon la zone de prélèvement de l'échantillon et prend la valeur $1,8$ °C pour un échantillon prélevé à la zone II. Dans ces mêmes conditions, la température de transition est de 0 °C dans le cas du polypropylène non chargé.

La température de transition secondaire, $T_{\alpha'}$, varie quant à elle entre 58 et 60 °C pour le polypropylène renforcé BMT222 et est d'environ 60 °C pour BA238G9.

Les deux polymères sont donc peu différents en terme de températures de transitions. Par contre, le polymère chargé présente un module élastique supérieur au polymère non chargé ce qui est cohérent avec d'autres résultats de la littérature [7-15] et la présence de charges.

Plus important dans le cadre de notre étude est la chute du module élastique de chacun des matériaux de près de 50 % de sa valeur entre 20 et 50 °C (Fig. II-9 et Fig. II-10). La température s'avère donc un paramètre déterminant quant au comportement mécanique du matériau.

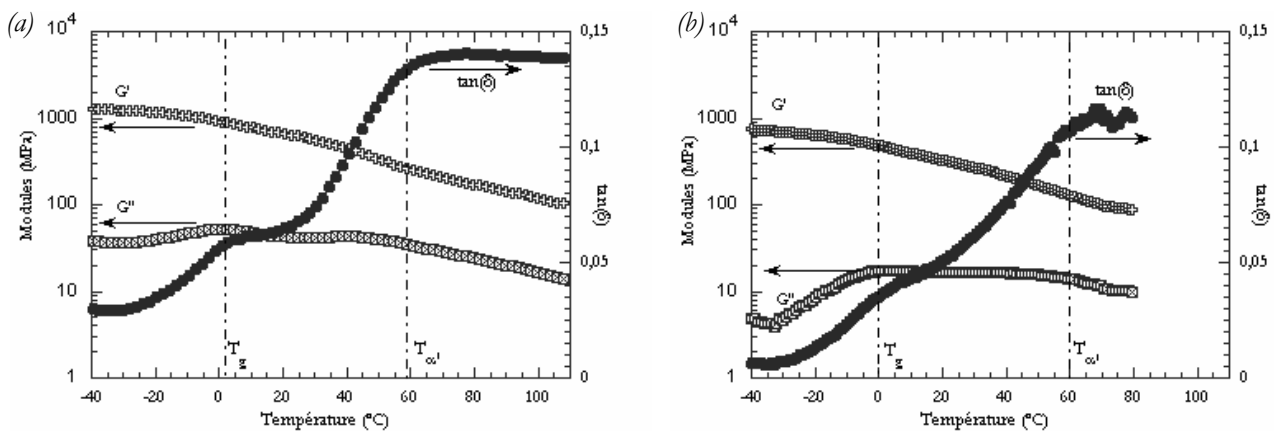


Fig. II-8 Réponses viscoélastiques en torsion du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) pour une pulsation de 1 rd/s et une vitesse de chauffage de $1^\circ\text{C}/\text{min}$. Evolution du module élastique G' , de perte G'' et de $\tan(\delta)$.

Enfin, le module visqueux du BA238G9 semble plus faible que celui du BMT222, particulièrement en dessous de 0 °C, laissant supposer que le caractère viscoélastique est un peu moins marqué pour celui-ci à moins que l'on retrouve ici pour BMT222 les effets dissipatifs autour des charges cités plus haut [2]. Ces faits pourront se répercuter sur le comportement des matériaux en grandes déformations.

II.4.B. SENSIBILITE A LA FREQUENCE

Pour décrire la dépendance du comportement de nos matériaux à la vitesse de sollicitation, les analyses dynamiques mécaniques ont été menées sur une plage de pulsations allant de 1 à 100 rd/s . Les mesures de modules élastiques conduites dans cette plage sont portées Fig. II-9 et Fig. II-10.

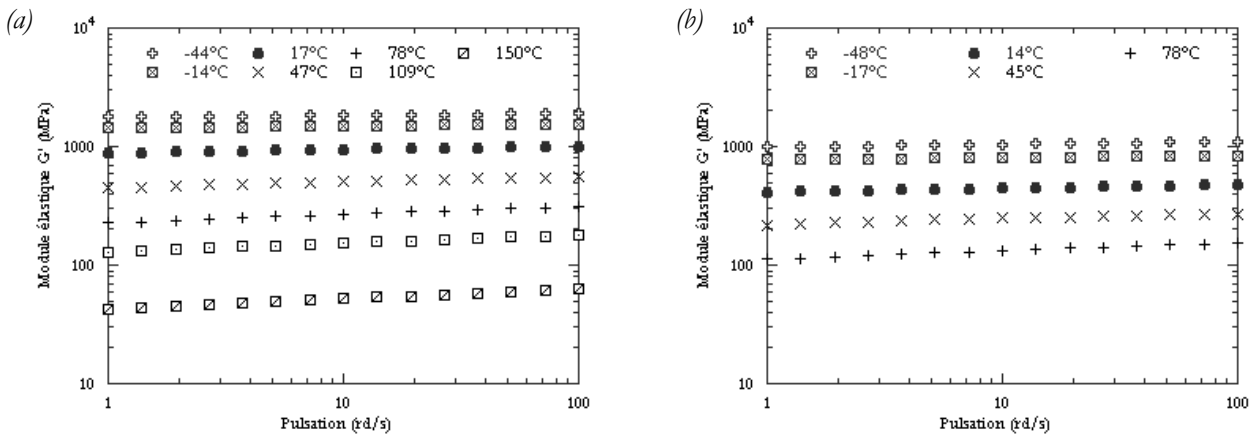


Fig. II-9 Sensibilité du module élastique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) à la pulsation de la sollicitation pour une vitesse de chauffage de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Eprouvettes usinées dans le sens longitudinal.

Le module élastique en torsion du polypropylène non chargé est peu sensible à la vitesse de sollicitation aux basses températures (en dessous de 0°C). Pour des températures plus élevées, il augmente avec la fréquence de sollicitation. L'incorporation des charges dans le BMT222 masque ou inhibe la sensibilité à la fréquence, qui ne devient notable qu'au delà de 20°C . Cette dépendance se traduit également par un déplacement de la température de relaxation principale vers les températures hautes (Fig. II-11).

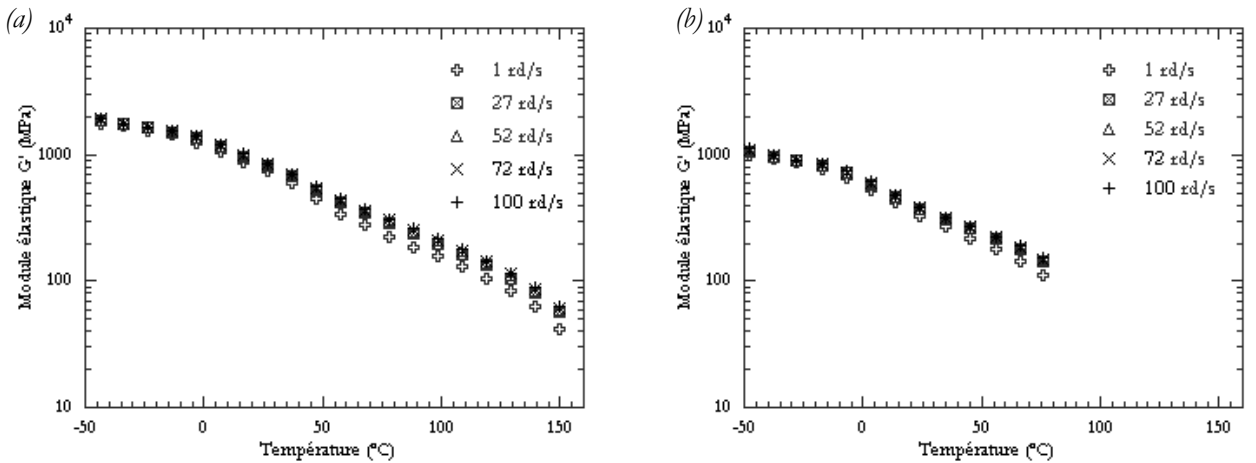


Fig. II-10 Sensibilité du module élastique à la température du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) pour une plage de pulsation de 1 et 100 rd/s et une vitesse de chauffage de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Eprouvettes usinées dans le sens longitudinal.

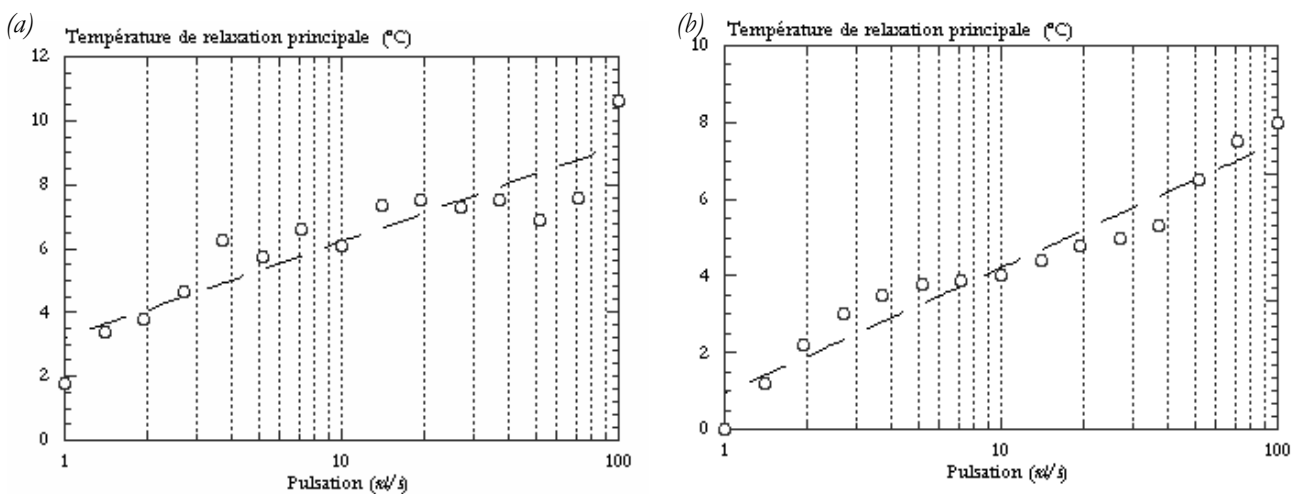


Fig. II-11 Variation de la transition principale du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) en fonction de la pulsation. \circ : Points expérimentaux. — : Interpolation linéaire.

La dépendance de la réponse viscoélastique de nos matériaux à la fréquence et leur dépendance à la température sont en réalité indissociables. Ainsi une sollicitation à hautes fréquences est équivalente à une sollicitation à basses températures selon le principe d'équivalence temps-température. Elles conduisent à une augmentation du module élastique.

II.5. CONCLUSION

Les deux polypropylènes présentent un comportement de type viscoélastique même si la contribution visqueuse reste faible sur toute la gamme de température explorée. Ils semblent équivalents si ce n'est en terme de niveaux de modules, plus élevés pour le matériau chargé.

Les modules élastiques des deux matériaux chutent considérablement sur une plage de 30°C à partir de la température ambiante, attestant l'importance du couplage thermomécanique pour une bonne compréhension du comportement de nos deux polypropylènes.

La sensibilité à la fréquence de sollicitation semble être plus faible pour le matériau chargé. Toutefois, il reste possible que cette sensibilité se trouve exacerbée en grandes déformations par l'occurrence de mécanismes de déformation différents.

Les analyses conduites sur des éprouvettes usinées dans différentes zones des plaques nous ont permis de conclure quant à l'hétérogénéité des propriétés mécaniques aux faibles déformations du matériau chargé. Ainsi, le comportement viscoélastique linéaire de nos polymères peut être sensible aux conditions thermomécaniques de son écoulement dans le moule.

Dans la suite du travail et faute d'une analyse exhaustive, nous prélèverons toutes nos éprouvettes dans la même zone (II) de la plaque et dans une même direction (longitudinale).

Références bibliographiques du chapitre II

- [1] Monasse B., Haudin J.M. ; "*Molecular structure of polypropylene homo- and copolymers*", In : *Polypropylene : Structure and morphology*, 1^{ère} édition, Chapman & Hall, 1995.
- [2] López-Manchado M.A., Arroyo M. ; *Polymer* **41** (2000) 7761-7767.
- [3] Drozdov A.D., Agarwal S., Gupta R.K.; *Computational Materials Science* **29** (2004) 195-213.
- [4] Drozdov A.D., Christiansen J.deC. ; *Polymer* **43** (2002) 4745-4761.
- [5] Seguela R., Staniek E., Escaig B., Fillon B. ; *J. Appl. Polym. Sci.* **71** (1999) 1873-1885.
- [6] Fond C., G'Sell C. ; *Mécanique & Industries* **3** (2002) 431-438.
- [7] Li Y., Fang Q.F., Yi Z.G., Zheng K. ; *Mat. Sci. Engng.* **A 370** (2004) 268-272.
- [8] Joseph P.V., Mathew G., Groeninckx G., Thomas S. ; *Composites* **A34** (2003) 275-290.
- [9] Porzucek K., Coulon G., Lefebvre J.M., Escaig B. ; *Journal of Materials Science* **24** (1989) 2533-2540.
- [10] Díez-Gutiérrez S., Rodríguez-Pérez M.A., De Saja J.A., Velasco J.I. ; *Polymer* **40** (1999) 5345-5353.
- [11] Li Z., Lambros J., *International Journal of solids and structures* **38** (2001) p.3549-3562.
- [12] Rittel D. ; *Mechanics of Materials* **32** (2000) p.131-147.
- [13] Porcier-Denard, S. ; "*Relations entre les paramètres d'injection, la structure et les propriétés mécaniques d'un polyéthylène haute densité. Influence d'un compatibilisant sur la morphologie et les propriétés mécaniques de mélanges injectés PET haute densité/polyamide 6*", Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris,1994.
- [14] Rémond Y., Védrines M. ; *Polymer Testing* **23** (2004) 267-274.
- [15] Gloaguen J.M., Lefebvre J.M. ; *Polymer* **42** (2001) 5841-5847.

Chapitre III

Comportement thermo - mécanique en grandes déformations

La compréhension du comportement de nos polypropylènes paraît difficile si les sollicitations complexes représentatives de l'application visée ne sont pas complétées par une analyse mécanique de leurs réponses à des sollicitations plus simples, mais mieux contrôlées et plus instrumentées.

Par la simplicité du mode de chargement en traction monotone et la possibilité d'une instrumentation riche, cette technique autorise une analyse poussée du comportement intrinsèque sur une large gamme de vitesses de sollicitation. Ainsi, ces essais permettront de mettre en évidence les propriétés mécaniques déterminantes de nos polymères qui guideront le choix du cadre théorique de loi de comportement adéquat. En vue de l'application souhaitée, ces conclusions seront croisées avec les résultats de chargement de cisaillement et de compression pour ne négliger aucun processus se développant dans le matériau sous sollicitation triaxiale. Nous pouvons ainsi nous intéresser à l'évolution de la contrainte au seuil de plasticité pour les trois types de chargement simple : traction, cisaillement et compression. Cette analyse est un point de départ vers le choix d'un critère de plasticité adapté à nos matériaux.

Nous nous attarderons particulièrement sur les mesures de variation de volume au cours de la déformation de nos polymères en traction. Ces processus peuvent induire à leur tour une détérioration progressive des propriétés mécaniques. Nous nous intéresserons alors à la définition et à la mesure d'une variable d'endommagement. Compte tenu de la nature hétérogène de nos matériaux, nous opterons pour une approche macroscopique basée sur des mesures de l'évolution des propriétés élastiques du matériau au cours de chargements cycliques.

III.1. TRACTION UNIAXIALE MONOTONE SUR EPROUVETTES LISSES

Il est essentiel d'éviter de postuler, au cours du dépouillement des essais mécaniques, des hypothèses trop simplificatrices qui pourraient conduire à des conclusions erronées. Citons les hypothèses d'homogénéité, d'isotropie, d'incompressibilité de la plasticité et d'isothermie de la déformation.

La simplicité du chargement en traction ainsi que l'existence de techniques poussées autorisent une instrumentation riche des essais et donc un dépouillement sans ambiguïté. C'est donc tout naturellement vers ces essais que nous nous tournons pour caractériser le comportement mécanique de nos polymères.

III.1.A. PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET DEPOUILLEMENT DES ESSAIS DE TRACTION

Géométrie des éprouvettes et définition des essais:

Des éprouvettes lisses de type 'haltère' (Fig. III-1) sont usinées dans les zones II et III des plaques injectées (Fig. II-2) parallèlement et perpendiculairement au sens de l'injection. Leur géométrie présente une petite zone de faible section, rectiligne sur 10 mm autorisant une localisation des déformations tout en limitant les effets triaxiaux qui pourraient résulter d'un rayon de courbure trop faible. Les bords de coupe sont polis au papier de verre pour minimiser les artefacts liés à l'usinage.

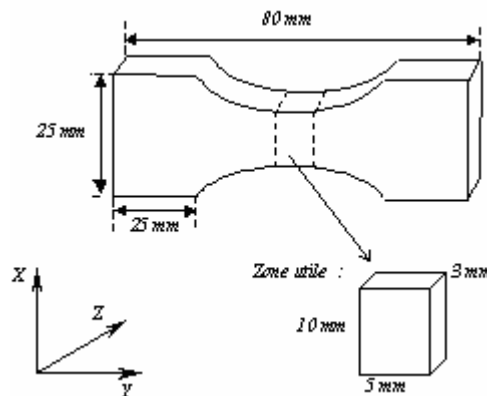


Fig. III-1 Schéma des éprouvettes de traction et du système de coordonnées associé.

Les essais sont réalisés sans conditionnement préalable à des vitesses allant de $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (environ $0,005 \text{ mm/s}$) à 185 s^{-1} (environ 500 mm/s). Jusqu'à $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, la vitesse de déformation est maintenue constante dans la zone utile. Au-delà, la caractérisation est conduite à vitesse de traverse constante. La plage de température s'étale de 20°C à 50°C , fenêtre correspondant aux températures que pourrait ressentir un polypropylène sujet à une dissipation intrinsèque au cours de la déformation plastique. Les conditions précises sont regroupées au Tableau III-1.

	20°C	40°C	50°C
$5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	×		
1 ($\sim 0,5 \text{ s}^{-1}$) à 100 ($\sim 10 \text{ s}^{-1}$) mm/s	×	×	×
150 ($\sim 15 \text{ s}^{-1}$) à 500 ($\sim 185 \text{ s}^{-1}$) mm/s	×		

Tableau III-1 Conditions des essais de traction envisagés pour les matériaux de l'étude.

Nous utiliserons des moyens photomécaniques pour mesurer localement soit les champs de déformation soit des déformations moyennes locales.

Ces techniques sont désormais largement utilisées [1,2,3,4] mais restent souvent limitées aux basses vitesses de sollicitation alors que la sensibilité des polymères à la vitesse d'une part et leur domaine d'application d'autre part, rendent nécessaire une caractérisation sur une plus large fenêtre [5,6,7]. Pour notre part, nous étendrons

l'usage de ces techniques jusqu'aux grandes vitesses en prenant garde de mesurer les échauffements dont le polymère est le siège.

Nous définissons deux protocoles adaptés chacun à une gamme de vitesses différentes. Ils seront plus ou moins riches en fonction des possibilités expérimentales.

Essais à basse vitesse ($5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ - $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) :

À basses vitesses de sollicitation, nous choisissons d'utiliser le système vidéométrique Vidéotraction® dans sa configuration dite à 7 taches (Fig. III-2 et Fig. III-3) [9]. Les taches sont dessinées sur la face avant des éprouvettes dans la zone utile définie précédemment (Fig. III-1).

Cinq de ces taches sont alignées verticalement (taches A à E sur Fig. III-3), trois horizontalement (F, C et G sur Fig. III-3). Les déformations transverses sont déduites des déplacements relatifs des points F, C et G (équation [III-1]).

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} = \ln\left(\frac{FG_{\text{actuel}}}{FG_{\text{initial}}}\right) \\ \varepsilon_{zz} = \varepsilon_{xx} \end{cases} \quad \text{[III-1]}$$

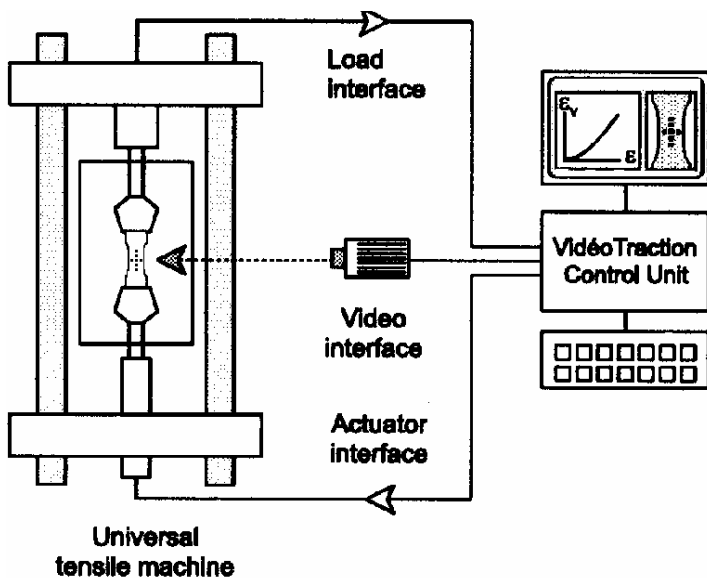


Fig. III-2 Dispositif de pilotage à vitesse de déformation constante Vidéotraction® [9].

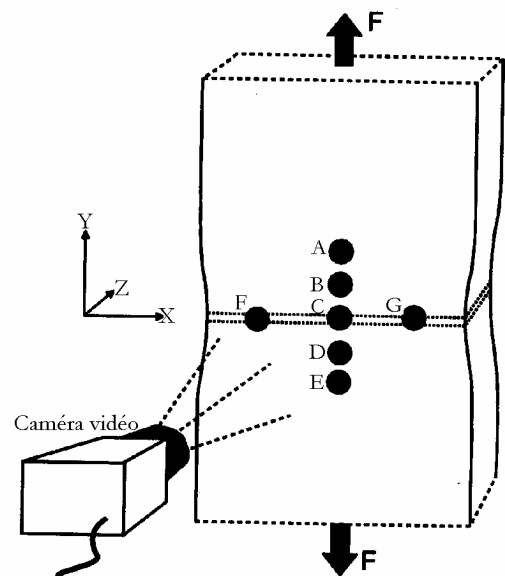


Fig. III-3 Schéma de la configuration 7 taches [9]. Zone de calcul dessinée en pointillé et délimitée par les taches F et G.

La déformation longitudinale est déduite des déplacements relatifs des points A à E pris deux à deux $\varepsilon_{yy}(AB)$, $\varepsilon_{yy}(BC)$, $\varepsilon_{yy}(CD)$ et $\varepsilon_{yy}(DE)$ (équation [III-2]) puis interpolée (interpolation polynomiale) dans la section définie par les points F, C et G.

Ces cinq taches verticales permettent d'anticiper une localisation de la déformation dans une section autre que la section F-G. Il est également possible de s'assurer de l'homogénéité de la déformation transverse en vérifiant à chaque instant l'égalité $FC_{\text{actuel}}/FC_{\text{initial}} = CG_{\text{actuel}}/CG_{\text{initial}}$. Ces dispositions ne nous mettent pas à l'abri d'une localisation de la déformation aux bords de l'éprouvette.

Les traitements reposent donc sur l'hypothèse de l'homogénéité de la déformation entre les taches prises deux à deux de même que sur l'hypothèse d'isotropie transverse.

La vitesse du vérin hydraulique est ajustée pas à pas pour assurer une vitesse de déformation axiale locale constante. Nous avons vérifié par une mesure de la température au cours de la déformation qu'aucune dissipation intrinsèque significative n'a lieu au cours de la déformation.

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{yy}(AB) = \ln\left(\frac{AB_{\text{actuel}}}{AB_{\text{initial}}}\right) \\ \varepsilon_{yy}(BC) = \ln\left(\frac{BC_{\text{actuel}}}{BC_{\text{initial}}}\right) \\ \varepsilon_{yy}(CD) = \ln\left(\frac{CD_{\text{actuel}}}{CD_{\text{initial}}}\right) \\ \varepsilon_{yy}(DE) = \ln\left(\frac{DE_{\text{actuel}}}{DE_{\text{initial}}}\right) \end{array} \right. \quad \text{[III-2]}$$

Essais à moyenne et haute vitesse :

Nous avons estimé qu'une vitesse de 60 s^{-1} est représentative de notre application. Pour atteindre une telle vitesse, des essais sont conduits à vitesse de traverse constante jusqu'à 500 mm/s soit environ 185 s^{-1} . Dans ces conditions, la vitesse de sollicitation varie lors de l'essai. Nous tiendrons compte des vitesses effectives pour dépouiller nos essais en terme de lois de comportement. Ces vitesses sont obtenues après lissage polynomiale de l'évolution des déformations par dérivation. Par contre, pour présenter simplement les résultats, nous ferons référence aux essais avec la vitesse maximale observée pendant leur déroulement.

Deux machines à vérin hydraulique sont utilisées, l'une pouvant atteindre 100 mm/s , l'autre rapide pouvant atteindre 20 m/s . Dans les deux cas, une étuve thermostatée peut être adaptée, autorisant les essais jusqu'à 50°C .

Les déformations sont déterminées à l'aide d'un système de corrélation d'images commercial (ARAMIS®) associé à une prise de vue rapide. La face avant de chaque éprouvette est marquée d'un motif aléatoire à l'aide d'aérosols de peintures élastiques. L'utilisation de peintures de quatre couleurs différentes déposées indépendamment permet d'optimiser la distribution des niveaux de gris à la surface des éprouvettes. L'acquisition vidéo est réalisée à l'aide d'une caméra rapide de résolution 512 par 512 pixels avec des fréquences d'échantillonnage variant de 250 à 1000 images/s selon la vitesse de sollicitation. L'évolution du marquage est analysée en divisant l'image en facettes de 11 par 11 pixels (la largeur de zone utile est d'environ 150 pixels). L'algorithme de corrélation est guidé par le choix de quelques points de référence jugés représentatifs par l'utilisateur. Les champs de déplacement sont estimés par la minimisation des fonctions de corrélation des niveaux de gris autour de ces points sur deux images successives. La dérivation de ces champs de déplacement donne accès aux champs de déformations cumulées ε_{xx} et ε_{yy} (systèmes de coordonnées Fig. III-1) ou "déformations logarithmiques" telles que définies plus haut (équation [III-1] et [III-2]). La précision de nos mesures de déformation est estimée à $0,1\%$ dans les conditions du mouvement d'un corps solide [8].

Si le système vidéotraction® ne fournit qu'une valeur moyenne de la déformation sur une section, nous avons accès ici aux champs de déformation locales sur la surface. Ces essais permettront donc de vérifier l'hypothèse d'homogénéité transverse.

Au cours des essais à moyennes vitesses (de 1 à 100 mm/s), un système de prisme (Fig. III-4 et Fig. III-5) renvoie sur l'image l'ombre de l'épaisseur de l'éprouvette. L'évolution de l'épaisseur donne accès à la moyenne de la troisième composante de la déformation (ε_{zz}). Nous pouvons alors éviter l'hypothèse de symétrie du tenseur des contraintes. A plus haute vitesse (au dessus de 100 mm/s soit 10 s^{-1}), cette hypothèse est à nouveau utilisée car elle s'avère raisonnable.

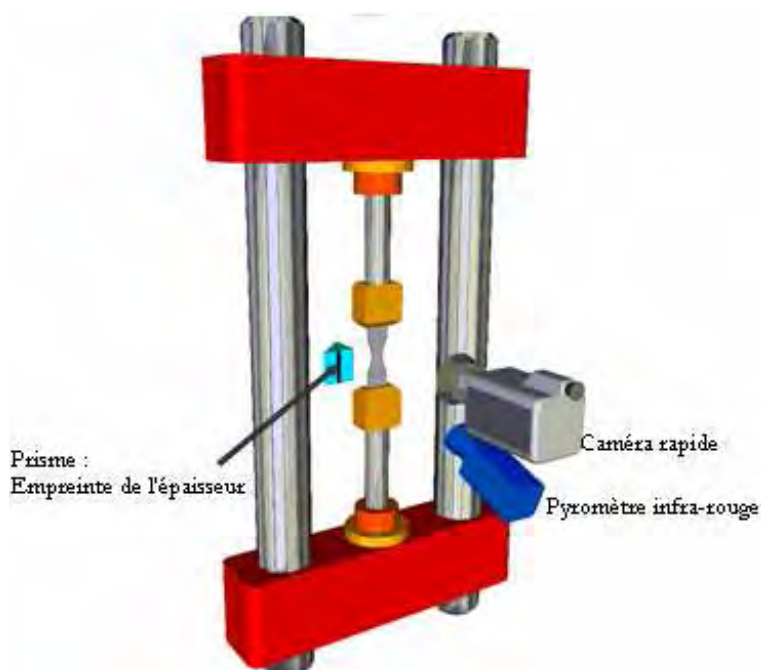


Fig. III-4 Dispositif expérimental.

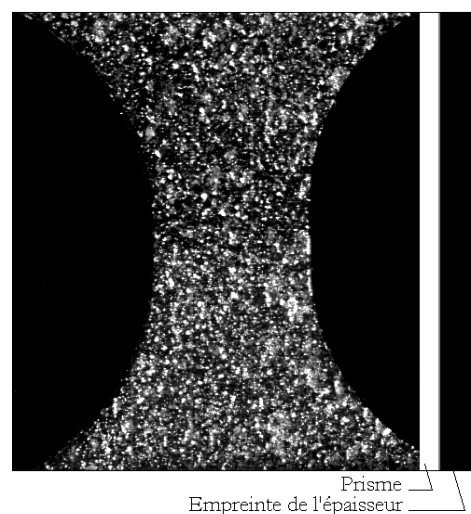


Fig. III-5 Exemple de l'acquisition.

Le dispositif comporte de plus un pyromètre infra rouge à haute fréquence d'échantillonnage (200 mesures/s) qui donne une indication sur la température de surface sur une zone de 7 mm^2 située au centre de la zone utile des éprouvettes. Pour nous affranchir des perturbations apportées à la mesure par l'éclairage (nécessaire à la prise de vue par la caméra rapide), les mesures sont doublées en conditions de 'chambre noire'. En effet la reproductibilité des essais permet de dissocier mesures de déformation et mesures thermiques. Dans ces conditions notre précision est de 1°C . La mesure de température obtenue (Fig. III-6) est lissée par interpolation polynomiale de degré deux.

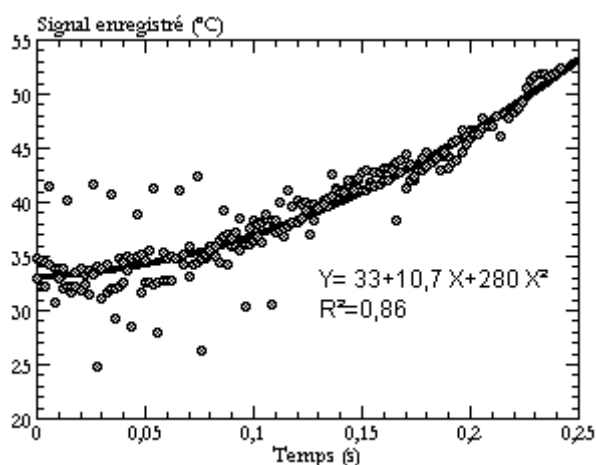


Fig. III-6 Signal enregistré par le pyromètre en conditions de 'chambre noire' au cours d'un essai à 40 mm/s . Trait plein : interpolation polynomiale de l'évolution de la température.

Nous ne mesurons selon ce protocole qu'une température moyenne. Pour juger de l'importance de cette hypothèse, quelques essais ont été réalisés avec une caméra thermique (8 à $12 \mu\text{m}$ de gamme spectrale) en collaboration avec le Centre de Recherche Outillages, Matériaux et Procédés (CROMeP) de l'Ecole des Mines d'Albi. La faible vitesse d'acquisition de la caméra (6 images/s) n'a pourtant autorisé que des essais à des vitesses de traverse inférieures 2 mm/s , soit environ 1 s^{-1} compte tenu de nos éprouvettes. Ces mesures ont été précédées de mesure de transmissivité et de réflectivité qui ont permis de calculer l'émissivité de nos matériaux (Tableau III-2).

Emissivité	
PP chargé BMT222	0,97
PP non chargé BA238G9	0,94

Tableau III-2 Emissivités des polypropylènes de l'étude.

Le système d'acquisition de la caméra rapide permet la synchronisation de la force. Nous pouvons ainsi regrouper sur la même base de temps les déformations 2 ou 3D (après traitement des images), la force, la température moyenne et accessoirement le déplacement de la traverse. La contrainte vraie, σ , est déduite du rapport de la force enregistrée par la section courante, i.e. tenant compte des déformations moyennes sur une section.

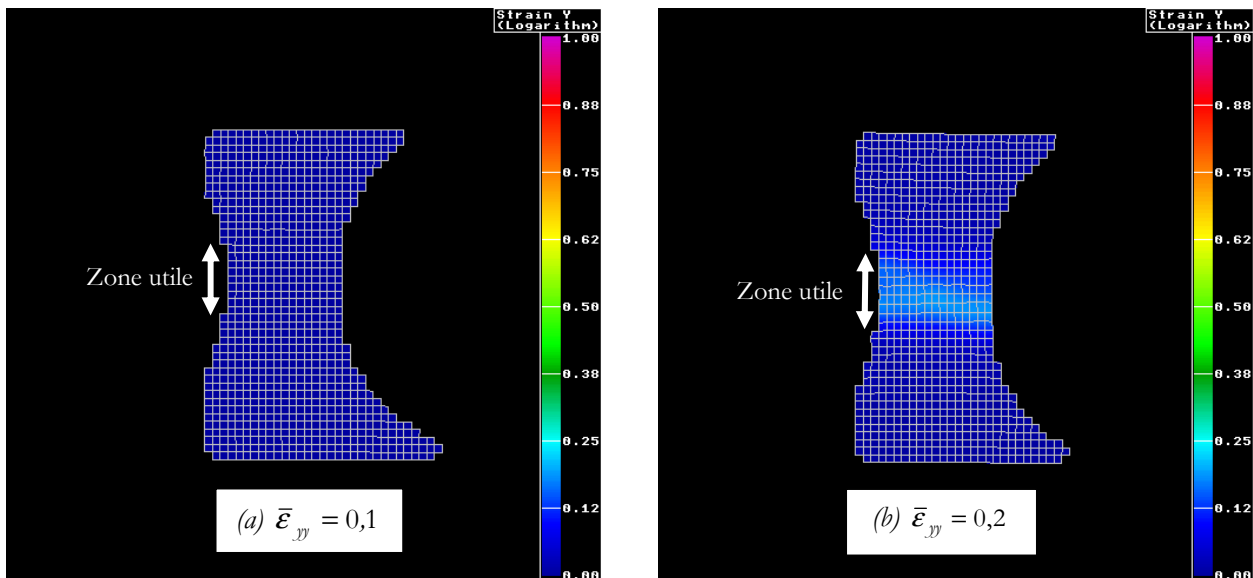
Avant d'aller plus loin, arrêtons nous sur les hypothèses d'homogénéité, d'incompressibilité, de symétrie du tenseur des contraintes et d'isothermie de la déformation.

III.1.B. HOMOGENEITE DE LA DEFORMATION

Nos essais analysés par corrélation d'images démontrent que l'hypothèse d'homogénéité transverse (Fig. III-7 et Fig. III-8) est parfaitement admissible malgré quelques effets de bords principalement visibles sur les cartographies de déformation transverse. Cela justifie de représenter nos essais par des courbes contrainte axiale moyenne en fonction de la déformation axiale moyenne dans une section.

Par contre, les cartographies soulignent une localisation longitudinale de la déformation dans une zone centrale de l'éprouvette plus petite que la zone utile dès le seuil de plasticité apparent atteint (Fig. III-7 et Fig. III-8). Cette observation a déjà été faite par ailleurs (par exemple [9]), mais il convient d'insister sur le fait que la faible valeur des déformations transverses, que nous discuterons plus loin, peut laisser croire à l'expérimentateur que la déformation reste homogène puisqu' aucune striction n'est visible à l'oeil nu.

La déformation, et donc la contrainte, ne peut plus être déduite du déplacement de la traverse. La figure III-9 illustre l'apport des mesures locales à ce stade.



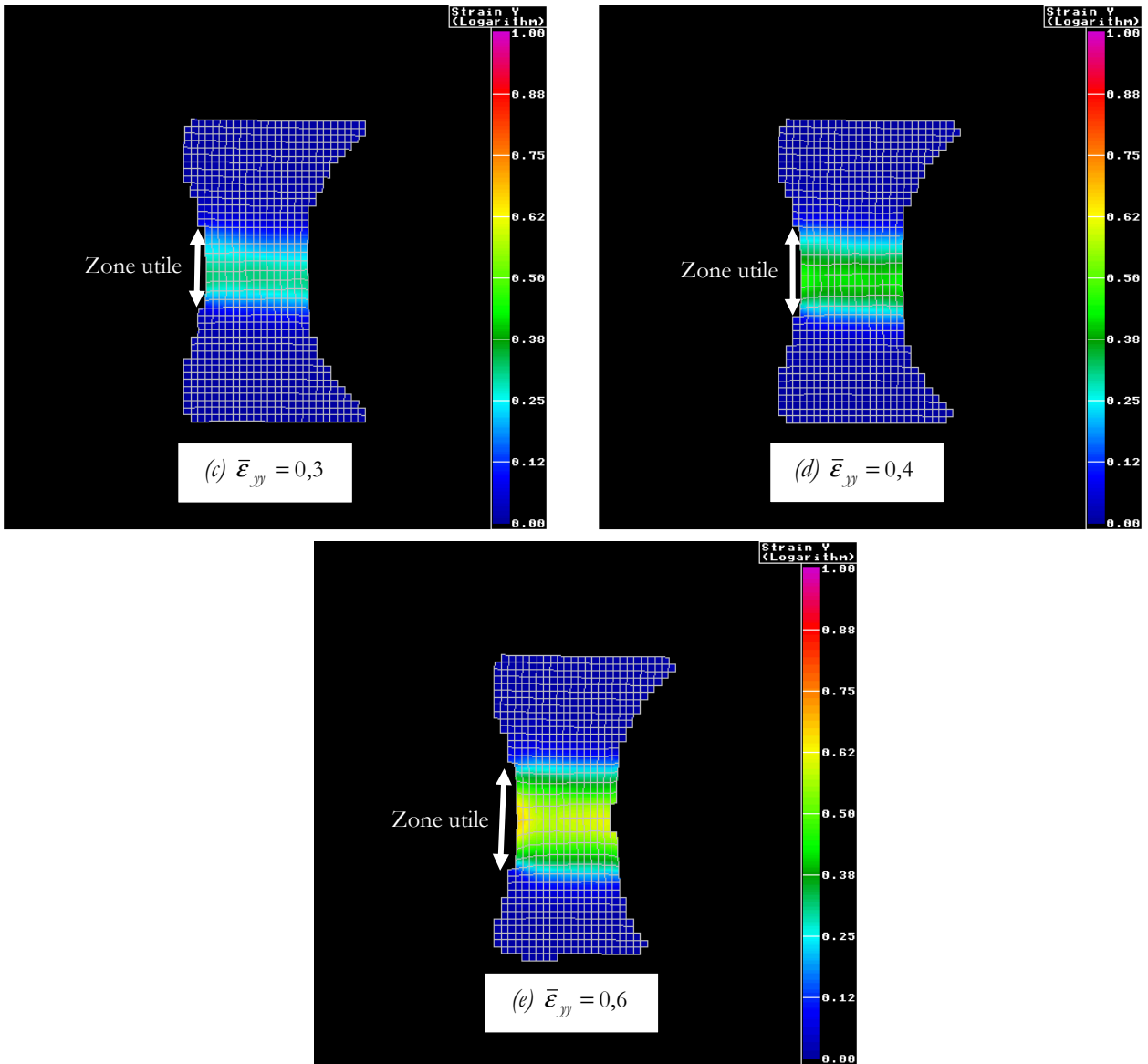


Fig. III-7 Evolution de la déformation longitudinale d'une éprouvette BMT222 au cours d'un essai de traction à $0,2 s^{-1}$ et à $20^{\circ}C$.

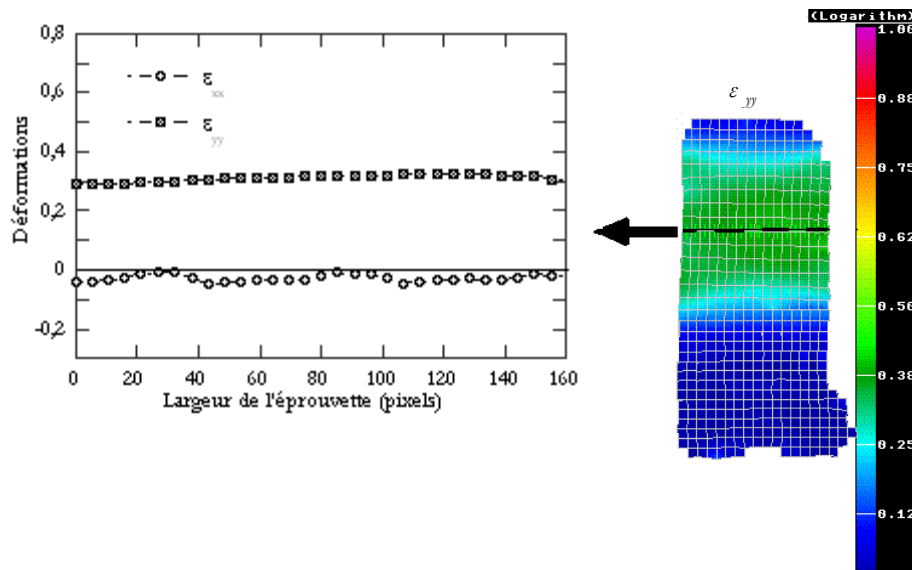


Fig. III-8 Evolution des déformations longitudinale et transverse d'une éprouvette en BMT222 dans une section transverse, matérialisée en noir sur la figure de droite, au cours d'un essai de traction à $6 s^{-1}$ et à $20^{\circ}C$.

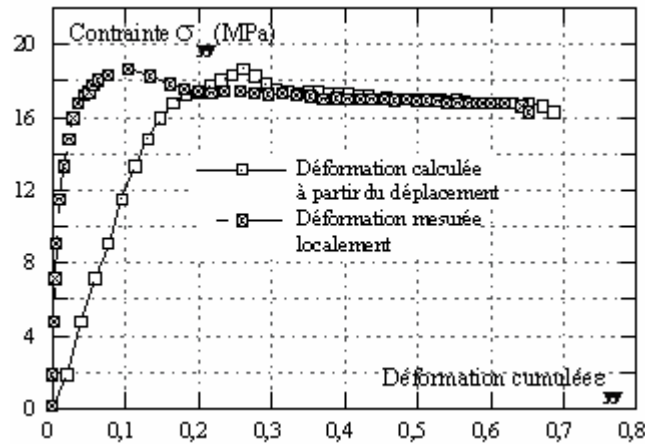


Fig. III-9 Comparaison des courbes contrainte-déformation dépouillées moyennant la mesure du déplacement du vérin et la mesure locale de la déformation pour un essai mené à 10 mm/s.

III.1.C. INCOMPRESSIBILITE

L'hypothèse d'incompressibilité est souvent employée dans le dépouillement des essais mécaniques menés jusqu'à plasticité. Or de nombreux résultats dans la littérature [par exemple 9,10,11] autorisent de remettre en cause cette hypothèse pour les polymères. Les techniques expérimentales utilisées dans cette étude permettent de discuter sa pertinence pour nos matériaux. Nous pouvons estimer la mesure de la déformation dans l'épaisseur suivant trois méthodes (Fig. III-10) :

- Moyennant une hypothèse de symétrie du tenseur des contraintes, étant connus ϵ_{xx} et ϵ_{yy} ;
- Moyennant une hypothèse d'incompressibilité, étant connus ϵ_{xx} et ϵ_{yy} ;
- Par la mesure de l'épaisseur.

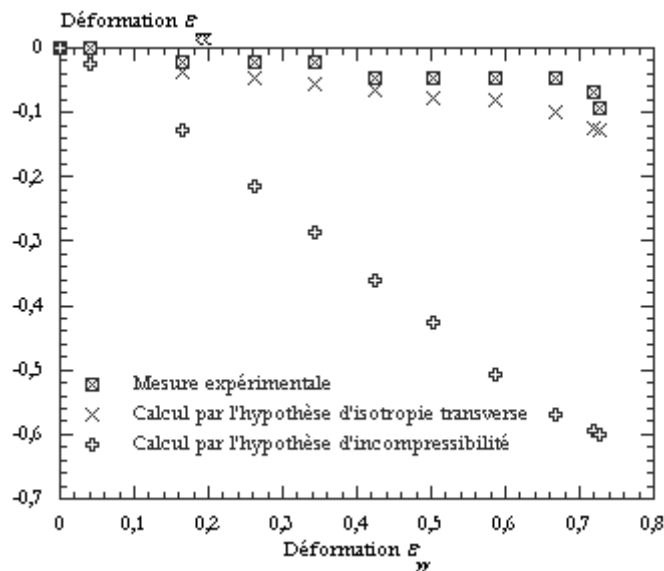


Fig. III-10 Comparaison de l'évolution de la déformation en épaisseur du BMT222 calculée selon les hypothèses de symétrie du tenseur des contraintes et d'incompressibilité et les résultats de la mesure menée en traction à 4 s⁻¹ et à 50°C.

Il apparaît qu'un écart très important existe entre les mesures expérimentales et les résultats issus de l'hypothèse d'incompressibilité, écart qui se creuse d'avantage avec la déformation. L'hypothèse d'incompressibilité n'est donc pas admissible et la maintenir aurait un impact inacceptable sur les résultats de

l'exploitation des essais car cela conduirait à sous-estimer nettement les épaisseurs (Fig. III-10) et à surévaluer les contraintes (Fig. III-11) dès les premiers instants de la déformation.

Par contre, l'hypothèse de symétrie du tenseur des contraintes reste admissible (Fig. III-10) aussi sommes nous justifiés à y faire appel quand les difficultés expérimentales interdisent la mesure de déformation dans l'épaisseur.

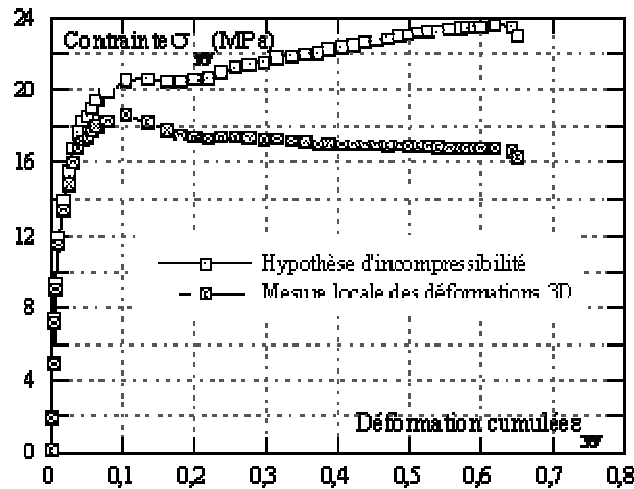


Fig. III-11 Comparaison des courbes contrainte-déformation dépouillées avec l'hypothèse d'incompressibilité ou par mesure locale des déformations 3D pour le matériau BMT222. Essai à 10 mm/s (environ 2 s^{-1}) sur éprouvette lisse.

L'écart à l'incompressibilité peut être quantifié par le calcul de la variation de volume relative, $\Delta V/V_0$ (équation [III-3]) [9,11,12,13].

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \exp(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) - 1 \quad \text{[III-3]}$$

Ce calcul montre que nos deux polypropylènes sont le siège d'une variation de volume importante insensible à la vitesse de déformation (Fig. III-12). Faible en dessous d'une déformation de $0,02$ (Fig. III-13), elle devient significative en régime anélastique à l'approche du seuil apparent de plasticité. Elle s'accompagne d'un blanchiment de la zone utile de l'éprouvette visible au delà du seuil (Fig. III-14). Ce phénomène est souvent attribué à l'existence de processus de cavitation au sein des matériaux (par exemple [14]).

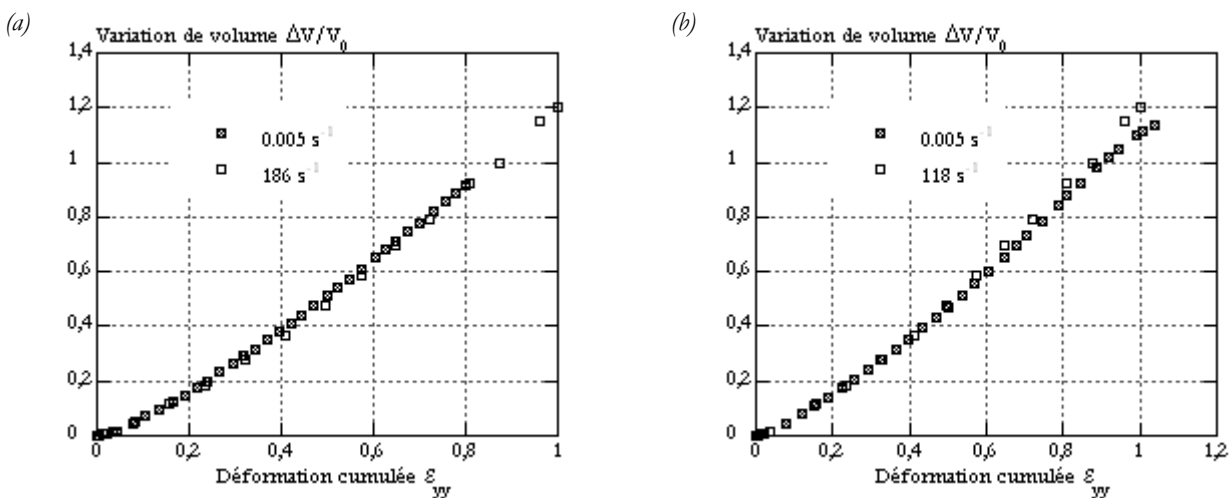


Fig. III-12 Variation de volume au cours d'essais de traction sur éprouvette BMT222 (a) et BA238G9 (b) à $0,08$ et 500 mm/s (respectivement environ $5 \cdot 10^{-3}$ et 118 ou 186 s^{-1}) et à température ambiante.

L'observation au microscope électronique à balayage des faciès de rupture permet effectivement de mettre en évidence l'existence de cavitation (Fig. III-15). Si l'on se réfère aux variations de volume, ces processus de nature cavitationnels seraient amorcés dès les premiers instants de la déformation, ce que nous vérifierons plus

loin à l'aide d'essais sur éprouvettes entaillées. Mais déjà à ce stade, l'ampleur du phénomène de cavitation laisse pressentir que les traitements théoriques futurs du comportement de nos polymères doivent en tenir compte.

Agrandissement

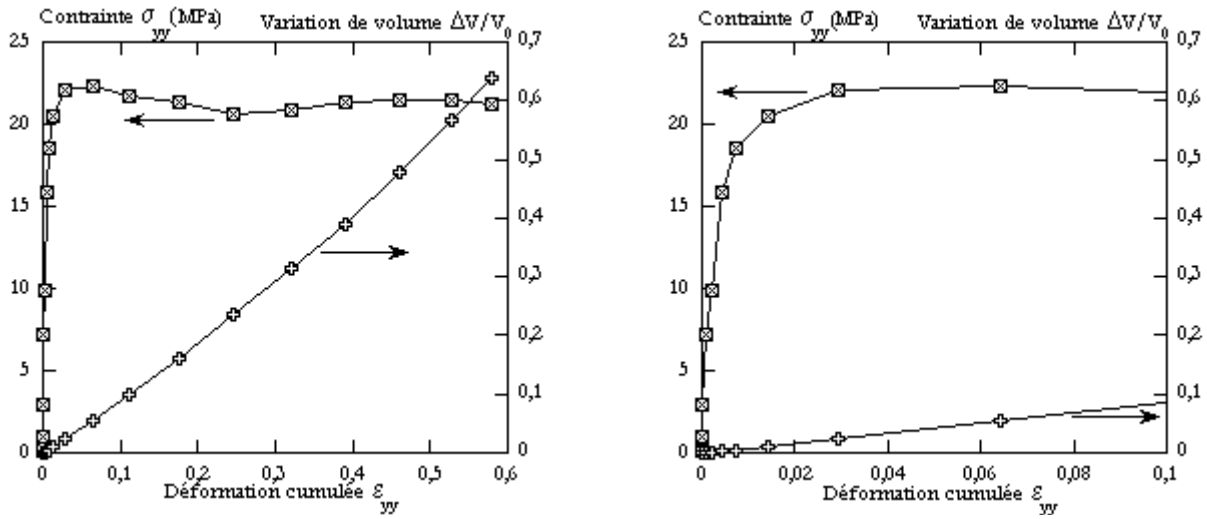


Fig. III-13 Evolutions de la contrainte axiale et de la variation de volume au cours d'un essai de traction du BMT222 à 500 mm/s (environ 186 s⁻¹) et à température ambiante. A droite : agrandissement de la zone des faibles déformations.

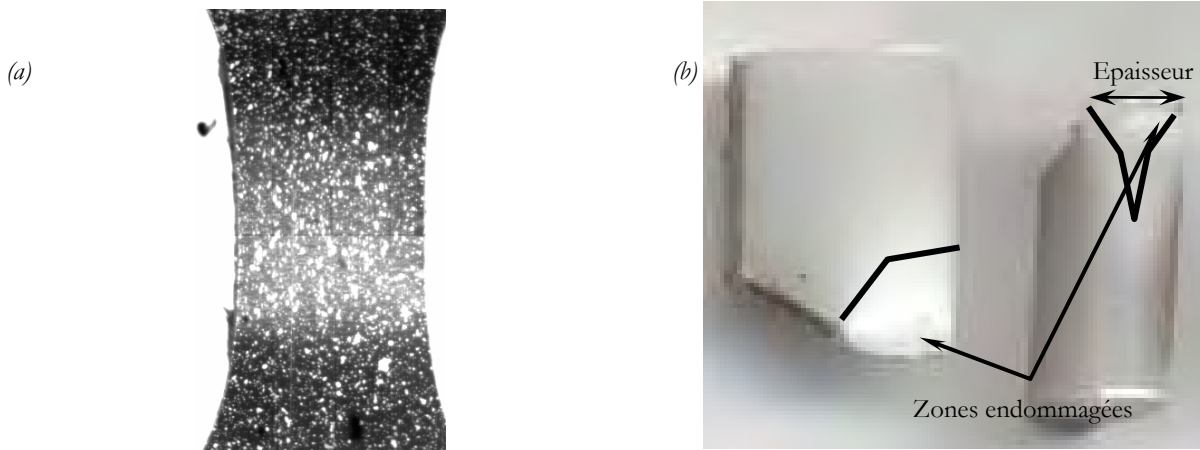


Fig. III-14 Echantillons du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). Mise en évidence du blanchiment des zones déformées.

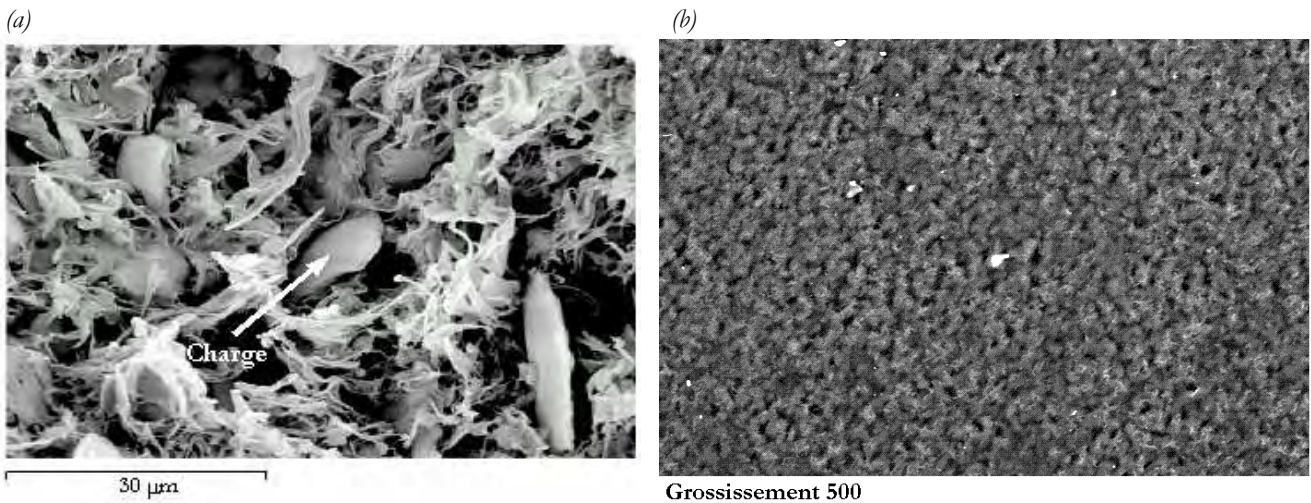


Fig. III-15 Faciès de rupture d'un échantillon du polypropylène BMT222 (a) et du BA238G9 (b) après traction à température ambiante. Les zones sombres correspondent aux vacuoles.

III.1.D. DISSIPATION INTRINSEQUE

La déformation plastique combinée à la faible conductivité thermique des polymères conduisent à des autoéchauffements importants notamment à grande vitesse de déformation [15,21]. Rittel [16] rapporte que le taux de conversion de l'énergie mécanique en chaleur $\beta_{\text{int}} (\leq 1)$, et donc l'importance de l'autoéchauffement, évolue à la fois avec la déformation et la vitesse de déformation dans un polycarbonate. Au cours d'essai de compression, le taux maximal de conversion proche de 1 à 8500 s⁻¹ décroît à 0,4 à 5000 s⁻¹. Le maximum serait observé un peu après le seuil de plasticité apparent ($\epsilon_{yy} \approx 0,3$ pour un seuil à 0,2).

La dissipation mécanique n'est cependant pas limitée à ces grandes vitesses. Le dégagement de chaleur a été mis en évidence expérimentalement sur des polymères dès 10⁻² s⁻¹ [17,18,19]. L'augmentation de la température dépend de la vitesse et du matériau [17,20] et peut induire à son tour une évolution du comportement mécanique des matériaux fortement thermodépendants [20,21] rendant nécessaire la prise en compte des couplages thermomécaniques.

Les mesures avec notre pyromètre (moyennes dans la zone de déformation) montrent que nos polymères s'échauffent de manière notable (16°C à 13 s⁻¹) en fonction de la vitesse de sollicitation (Fig. III-16). Leurs comportements sont assez proches même si le matériau non chargé semble s'échauffer légèrement moins pour une déformation donnée (Fig. III-16 à 13 s⁻¹). Sa plus grande ductilité fait qu'il atteint, en fin d'essai, une température équivalente à celle du matériau chargé, mais pour une déformation plus grande. Nous confirmons aussi que cet échauffement apparaît même à moyenne vitesse (Fig. III-16(a) à 0,2 s⁻¹). Il est important de noter que ces mesures sont surfaciques et que la température au cœur de l'éprouvette est vraisemblablement plus importante.

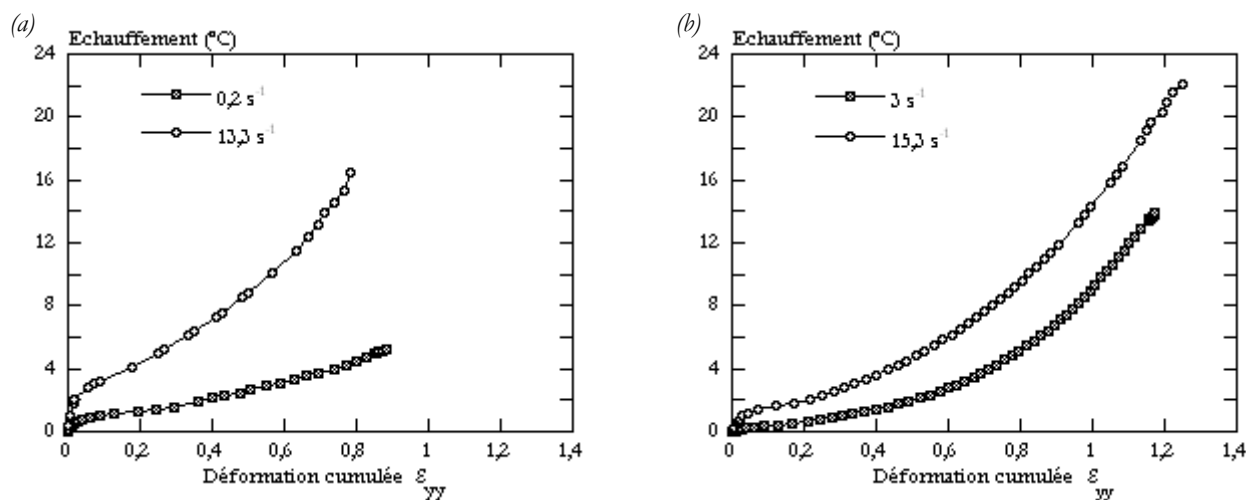


Fig. III-16 Autoéchauffements moyens dans la zone utile de l'éprouvette en traction d'éprouvettes de BMT222 (a) et de BA238G9 (b) à température ambiante. Les vitesses portées en légende sont les vitesses maximales atteintes durant l'essai.

L'essentiel de l'augmentation de température se développe au-delà du seuil apparent de plasticité (Fig. III-17).

La précision de la mesure (± 1 °C) et l'étendue de la zone de mesure ne permettent pas l'analyse du début de la déformation (i.e. en dessous de 0,02). L'utilisation d'une caméra thermographique permet d'apporter une information supplémentaire grâce à la mesure de champ. Des exemples sont reportés Fig. III-18 et Fig. III-19. L'acquisition thermographique souligne que la localisation de l'échauffement est une image de la localisation des déformations (Fig. III-7).

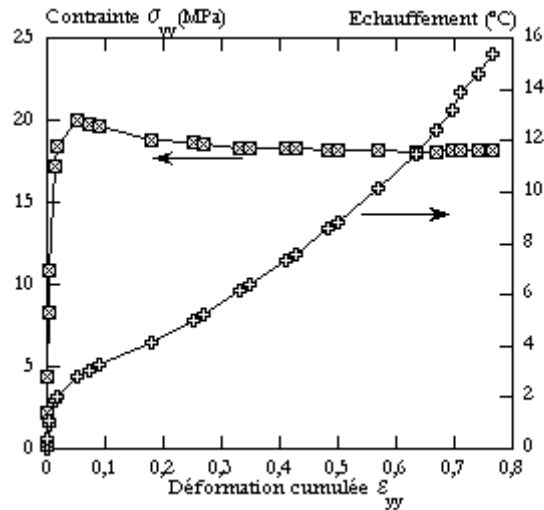


Fig. III-17 Autoéchauffement moyen dans la zone utile de l'éprouvette du BMT222 en traction à 50 mm/s (environ 9 s^{-1}) et à température ambiante. Comparaison à l'évolution de la contrainte.

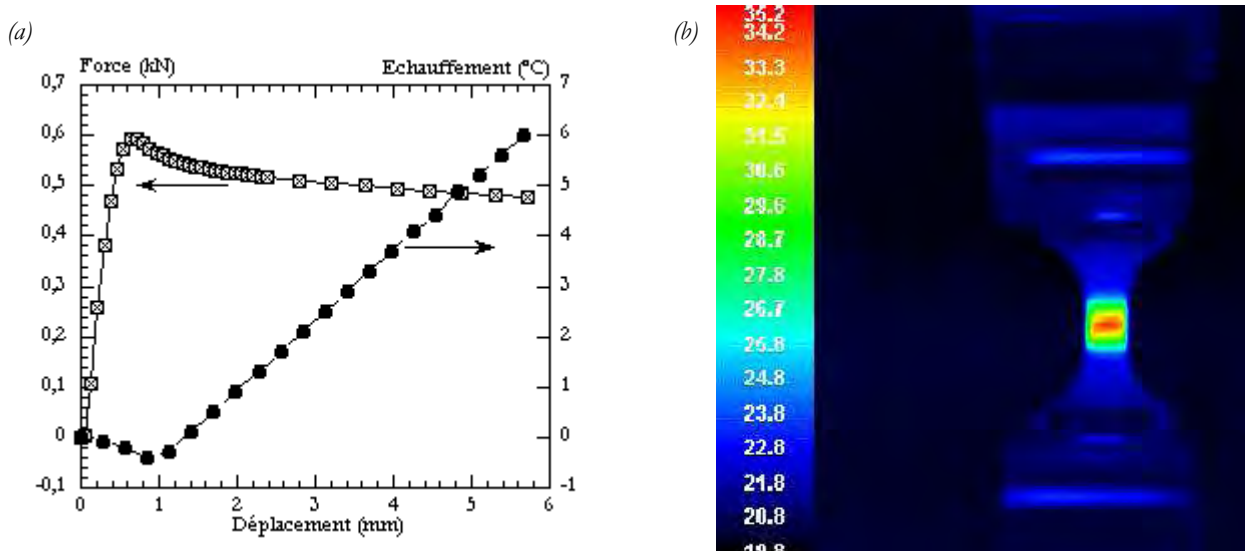


Fig. III-18 Echauffement moyen sur une section mesuré par caméra thermographique au cours d'un essai de traction à 2 mm/s ($\sim 1 \text{ s}^{-1}$) sur une éprouvette BMT222. (a) Evolution simultanée de la force et de l'échauffement. (b) Exemple de l'acquisition thermographique (déplacement 5 mm).

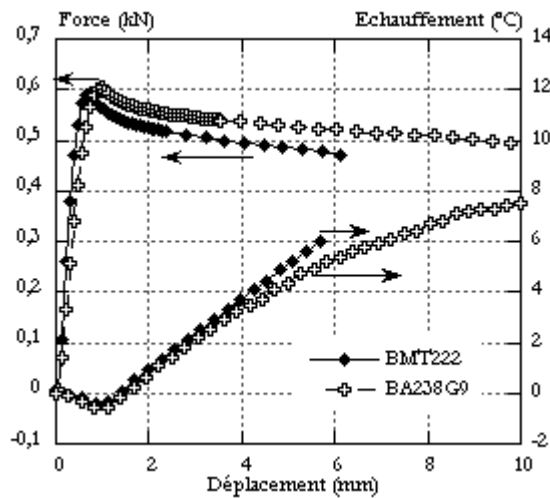


Fig. III-19 Evolution simultanée de la force et de l'échauffement moyen sur une section du BMT222 et du BA238G9 mesuré par caméra thermographique au cours d'un essai de traction à 2 mm/s ($\sim 1 \text{ s}^{-1}$).

La précision de la mesure permet cette fois de mettre en évidence les effets de couplage thermoélastique par le refroidissement initial du matériau comme déjà observé sur des polyamides, des polystyrènes ainsi que certains métaux [1,22,23,24] et relié à la diminution d'entropie dans le matériau sollicité [1,25].

Le passage du refroidissement à l'échauffement illustre le moment où les phénomènes dissipatifs responsables de la plasticité sont activés ou du moins deviennent prépondérants [1].

A mesure que des processus de déformation plastique se développent dans nos matériaux, la dissipation intrinsèque devient importante (Fig. III-19). L'évolution de la température est comparable à celle que nous avons mesuré par pyrométrie infrarouge et donc confirme nos conclusions.

Par contre, la mesure locale permet de mettre en évidence une saturation de l'échauffement aux grandes déformations pour le matériau non chargé. La mesure « moyenne » avec le pyromètre ne permet pas de voir ce phénomène. Cette évolution ne semble pas dû à une évolution de la vitesse de sollicitation qui ne décroît pas beaucoup au cours de nos essais (Fig. III-25). Peut être comme Rittel [16], pouvons nous penser que les processus dissipatifs sont moins efficaces à haute déformation.

III.1.E. THERMODEPENDANCE ET EFFET DE L'ECHAUFFEMENT

Une fois établi que nos polymères s'échauffent jusqu'à près de $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (à 15 s^{-1}), il convient de savoir si cela a un impact sur les mesures. L'analyse DMA menée au chapitre II laisse penser que l'effet de température est important sur la fenêtre $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (température ambiante) - $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Cet effet se retrouve sur l'ensemble du comportement des deux matériaux (Fig. III-20). Le matériau non chargé s'avère plus sensible à la température que le polymère chargé, ce qui était attendu. A plus haute température et pour les deux polymères, le niveau de contrainte et l'ampleur du crochet diminuent.

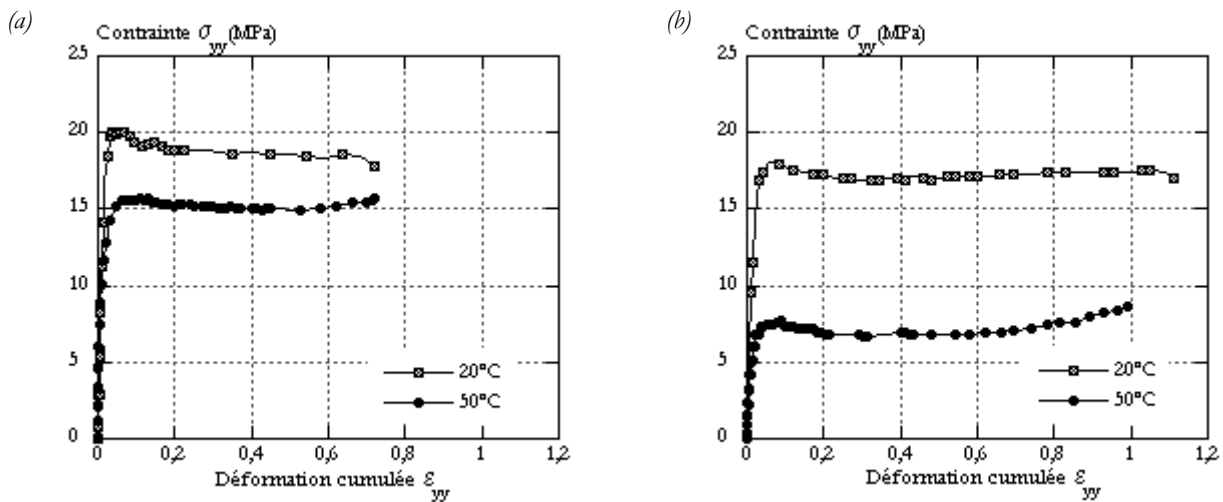


Fig. III-20 Thermodépendance du comportement du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au cours d'essais de traction à 100 mm/s soit environ 5 s^{-1} pour le matériau chargé et environ 6 s^{-1} pour le matériau non chargé.

Une amplification du durcissement aux grandes déformations est également observée. En parallèle, la déformation transverse est plus importante à plus haute température (Fig. III-21). Ces phénomènes semblent également plus significatifs dans le cas du matériau non chargé. On pourrait imaginer qu'un processus plastique plus durcissant que la cavitation prend de l'importance à haute température. Notons toutefois que les évolutions de volume sont quant à elles quasi insensibles à la température (Fig. III-22), preuve que la cavitation reste dominante jusqu'à $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ au moins.

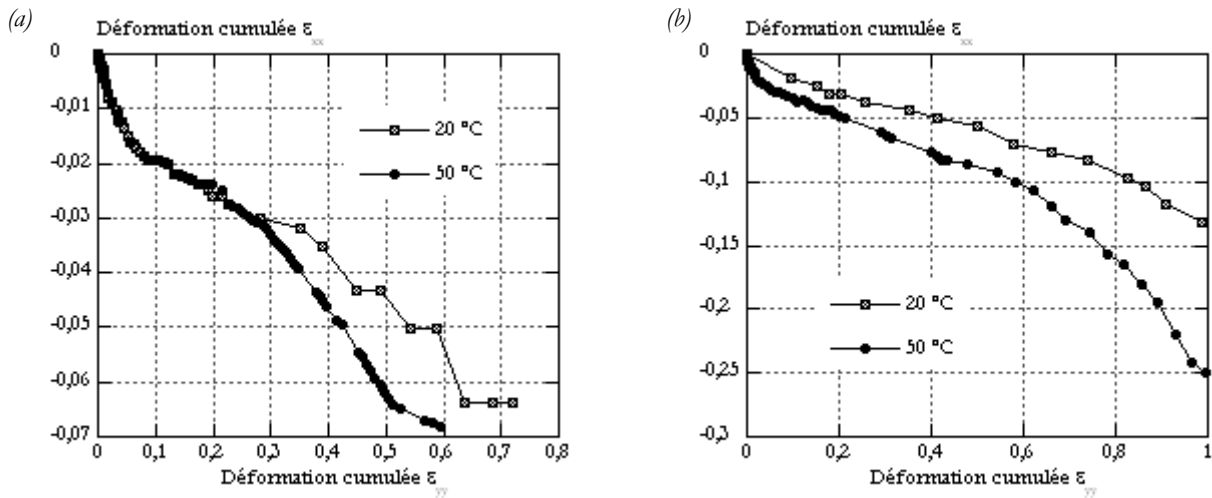


Fig. III-21 Thermodépendance de la déformation transverse du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au cours d'essais de traction à 100 mm/s soit environ 5 s⁻¹ pour le matériau chargé et environ 6 s⁻¹ pour le matériau non chargé.

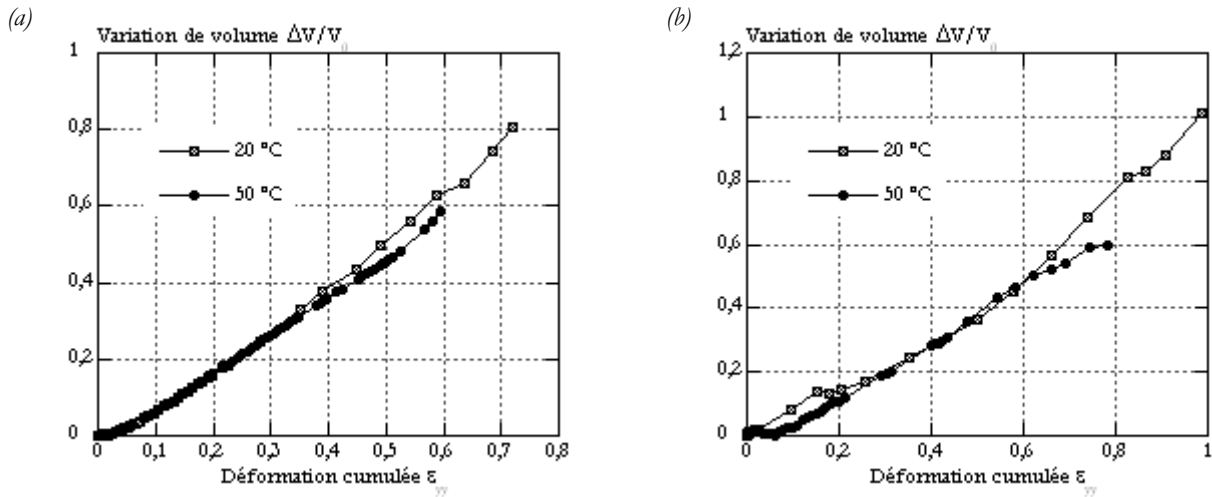


Fig. III-22 Thermodépendance de la variation de volume du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au cours d'essais de traction à 100 mm/s soit environ 5 s⁻¹ pour le matériau chargé et environ 6 s⁻¹ pour le matériau non chargé.

La thermodépendance des seuils de plasticité de nos polymères est bien reproduite par une loi de type Arrhenius. Supposons que cette dépendance peut être étendue à l'ensemble du comportement, soit que la contrainte s'écrit à tout instant (équation [III-4]) :

$$\sigma = \sigma_0 \times \exp\left(\frac{a}{T}\right) \times f(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, \dots) \quad \text{[III-4]}$$

où a est une constante dépendant du matériau, σ_0 est homogène à une contrainte et T est la température effective du matériau.

Un calcul grossier de la perturbation liée à la dissipation peut être fait sous hypothèse adiabatique et en négligeant le gradient thermique dans l'épaisseur des éprouvettes (i.e. toute la section est à la température de surface). Nous pouvons alors estimer la contrainte que nous aurions eue si le matériau était resté isotherme $\sigma_{\text{corrigée}}$ (équation [III-5]).

$$\sigma_{\text{corrigée}} = \sigma \times \left(1 + \frac{a}{T^2} \Delta T\right) \quad \text{[III-5]}$$

L'adoucissement thermique (Fig. III-23) est significatif. Il affecte essentiellement la zone de durcissement structural. Une prise en compte rigoureuse nécessiterait le développement d'approches théoriques lourdes.

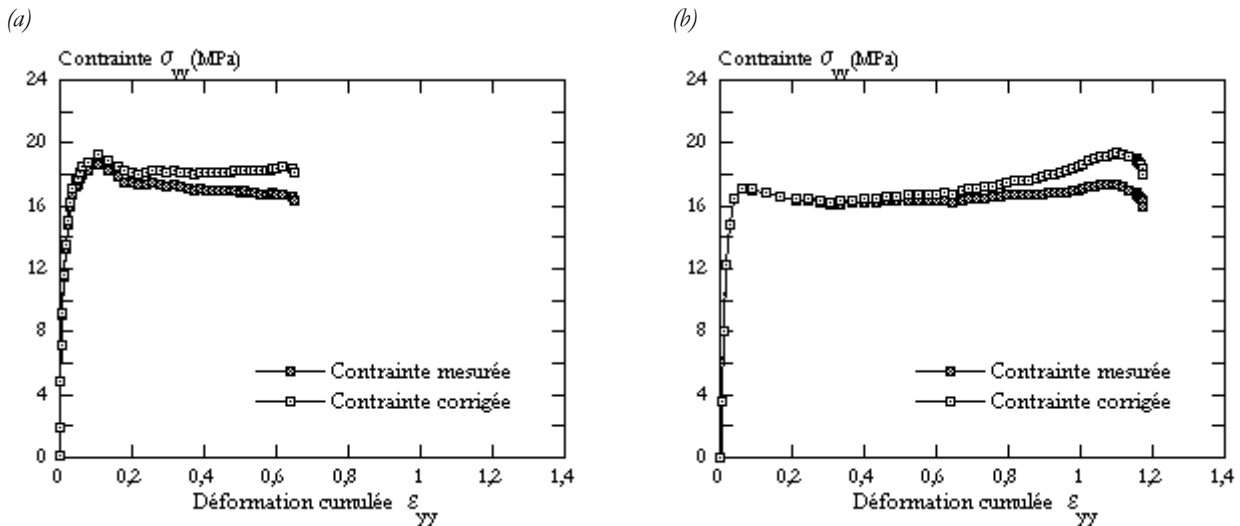


Fig. III-23 Comparaison des courbes contrainte-déformation corrigées ou non des effets de l'autoéchauffement. Essais à 10 mm/s (environ 2 s^{-1}) sur éprouvette de BMT222 (a) et de BA238G9 (b).

Malgré la simplicité de notre calcul nous pouvons conclure que la prise en compte de la température semble au vu de ces résultats nécessaire à la compréhension du comportement de nos matériaux.

III.1.F. SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION

Du fait de la localisation des déformations, il est impossible de relier simplement la vitesse de déformation et la vitesse de traverse. La mesure des déformations locales au cours du temps nous permet d'estimer les vitesses de déformation locales $\dot{\varepsilon}_{yy}$ et $\dot{\varepsilon}_{xx}$ par dérivation après une interpolation polynomiale (Fig. III-24).

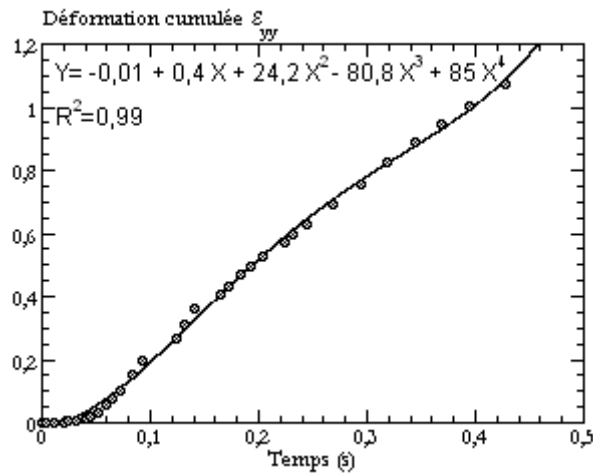


Fig. III-24 Interpolation polynomiale du quatrième ordre de la déformation longitudinale cumulée. Exemple d'un essai de traction à 20 mm/s du BMT222 à température ambiante.

La vitesse de déformation évolue de manière identique pour les deux matériaux (Fig. III-25). Notons qu'à grande vitesse, les effets thermiques peuvent influencer l'évolution des vitesses de déformation. Toutefois, celles-ci semblent varier peu pendant une large partie des essais. La valeur du plateau est également la valeur de la vitesse de sollicitation maximale atteinte au cours d'un essai.

Les évolutions de la contrainte vraie des deux polypropylènes sur une large fenêtre de vitesses de sollicitation sont portées Fig. III-26 et Fig. III-27.

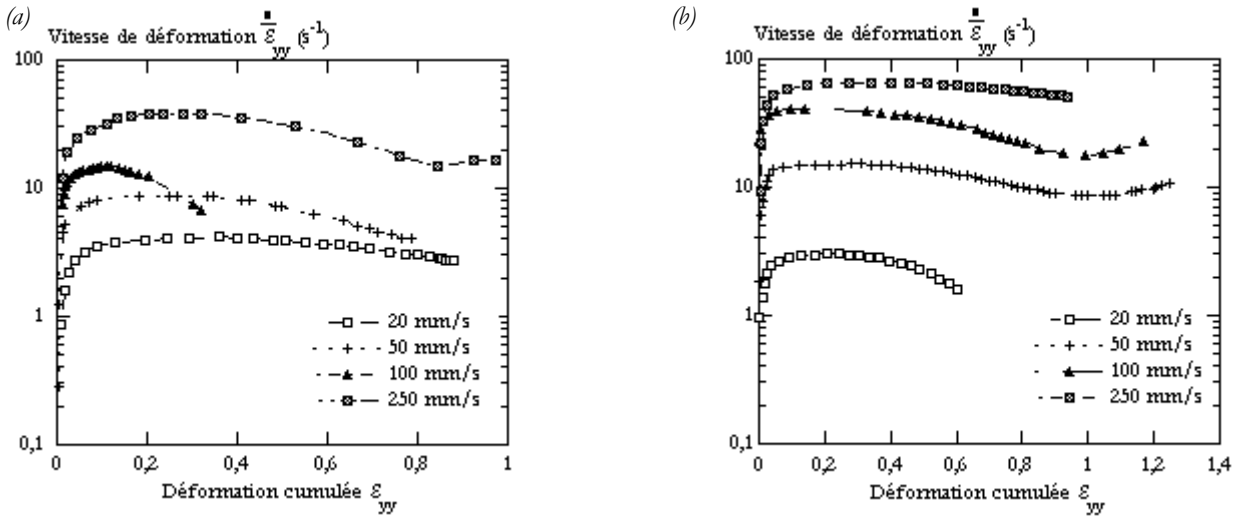


Fig. III-25 Evolution de la vitesse de sollicitation longitudinale du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au cours d'essais de traction à température ambiante.

Agrandissement

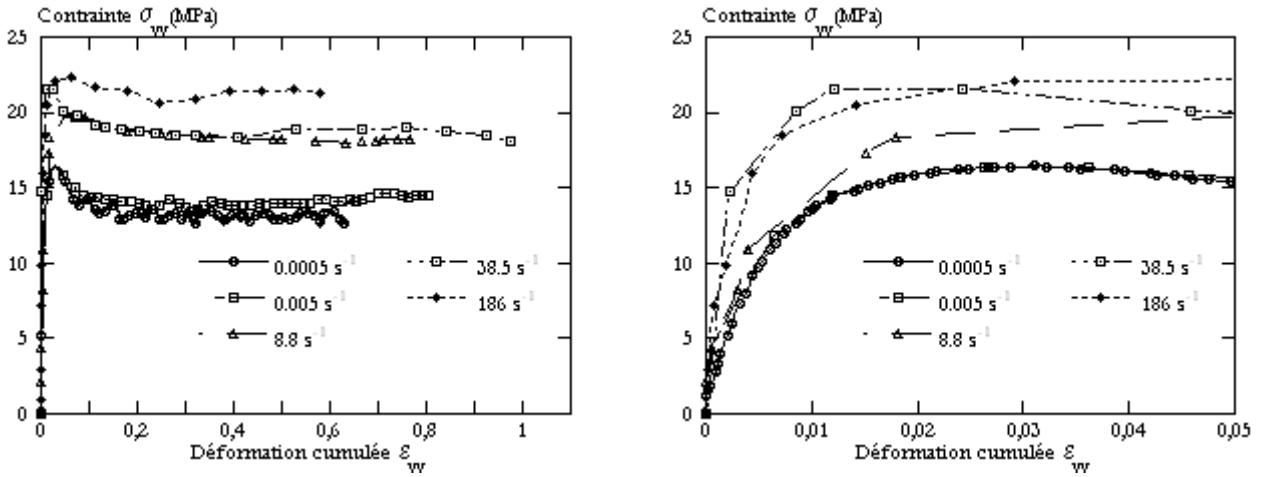


Fig. III-26 Sensibilité du comportement mécanique du BMT222 à la vitesse de sollicitation en traction. Evolutions des contraintes et déformations vraies à température ambiante.

Agrandissement

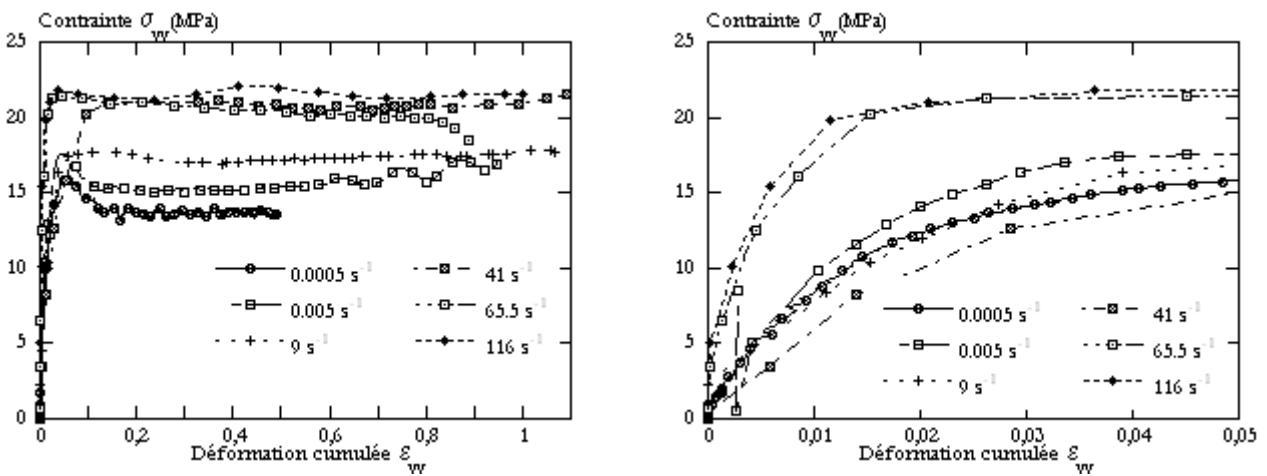


Fig. III-27 Sensibilité du comportement mécanique du BA238G9 à la vitesse de sollicitation en traction. Evolutions des contraintes et déformations vraies à température ambiante.

Le comportement des deux polypropylènes présente plusieurs similarités. Aux faibles déformations, le comportement est fortement non linéaire. Les effets de vitesse sont cohérents avec les évolutions de modules élastiques au chapitre II.

Les seuils apparents de plasticité pris au sommet du crochet augmentent légèrement avec la vitesse (Fig. III-28). Au-delà des seuils, l'analyse est perturbée par les échauffements.

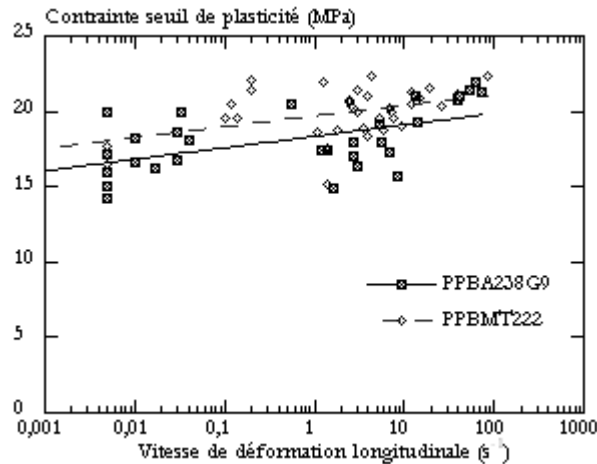


Fig. III-28 Sensibilité du comportement mécanique du BMT222 et du BA238G9 à la vitesse de sollicitation en traction. Evolutions des contraintes seuil à température ambiante.

Ceux-ci peuvent être corrigés, du moins en ordre de grandeur, via l'équation [III-5] (Fig. III-29). Cette correction permet d'une manière générale d'accentuer le durcissement en grandes déformations. Ceci met en évidence la prédominance de l'influence de l'adoucissement thermique sur les pentes des plateaux plastiques et confirme la dépendance à la vitesse des processus plastiques se développant dans nos matériaux.

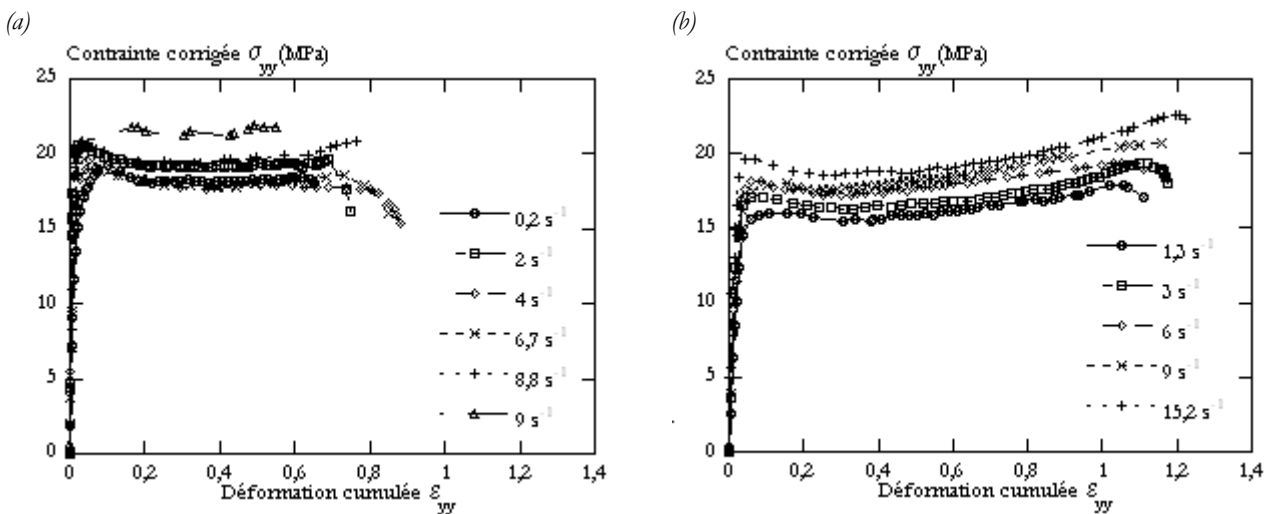


Fig. III-29 Sensibilité du comportement mécanique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) à la vitesse de sollicitation en traction. Evolutions des contraintes corrigées des effets de l'autoéchauffement.

A ce stade de la caractérisation mécanique, nous avons mis en évidence que le comportement de nos polypropylènes en grandes déformations est probablement de type viscoplastique endommageable avec écrouissage.

III.1.G. ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT

Nous avons démontré que le comportement viscoélastique des polypropylènes de l'étude est peu sensible à la direction de la sollicitation par rapport à la direction de prélèvement des éprouvettes. Cependant les processus élémentaires en grandes déformations peuvent être plus sensibles à l'anisotropie initiale du matériau. Il convient

donc de s'en assurer. Pour cela, des essais de traction sont réalisés avec une sollicitation parallèle (sens longitudinal) ou perpendiculaire (sens transverse) au sens de l'injection.

Les effets induits par la mise en œuvre sont différents pour nos deux polymères (Fig. III-30). Le comportement du polymère non chargé ne présente pas de différence significative selon la direction de sollicitation alors que le polymère chargé est clairement anisotrope mécaniquement, une sollicitation selon le sens longitudinal engendrant un niveau de contrainte plus élevé. Cet écart s'atténue toutefois à grande vitesse. La cinétique de variation de volume, quant à elle, est similaire dans les deux directions de sollicitation (Fig. III-31).

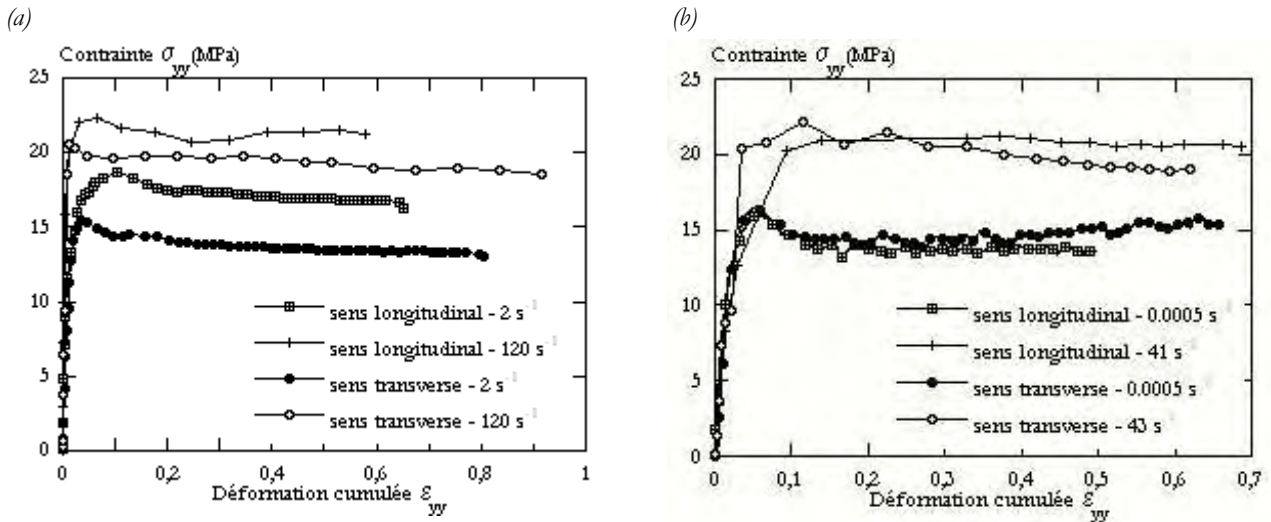


Fig. III-30 Influence de la direction de sollicitation du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) sur son comportement mécanique en traction. Evolutions des contraintes et déformations vraies à température ambiante.

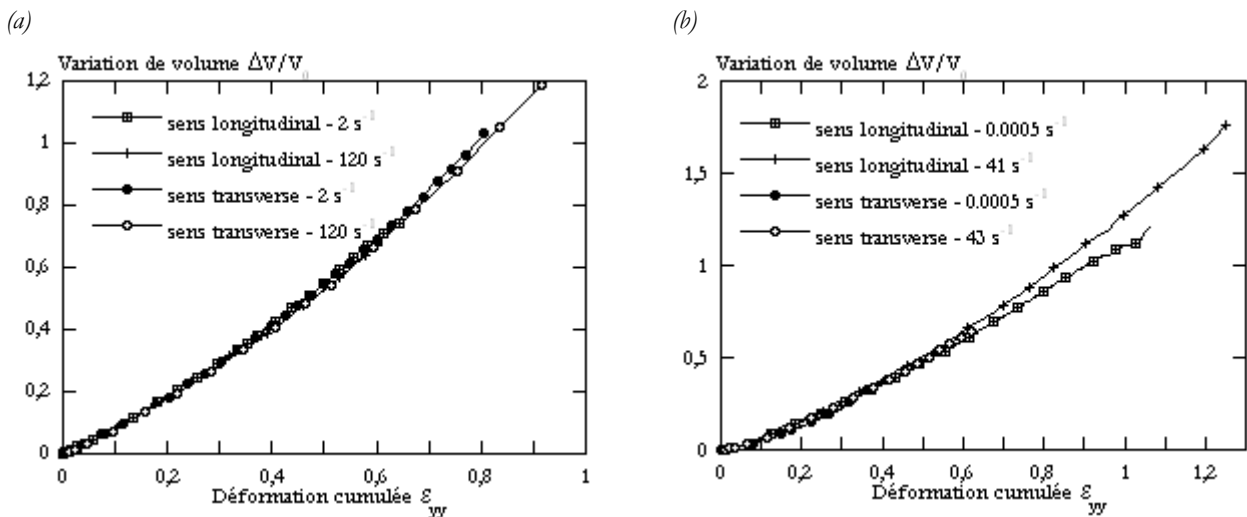


Fig. III-31 Influence de la direction de sollicitation du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) sur son comportement mécanique en traction. Evolutions des variations de volume à température ambiante.

La plus grande anisotropie constatée pour le matériau chargé pourrait être liée aux renforts plaquettaires qui s'orientent dans l'écoulement (se référer au chapitre I) comme suggéré dans la littérature (par exemple [26]).

Notons pour conclure que nous ne sommes pas à l'abri d'un effet d'anisotropie différent selon le mode de chargement. Nous utiliserons donc, sauf indication contraire, des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal dans la suite de ce travail.

III.1.H. CONCLUSION

Nous avons montré qu'une mesure locale des trois composantes de la déformation était bien nécessaire à la caractérisation des matériaux et permet une analyse sans ambiguïté des résultats expérimentaux.

Nous avons progressé dans la compréhension du comportement mécanique des polypropylènes BMT222 et BA238G9, sujets de cette étude. Les deux matériaux présentent une sensibilité à la vitesse de sollicitation sur toute la fenêtre de vitesses explorées [$5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ - 180 s^{-1}]. La dissipation mécanique au cours de la déformation de deux polypropylènes induit un autoéchauffement significatif au regard de leur thermo - dépendance. Ainsi, une prise en compte du couple (température, vitesse de sollicitation) paraît indispensable pour une bonne simulation du comportement mécanique de ces matériaux.

Notre étude montre également qu'une variation de volume importante a lieu dans nos matériaux. Il est clair au vu de ces résultats que la recherche de lois de comportement pour nos polymères doit s'orienter vers des solutions thermomécaniques couplées prenant en compte les effets de cavitation.

III.2. TRACTION UNIAXIALE MONOTONE SUR EPROUVETTES ENTAILLEES

Nous avons mis en évidence l'existence de phénomènes de cavitation dans nos polypropylènes au cours des sollicitations en traction. La sensibilité des phénomènes dilatants au mode de sollicitation et la volonté de reproduire des sollicitations complexes ont motivé la mise en place d'essais sur éprouvettes entaillées qui allient souplesse de mise en œuvre et richesse de l'instrumentation à une sollicitation triaxiale en pointe d'entailles [27].

III.2.A. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Les éprouvettes entaillées (Fig. III-32) sont usinées dans nos plaques dans le sens de l'injection (axe Y). La géométrie des éprouvettes présente soit une entaille circulaire de rayon de courbure ρ de 2 ou 5 mm soit une entaille en V avec un rayon de courbure de 1 mm en fond d'entaille. De plus, la longueur de ligament L_0 peut être variée.

Les éprouvettes sont désignées par une nomenclature de type $RC\rho L_0$ ou $RV\rho L_0$ selon la géométrie de l'entaille (C pour une entaille circulaire, V pour une entaille en V). Par exemple $RC2L8$ pour une géométrie circulaire avec un rayon de courbure ρ de 2 mm et une longueur L_0 égale à 8 mm [27].

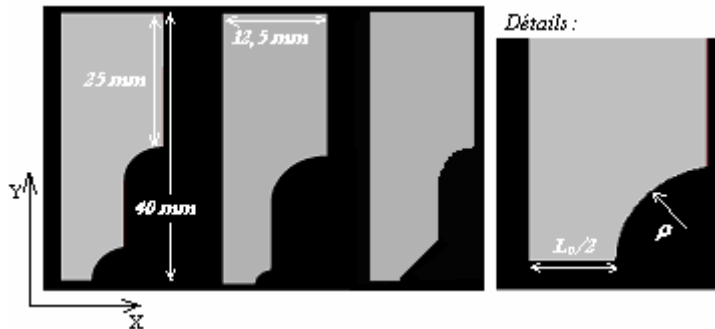


Fig. III-32 Schéma des éprouvettes de traction entaillées et du système de coordonnées associé.

Les essais sont conduits à vitesse de traverse constante de 2 ou 10 mm/s, correspondant respectivement à des vitesses de déformation moyennes de 1 ou de 5 s⁻¹. Nous utilisons le protocole de suivi par corrélation d'images et par caméra thermique. La mesure dans l'épaisseur devenant impossible nous postulons une symétrie du tenseur des contraintes validée sur éprouvettes lisses.

III.2.B. DEFORMATION LE LONG DU LIGAMENT

L'observation des champs de déformations indique que d'importantes hétérogénéités existent le long du ligament (Fig. III-33). Malgré des rayons d'entailles relativement 'doux', les déformations sont sensiblement plus élevées en pointe d'entaille. Dans ce cas, les notions de déformation et de contrainte moyennes dans une section perdent leur sens. Cette hétérogénéité évolue dans le temps. Ainsi, la déformation est localisée en pointe d'entaille au début de l'essai, puis se propage peu à peu vers le centre du ligament (Fig. III-34).

Par souci de clarté, nous représentons les évolutions des déformation normalisée: $\left(\frac{\Delta \varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{yy}^0} \right) / \left(\frac{\Delta \varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{yy}^0} \right)_{\text{moy}}$. ε_{yy}^0 est

la moyenne de la déformation sur la longueur du ligament à un instant donné alors que $\Delta \varepsilon_{yy}$ est la différence

entre la déformation locale à une abscisse donnée et cette déformation moyenne. $\left(\frac{\Delta\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{yy}^0}\right)_{moy}$ quant à lui est la

moyenne du rapport $\left(\frac{\Delta\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{yy}^0}\right)$.

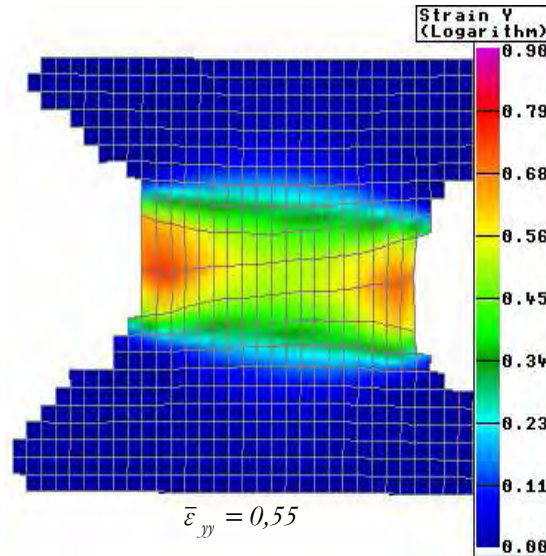


Fig. III-33 Evolution de la déformation longitudinale d'une éprouvette BMT222 au cours d'un essai de traction à 10 mm/s soit $\sim 5 \text{ s}^{-1}$ et à 20°C . Entaille circulaire. $\rho = 5 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$.

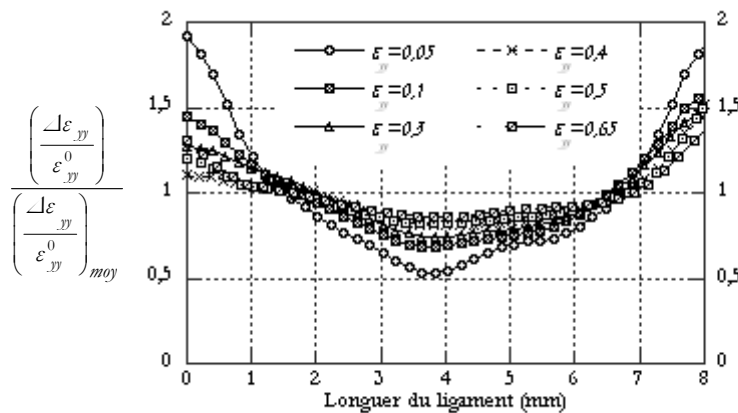


Fig. III-34 Evolution de la déformation longitudinale normalisée sur la longueur du ligament à différents stades de l'essai de traction sur éprouvette entaillée à 10 mm/s (environ 5 s^{-1}). Entaille circulaire. $\rho = 5 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$.

L'existence de ces hétérogénéités sont à relier avec la perturbation du champ de contraintes en points d'entailles. Elles sont le signe de la sensibilité du matériau aux sollicitations triaxiales.

III.2.C. HETEROGENEITE DE L'ENDOMMAGEMENT EN EPAISSEUR

L'observation par microscopie électronique à balayage (mode environnemental - électrons retro-diffusés) des faciès de rupture et de coupes des éprouvettes à différents stades de la déformation révèle la présence de cavités. Ces cavités ne sont pas réparties de manière homogène. Elles sont plus nombreuses et plus grosses en pointe d'entaille et à cœur des échantillons (Fig. III-35), et ceci pour les deux polypropylènes.

La zone de peau présente peu de porosité contrairement au cœur. De ce fait, le cœur des éprouvettes proche de l'entaille est ruiné bien avant que la rupture ne soit visible par l'expérimentateur à la surface. Cette

hétérogénéité pourrait être attribuée à la structure cœur-peau des pièces injectées. Toutefois, une contribution mécanique à cette hétérogénéité ne peut être écartée totalement car la pression hydrostatique est vraisemblablement plus importante à cœur.

Bien que, comme nous l'avons déjà souligné, les variations de volume à l'échelle macroscopique des deux polypropylènes soient comparables, les deux matériaux peuvent être différenciés par la taille des cavités. Celles-ci semblent plus petites et réparties de manière plus homogène dans le cas du matériau non chargé. Pour ce dernier, soulignons que si des décohésions de charges sont visibles, la matrice présente aussi des cavités, preuve qu'elle participe à l'endommagement.

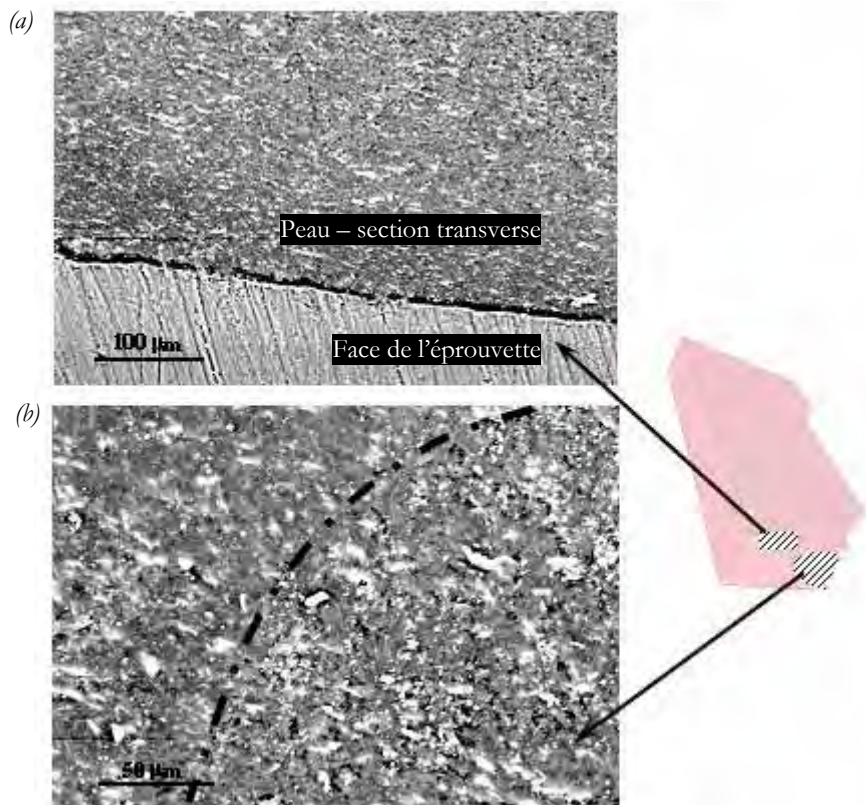


Fig. III-35 Observation de coupes transverses d'une éprouvette entaillée du BMT222. Entaille circulaire. $\rho = 5 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$. (a) A proximité de la peau de surface. (b) A proximité du fond d'entaille.

III.2.D. INFLUENCE DE L'ÉTAT DE TRIAXIALITE DES CONTRAINTES

Modifier le rapport ρ/L , appelé facteur de forme f , engendre une modification de l'état de triaxialité des contraintes. Ainsi les hétérogénéités diminuent lorsque le paramètre f augmente. Conjointement à cette observation, on relève un recouvrement des champs de déformation lorsque la longueur de ligament diminue. L'hétérogénéité résulte donc d'une compétition entre les effets du rayon de courbure, qui tend à localiser la déformation, et de la longueur de ligament. La variation de volume sur la longueur du ligament est une image de l'hétérogénéité de la déformation. Ainsi, on retrouve une évolution de l'hétérogénéité de la variation de volume avec le paramètre f analogue à celle observée pour les déformations longitudinales (Fig. III-36).

Ces observations rejoignent des travaux menés par ailleurs sur la sensibilité des polymères à la triaxialité des contraintes. Etudiant un polypropylène isotactique, Zebarjad et al. [28] soulignent l'existence d'une zone blanchie en pointe d'entaille en sollicitation de flexion trois ou quatre points. Ainsi, les auteurs démontrent l'existence d'une zone endommagée contenant des craquelures et des bandes de cisaillement contrairement au reste des éprouvettes. Le nombre de bandes de cisaillement diminue si l'on diminue le rayon de l'entaille et donc si on augmente les effets triaxiaux.

Il importe de souligner par ailleurs, que la variation de volume semble être maximale à une certaine distance du fond d'entaille physique. Thio et al. ont montré que lors d'essais d'impact IZOD sur éprouvettes entaillées, la rupture d'un polypropylène isotactique chargé de carbonate de calcium (CaCO_3) est amorcée en amont de l'entaille à une distance équivalente au rayon de courbure [29]. Al-Abdujabbar et Pan [30] ont montré par application des principes de la mécanique linéaire de la rupture au cas d'une fissure à fond arrondi que la contrainte principale maximale se situe à une distance proportionnelle au rapport du rayon de courbure par l'angle d'ouverture de la fissure.

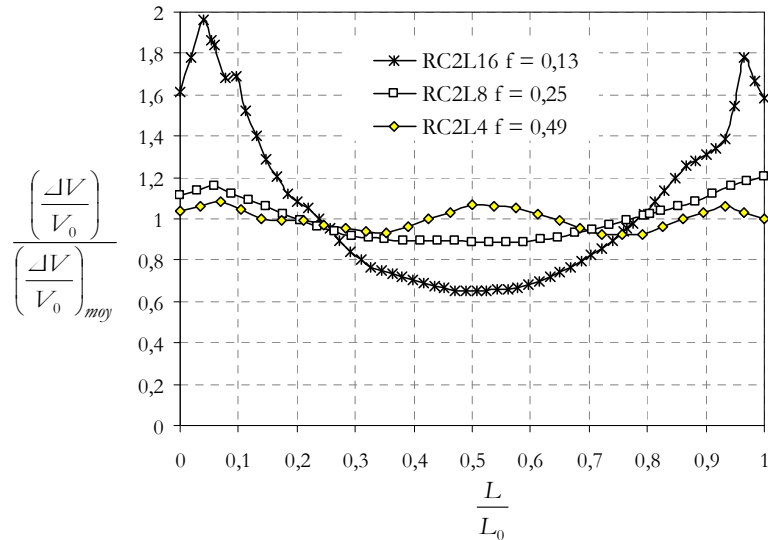


Fig. III-36 Hétérogénéité de la variation de volume normalisée sur la longueur de ligament en fonction de f à $\rho = 2 \text{ mm}$ constant. Essai de traction sur éprouvettes entaillées à 10 mm/s .

La variation de volume moyenne sur le ligament est supérieure à celle observée sur les éprouvettes lisses et augmente avec les effets triaxiaux (Fig. III-37).

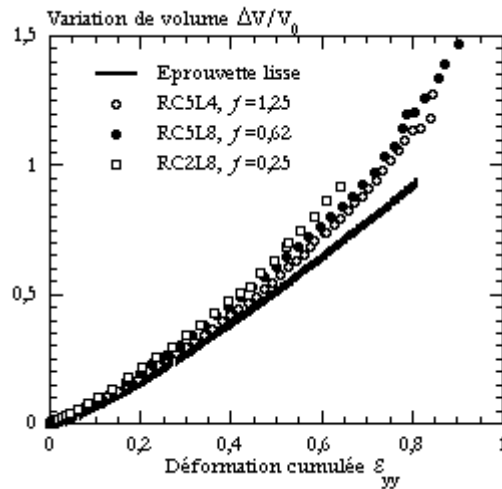


Fig. III-37 Variation de volume au cours d'essais de traction sur éprouvette BMT222 entaillées et lisse à 10 mm/s ($\sim 5 \text{ s}^{-1}$) et à température ambiante.

III.2.E. DISSIPATION INTRINSEQUE

Pour plus de lisibilité et étant donnée la similarité de la nature et de l'ampleur du phénomène d'autoéchauffement dans les deux matériaux (Fig. III-38), nous ne présentons ici que l'exemple du matériau chargé. Les conclusions pouvant être réitérées pour le matériau non chargé sans restriction.

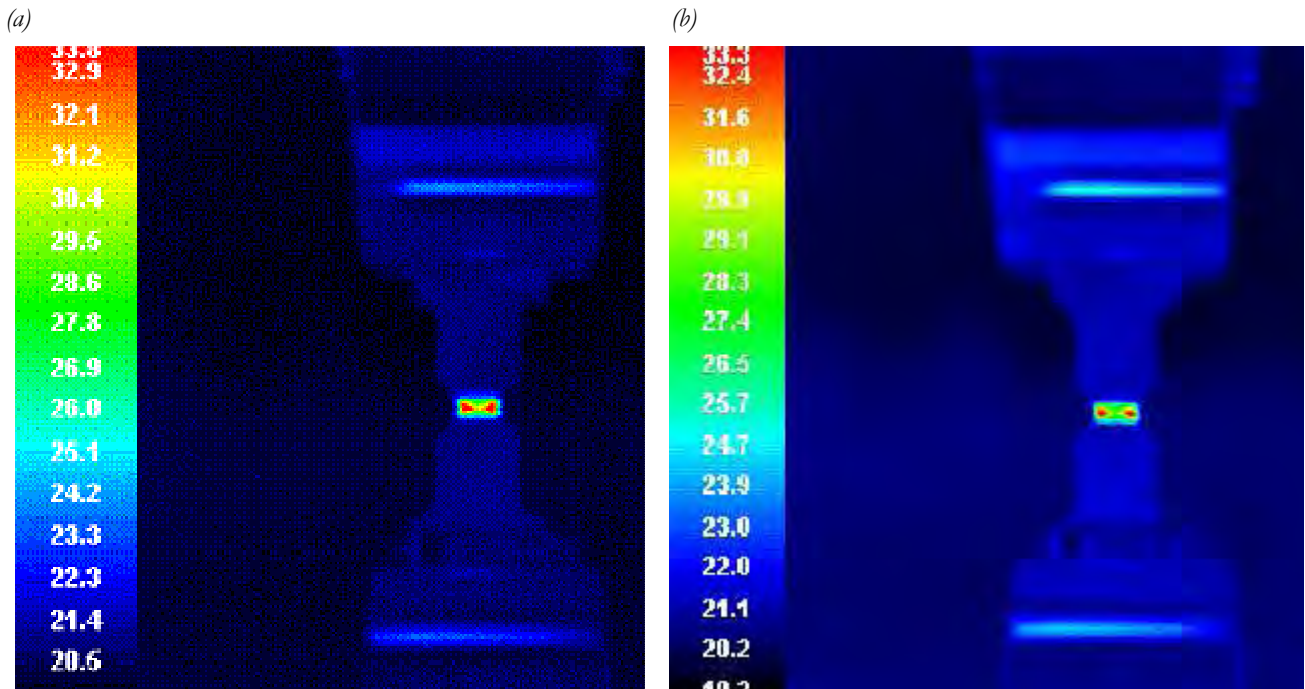


Fig. III-38 Champ de température enregistré lors d'un essai de traction réalisé sur une éprouvette BMT222 (a) et BA238G9 (b) à entaille en V à 2 mm/s pour une déformation de $0,5$.

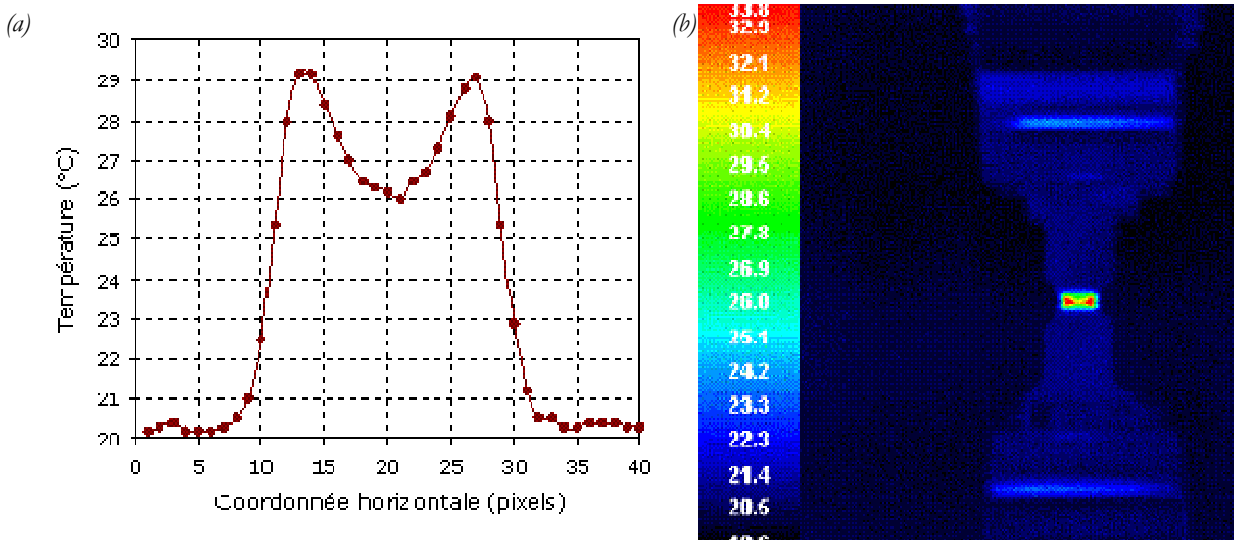


Fig. III-39 (a) Profil de température dans la zone du ligament lors d'un essai de traction réalisé sur une éprouvette BMT222 à entaille en V à 2 mm/s pour une déformation de $0,5$. (b) Champ de température correspondant.

Le profil de température observé sur les éprouvettes (Fig. III-39) confirme l'existence d'un autoéchauffement important au cours de la déformation (presque 9°C à 2 mm/s et à $\varepsilon_{yy} \cong 0,5$) clairement corrélé au champ de déformation. Des résultats similaires ont été obtenus par Van der Wal et al. [18] pour un mélange PP/EPDM avec une localisation de la dissipation intrinsèque en pointe d'entailles.

Comme le suggèrent Bougaut et Rittel [31], il est probable que la température maximale soit atteinte à une certaine distance des fonds d'entaille comme le sont la déformation et la variation de volume.

L'hétérogénéité de température augmente avec la vitesse de sollicitation (Fig. III-40 et Fig. III-41). En parallèle, la taille des 'points chauds' diminue avec la vitesse de déformation, signe d'une localisation accrue, ce qui rejoint les conclusions de Van der Wal et al. [18].

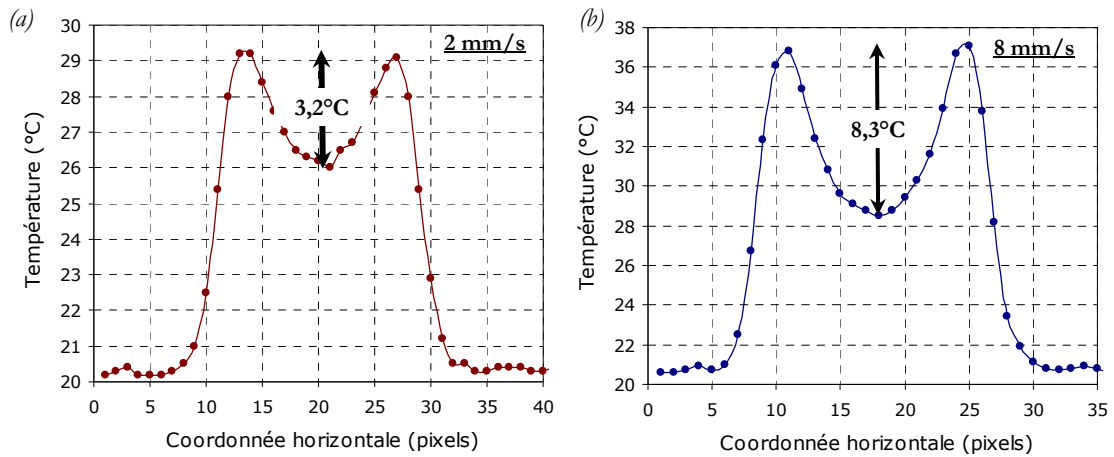


Fig. III-40 Profil de température dans la zone du ligament lors d'un essai de traction réalisé sur une éprouvette BMT222 à entaille en V à 2 (a) et 8 mm/s (b) pour une déformation de 0,5.

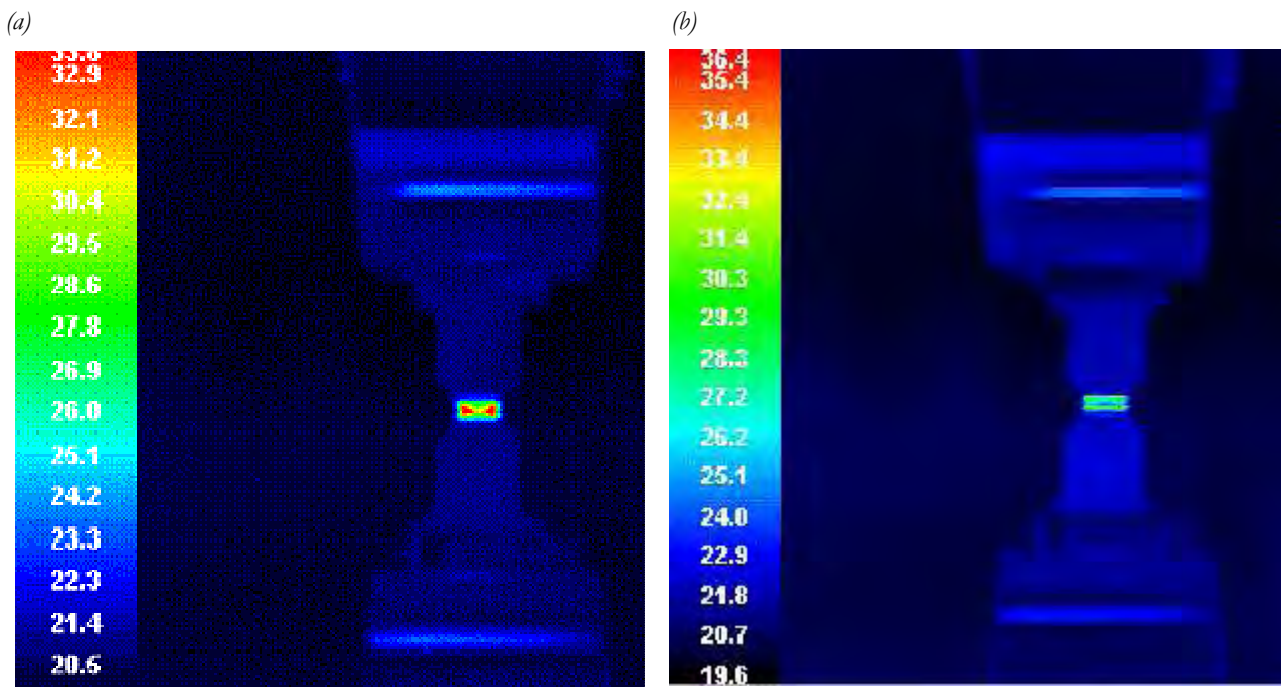


Fig. III-41 Champ de température enregistré lors d'un essai de traction réalisé sur une éprouvette BMT222 à entaille en V à 2 mm/s (a) à 8 mm/s (b) pour une déformation de 0,5.

Retenons ici que déformation locale, variation de volume et échauffement sont clairement fonction de la géométrie des entailles et suivent l'effet de concentration de contraintes que l'on imagine dans cette configuration.

III.2.F. SCENARIO DE L'ENDOMMAGEMENT

L'endommagement par formation de cavités au coeur de l'éprouvette apparaît dès le début de la déformation ($\varepsilon_{yy} \cong 0,2$, Fig. III-42). Les cavités croissent en nombre et en taille au cours de la déformation (Fig. III-42) et coalescent entraînant l'amorçage d'une fissure macroscopique dans l'épaisseur et proche des entailles.

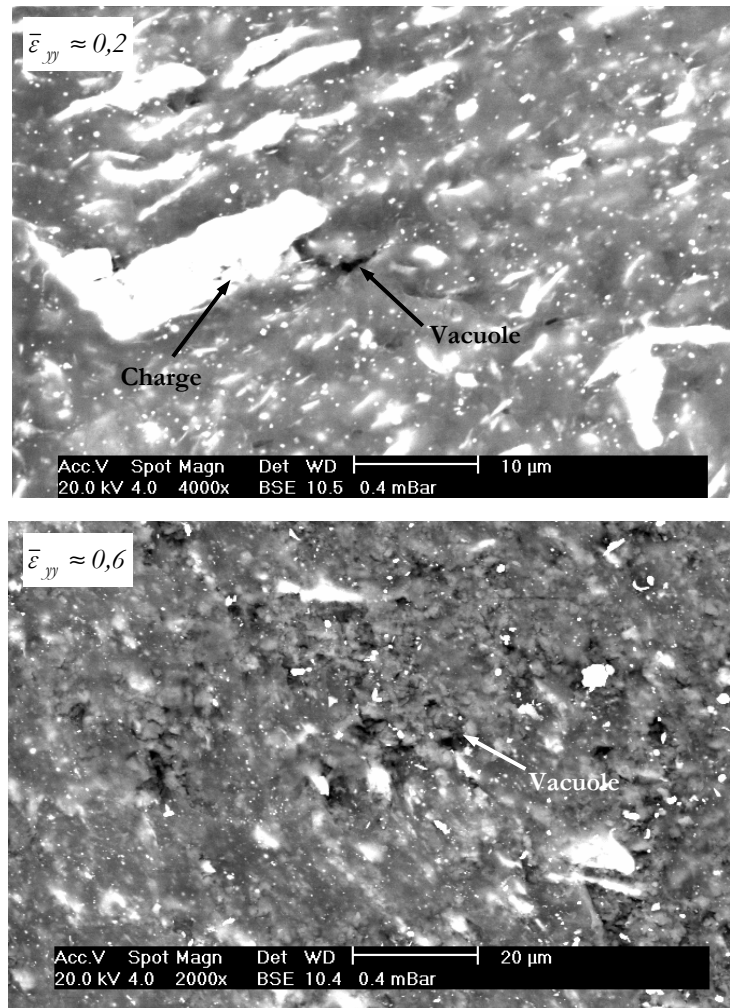


Fig. III-42 Observation de coupes transverses d'une éprouvette entaillée BMT222 à différents stades de la déformation. Entaille circulaire. $\rho = 5 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$.

A noter concernant le matériau chargé que les cavités observées ne sont pas forcément corrélées avec la présence d'une charge. Si de fortes décohésions sont visibles entre les charges et la matrice, certaines vacuoles semblent être amorcées dans des zones vierges de toute inclusion. Ceci laisse imaginer que si les charges favorisent la cavitation, elles ne sont pas forcément nécessaires, la matrice polymère pouvant présenter naturellement ce type d'endommagement notamment par ouverture de lèvres de craquelures.

A partir de ces diverses observations, un scénario d'endommagement (Fig. III-43) peut être proposé :

- (a) Des porosités apparaissent au cœur de l'éprouvette sous l'effet de la pression hydrostatique (plus importante à cœur) dès les faibles déformations. Les cavités sont situées à cœur et de répartition plus dense près des fonds d'entaille (Fig. III-44). L'amorçage de cet endommagement peut être favorisé par une microstructure sphérolitique plus grossière à cœur et par l'orientation des charges minérales dans cette zone (orientation préférentielle perpendiculairement à l'écoulement dans le moule donc perpendiculaire au sens de traction).
- (b) La taille des cavités augmente dans les zones proches des entailles sous les effets conjugués des efforts de traction et de la pression hydrostatique. Ainsi, les cavités dans les zones fortement sollicitées en traction vont croître plus rapidement dans la direction de la sollicitation.
- (c) Les porosités coalescent jusqu'à l'apparition d'une macroporosité dans l'épaisseur proche du fond d'entaille. La fissure n'apparaît pas en surface en raison de la structure cœur-peau de l'éprouvette. Certaines éprouvettes laissent clairement apparaître un trou à cœur alors que leur surface reste intègre et que rien dans l'évolution de la force ne laisse présager la rupture.
- (d) Cette fissure se propage vers la surface.

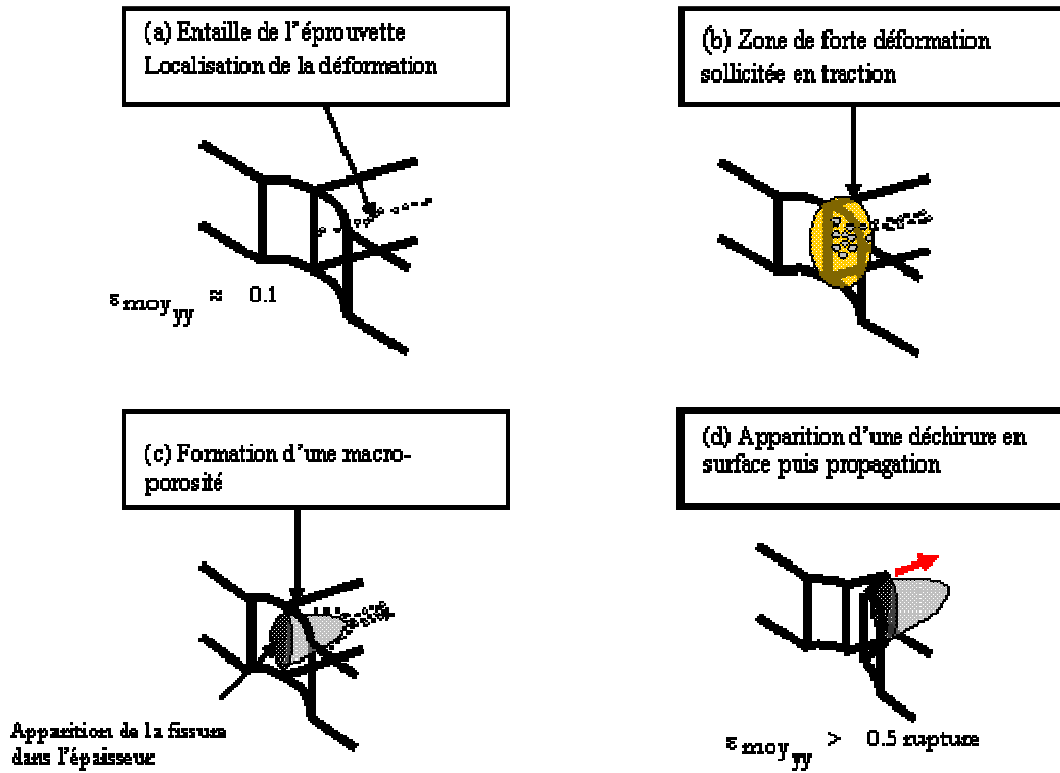


Fig. III-43 Mécanisme d'endommagement au cours de la déformation.

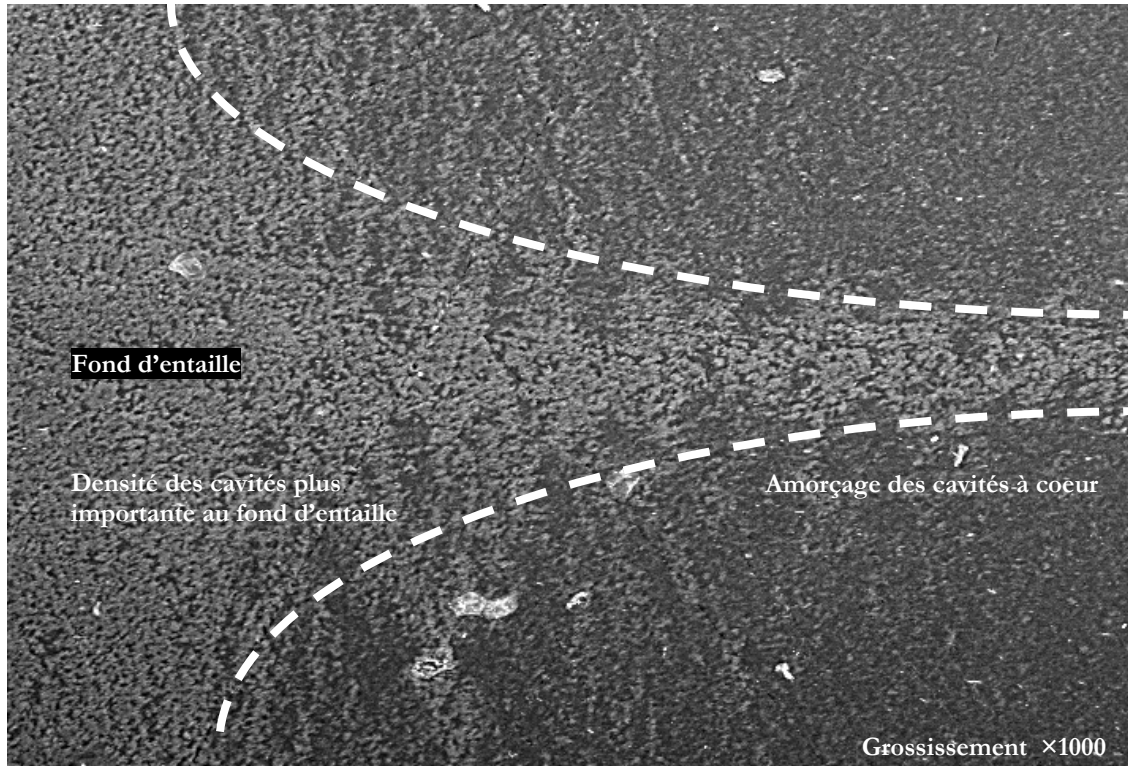


Fig. III-44 Observation d'une coupe transverse d'une éprouvette entaillée BA238G9 à différents stades de la déformation. Entaille circulaire. $\rho = 5 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$.

III.2.G. CONCLUSION

Dans l'objectif de se rapprocher des conditions de chargement complexe, des essais de traction sur éprouvettes entaillées ont été entrepris. Nous avons alors confirmé la perturbation du champ de déformation en pointe d'entaille.

Ces essais ont autorisé une caractérisation qualitative de la sensibilité à la triaxialité des contraintes. Les deux polypropylènes sollicités se sont révélés sensibles à ce paramètre. Nous avons alors observé une augmentation de la variation de volume avec la pression hydrostatique en pointe d'entaille et une modification de la localisation de la déformation.

Aux hétérogénéités transverses et longitudinales s'ajoutent une hétérogénéité dans l'épaisseur que l'on peut attribuer tant à la mise en oeuvre qu'à la sollicitation elle-même. Il serait donc dangereux d'exploiter les résultats en termes de contraintes et de déformations moyennes compte tenu des hétérogénéités observées et de l'échauffement observé.

Une observation microscopique de l'endommagement de nos matériaux a permis de plus de proposer un scénario d'amorçage et de croissance des cavités au cours des essais sur éprouvettes entaillées. L'objet du paragraphe suivant est la définition et la mesure d'une variable traduisant l'évolution macroscopique de cet endommagement.

III.3. MESURE DE L'ENDOMMAGEMENT

La notion de variable d'endommagement est couramment utilisée pour traduire la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux suite à des processus cavitationnels que ce soit pour des matériaux métalliques [32,33,34], des polymères [9,35,36] ou des composites à matrice céramique [37,38].

Les mesures mécaniques globales d'élasticité peuvent être interprétées en terme de variable d'endommagement grâce à la notion de contrainte effective introduite par Rabotnov (1963) et formalisée dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles par Lemaitre et Chaboche (1978) [39,40].

III.3.A. DEFINITION DE LA VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT

La variable d'endommagement représente une densité surfacique de cavités. Soit S l'aire d'une section de l'élément de volume repérée par sa normale \bar{n} (Fig. III- 45). L'endommagement crée des cavités et des fissures de formes diverses. Soit S_d l'aire totale de l'ensemble des traces des défauts corrigée des effets de concentration des contraintes et des interactions. L'aire résistante effective \tilde{S} est plus faible que S du fait de la réduction géométrique de la surface résultant de la présence des cavités, mais aussi des concentrations de contraintes au voisinage de celles-ci, alors $\tilde{S} = S - S_d$.

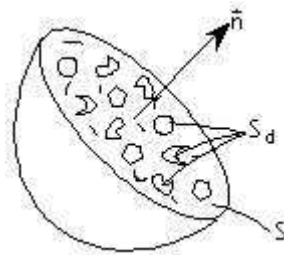


Fig. III- 45 Elément endommagé. Schématisation de la réduction de la section effective résistante.

A l'échelle microscopique, la mesure mécanique de l'endommagement local relativement à la direction \bar{n} , D_n , est l'aire relative des cavités et fissures coupées par le plan normal à la direction \bar{n} , S_d / S . Elle est donc comprise entre 0 à l'état vierge et 1 au moment de la rupture selon un plan normal à \bar{n} .

Le mode de chargement et la microstructure peuvent induire des directions privilégiées d'endommagement. Si l'anisotropie liée au chargement peut être étudiée au prix de campagnes d'essais multiples, il paraît difficile d'identifier la loi d'anisotropie microstructurale dans toutes les configurations. Pour cette raison, les auteurs ont souvent recours à des distributions particulières et théoriques des défauts. Quant à nous, faute de description précise de l'endommagement, nous envisageons en première approche le cas isotrope constitué de cavités et de fissures dont l'orientation est aléatoire et la distribution uniforme.

On suppose que le matériau endommagé se déforme macroscopiquement comme un matériau vierge équivalent qui serait le siège d'une contrainte $\tilde{\sigma}$, dite contrainte effective. En présence d'un endommagement isotrope de mesure scalaire D , la section résistante effective pour toute normale \bar{n} est donnée par l'équation [III-6].

$$\tilde{S} = S - S_d = S(1 - D) \quad \text{[III-6]}$$

$\tilde{\sigma}$ prend l'expression donnée à l'équation [III-7].

$$\tilde{\sigma} = \frac{F}{\tilde{S}} = \frac{\sigma}{(1 - D)} \quad \text{[III-7]}$$

où σ est la contrainte macroscopique apparente dans le matériau réel (contrainte usuelle).

Les lois de comportement du matériau endommagé sont celles qui décrivent le comportement du matériau vierge et dans lesquelles on remplace la contrainte usuelle par la contrainte effective. Ce principe d'équivalence en déformation s'applique en particulier à l'élasticité linéaire ce qui pour une sollicitation uni-axiale s'écrit (équation [III-8]) :

$$\varepsilon_e = \frac{\tilde{\sigma}}{E_0} = \frac{\sigma}{(1-D) \times E_0} \tag{III-8}$$

ε_e et E_0 étant respectivement la déformation élastique et le module élastique du matériau sain. La grandeur $((1-D) \times E_0)$ peut être interprétée comme le module élastique instantané du matériau endommagé que nous noterons \tilde{E} .

Ainsi, toute mesure du module élastique permet d'atteindre le paramètre d'endommagement D défini par l'équation [III-9].

$$D = 1 - \frac{\tilde{E}}{E_0} \tag{III-9}$$

III.3.B. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Dans notre cas, D est mesuré lors d'essais de traction cyclique. L'éprouvette est alors soumise à une sollicitation à une vitesse de traverse imposée de 1 mm/s interrompue par des décharges partielles à la même vitesse (Fig. III-46). La vitesse est suffisamment rapide sans induire trop d'échauffement ($\Delta T \leq 4^\circ\text{C}$). Les boucles de décharges sont calibrées de manière à éviter d'imposer une sollicitation en compression au matériau. Le protocole expérimental repose sur la mesure par corrélation d'images décrite au chapitre III.

Par application du principe d'équivalence en déformation, le paramètre d'endommagement D est calculé en fonction de la déformation longitudinale (Fig. III-47 – équation [III-10]) :

$$\begin{cases} D(0) = 0 \\ D(\varepsilon_i) \approx 1 - \frac{E_i}{E_0} \end{cases} \tag{III-10}$$

Dans cette équation, E_i est le module instantané à la $i^{\text{ème}}$ charge et E_0 le module initial.

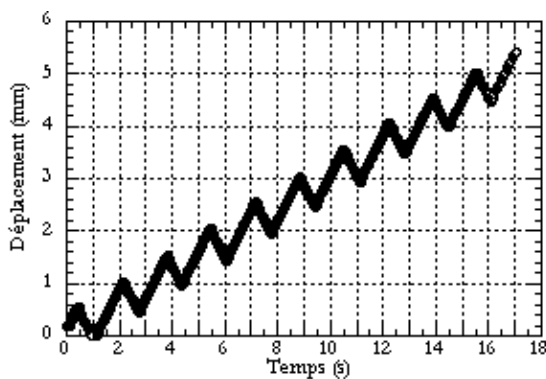


Fig. III-46 Essai de traction cyclique à vitesse de traverse imposée 1 mm/s .

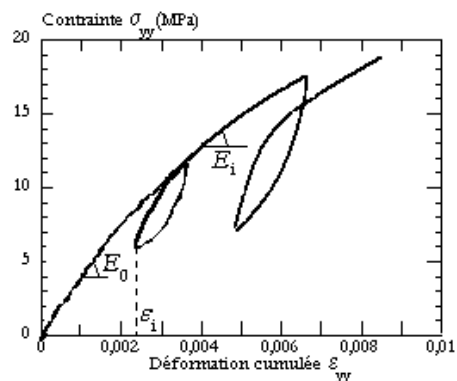


Fig. III-47 Illustration du schéma du calcul de la variable d'endommagement.

Etant donnée la forte non linéarité du comportement de nos matériaux, leur comportement viscoélastique est approché par un modèle de Kelvin-Voigt (Fig. III-48). L'optimisation des paramètres du modèle (le module d'Young E et la viscosité η) à chaque branche de charge est effectuée par analyse inverse par une méthode des moindres carrés.

Les éprouvettes sont du même type que celle utilisées précédemment (Fig. III-1). Toutefois nous utiliserons deux longueurs de zone utile différentes (5 mm comme précédemment et 25 mm) de manière à faire varier la vitesse de déformation initiale. Ainsi, pour la même vitesse de traverse, il est possible d'accéder à deux vitesses de déformation de l'ordre de $0,01$ et $0,1\text{ s}^{-1}$.

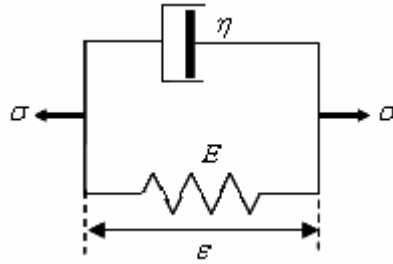


Fig. III-48 Schéma du modèle rhéologique unidimensionnel de Kelvin-Voigt.

III.3.C. EVOLUTION DU PARAMETRE D'ENDOMMAGEMENT

La réponse au chargement périodique des matériaux de l'étude présente des similarités avec leur comportement mécanique sous sollicitation monotone. L'allure de l'enveloppe extérieure est équivalente à celle obtenue en traction monotone (Fig. III-49 (a)).

Il importe de mettre l'accent sur la faible surface d'hystérésis pour les deux polypropylènes (Fig. III-49 à Fig. III-53). Cette observation souligne la faible dissipation visqueuse au cours de la déformation viscoélastique et rejoint les conclusions de nos essais DMA (chapitre II).

L'évolution du module élastique (Fig. III-49 (b)) est mesurée avec une incertitude d'environ 10% compte tenu de notre protocole. Cet intervalle est matérialisée par des barres verticales sur le graphe. Une chute brutale coïncidant avec l'apparition de la plasticité est observée à partir de déformations de l'ordre de $0,05$. La dégradation des propriétés mécaniques des deux matériaux est d'ampleur comparable. Elle se stabilise aux grandes déformations avec un module élastique endommagé quasiment constant mais environ six fois plus petit que le module initial.

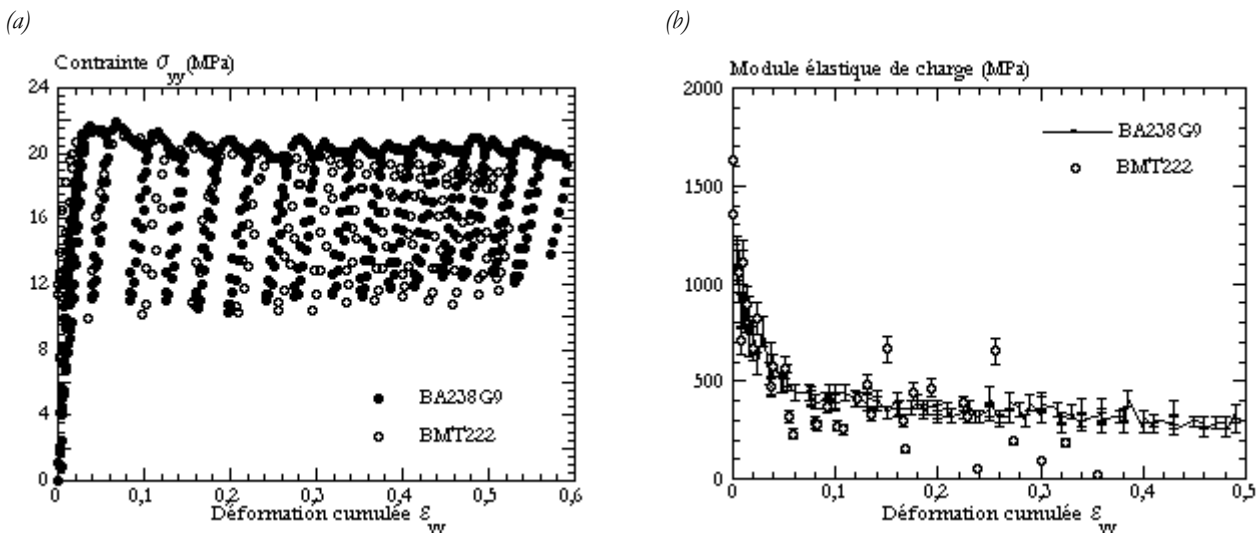


Fig. III-49 Réponse des polypropylènes au chargement cyclique à $0,1\text{ s}^{-1}$.
(a) Courbes contrainte - déformation. (b) Evolutions du module élastique, barres verticales d'erreur.

Ainsi les variations du paramètre d'endommagement des deux matériaux sont très similaires (Fig. III-50). Leurs évolutions montrent que la dégradation des propriétés débute dès les faibles déformations. Ces observations sont cohérentes avec l'amorçage rapide de la variation de volume dans nos résultats antérieurs (Fig. III-12 par exemple) et avec nos observations par microscopie électronique à balayage (Fig. III-42). La variable d'endommagement tend très vite vers une valeur limite. Des résultats équivalents ont été rapportés pour un polyéthylène téréphtalate (PET) renforcé [35] ou un composite stratifié alumine-fibres de carbone [37].

Rappelons que la variation de volume est quant à elle strictement croissante. Cette divergence d'évolution pourrait être le signe d'une croissance anisotrope de cavités (i.e. préférentiellement parallèlement à la traction) ou/et à un durcissement structural de la matrice.

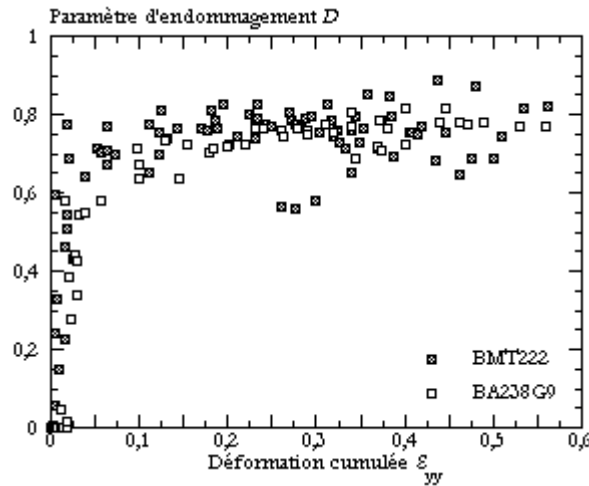


Fig. III-50 Evolutions de la variable d'endommagement dans les deux polypropylènes au cours d'un chargement cyclique à 1 mm/s (soit $\sim 0,1 \text{ s}^{-1}$) parallèle au sens d'injection des plaques.

Alors que le comportement du BMT222 est de toute évidence anisotrope, son module endommagé semble isotrope (Fig. III-51), ainsi que celui du matériau BA238G9 (Fig. III-52). Nous constatons à nouveau une concordance avec les évolutions de volume mesurées en traction monotone (Fig. III-31).

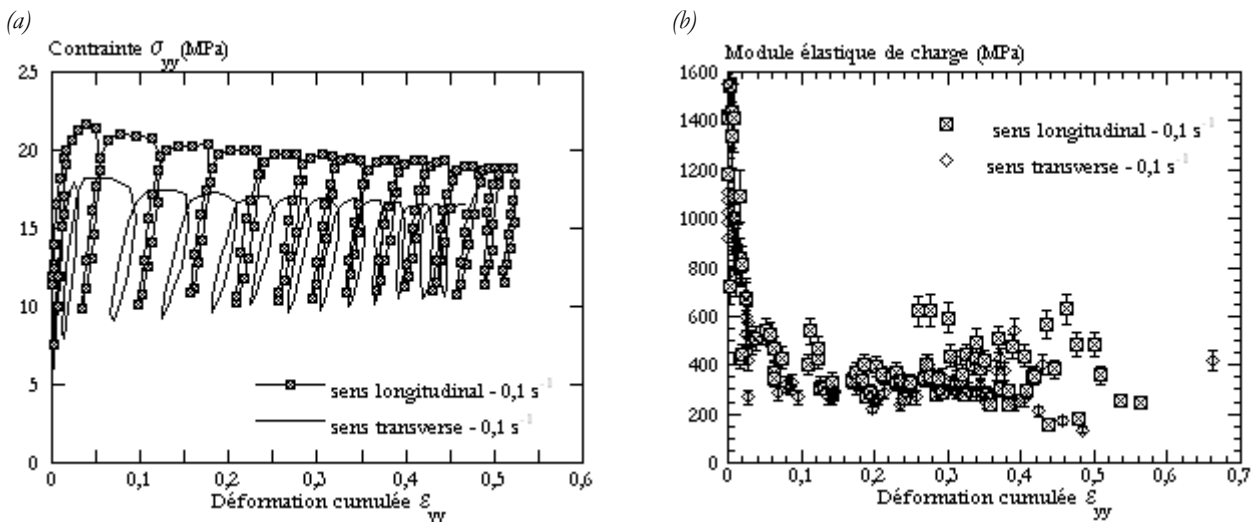


Fig. III-51 Réponse du polypropylène BMT222 au chargement cyclique à 1 mm/s . Sollicitation parallèle (sens longitudinal) ou perpendiculaire (sens transverse) à la direction d'injection. (a) Courbes contrainte - déformation. (b) Evolutions du module élastique, barres verticales d'erreur.

De plus, tout comme la variation de volume (Fig. III-12), les modules endommagés des deux matériaux (Fig. III-53 et Fig. III-54) ne dépendent pas de la vitesse de déformation.

La légère différence de sensibilité à la vitesse du comportement des deux polymères (Fig. III-26 et Fig. III-27) se répercute sur la variable D . Ainsi si elle ne dépend pas de la vitesse pour le matériau chargé, elle est légèrement sensible à ce paramètre pour le BA238G9 (Fig. III-55).

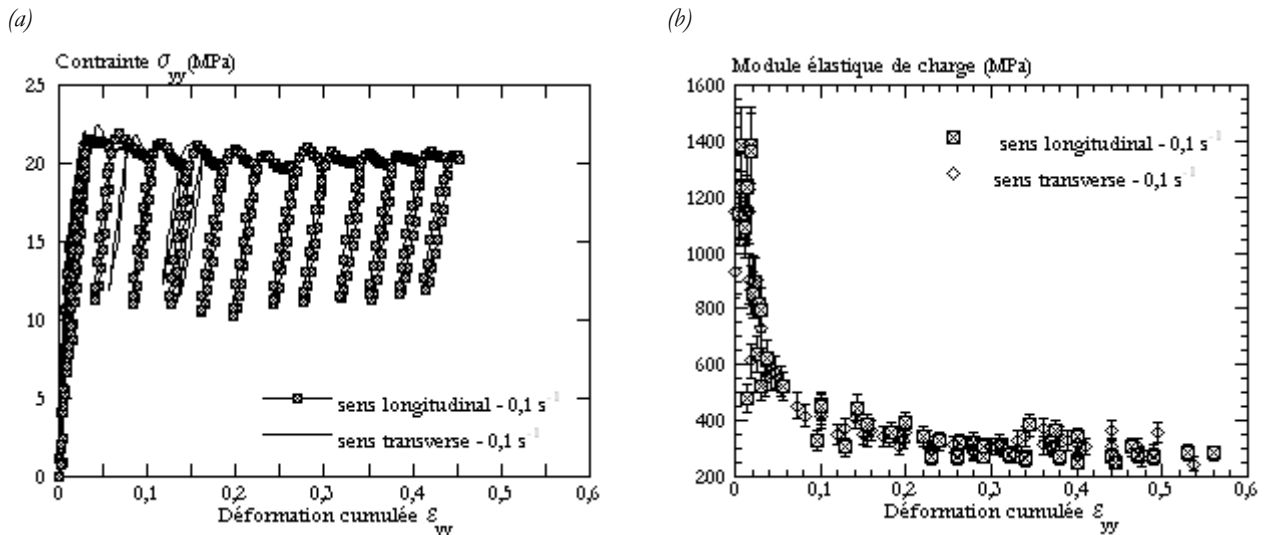


Fig. III-52 Réponse du polypropylène BA238G9 au chargement cyclique à 1 mm/s . Sollicitation parallèle (sens longitudinal) ou perpendiculaire (sens transverse) à la direction d'injection.
 (a) Courbes contrainte - déformation. (b) Evolutions du module élastique, barres verticales d'erreur.

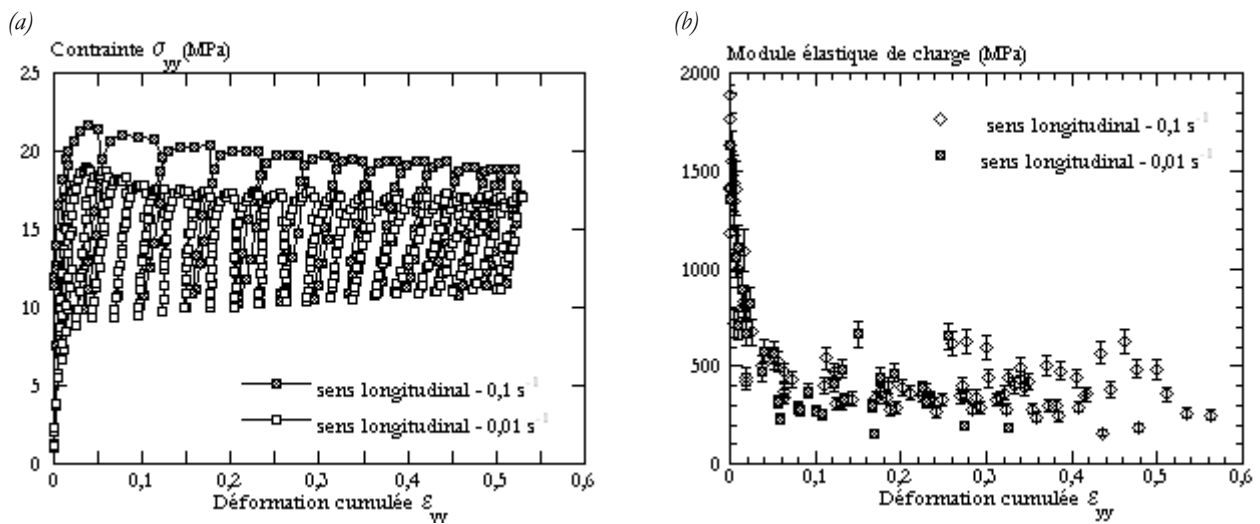


Fig. III-53 Réponse du polypropylène BMT222 au chargement cyclique à $0,1$ ou $0,01 \text{ s}^{-1}$.
 (a) Courbes contrainte - déformation. (b) Evolutions du module élastique, barres verticales d'erreur.

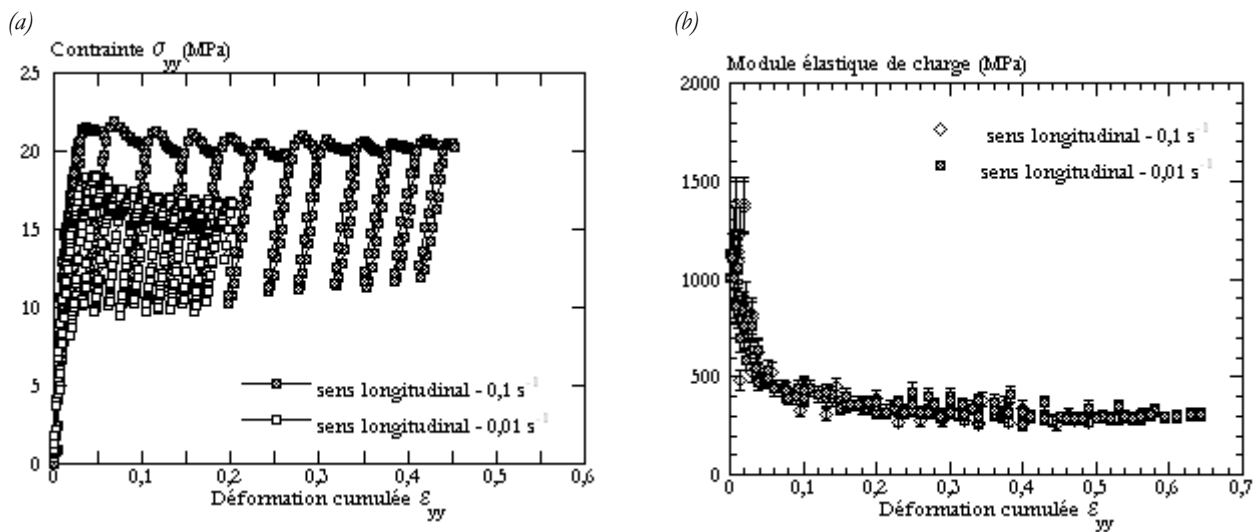


Fig. III-54 Réponse du polypropylène BA238G9 au chargement cyclique à $0,1$ ou $0,01 \text{ s}^{-1}$.
 (a) Courbes contrainte - déformation. (b) Evolutions du module élastique, barres verticales d'erreur.

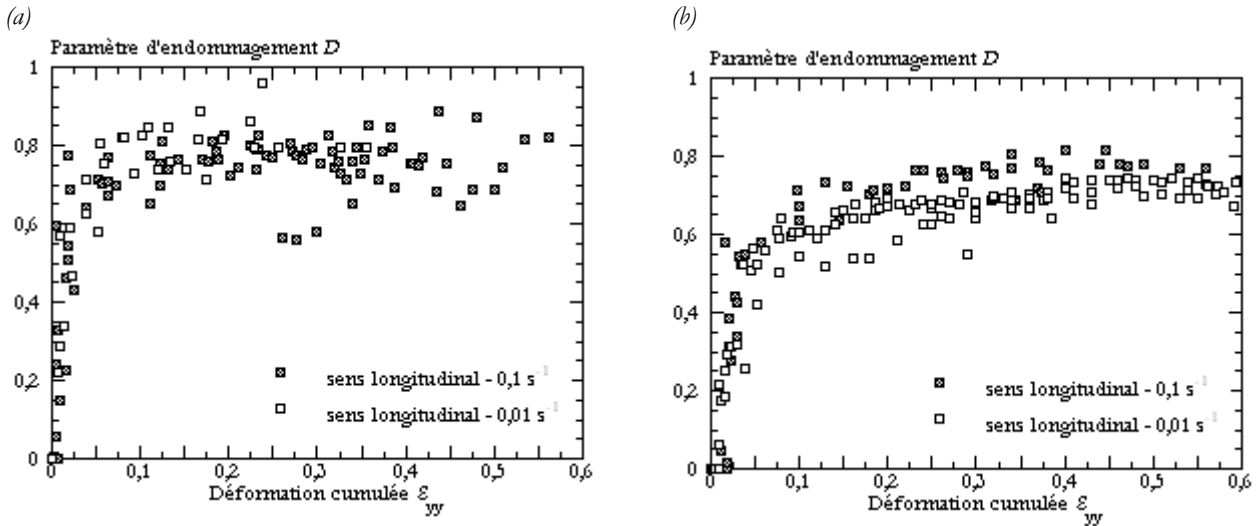


Fig. III-55 Evolutions de la variable d'endommagement au cours de chargements cycliques parallèles au sens d'injection des plaques du matériau BMT222 (a) et du BA238G9 (b).

D'autre part, les évolutions du paramètre D pour les deux matériaux et les deux directions de sollicitation soulèvent un écart (plus évident sur les courbes lissées Fig. III-57) entre les essais conduits parallèlement ou perpendiculairement au sens de l'injection avec une cinétique d'endommagement plus rapide quand la sollicitation est parallèle à la direction principale d'injection.

III.3.D. MODELISATION DE L'ENDOMMAGEMENT

Au vu d'une utilisation de la variable d'endommagement dans un formalisme de loi de comportement, il est indispensable d'en modéliser la loi d'évolution. Ce modèle phénoménologique traduira le cumul de l'endommagement au cours de la déformation ainsi que les modifications engendrées sur les propriétés mécaniques des matériaux.

En première approche, nous avons choisi une fonction d'endommagement unidimensionnelle qui reproduit phénoménologiquement nos observations (équation [III-11], Fig. III-56).

$$D = D_c \times \tanh(c \varepsilon_{yy}^m) \tag{III-11}$$

où D_c est la valeur de saturation de la variable d'endommagement macroscopique D ; c et m sont les paramètres à optimiser ; ε_{yy} est la déformation longitudinale cumulée définie aux équations [III-1] et [III-2].

Les paramètres de la loi d'endommagement sont identifiés simultanément par analyse inverse en utilisant la méthode d'optimisation des moindres carrés. Les paramètres retenus pour chaque gamme d'essais sont regroupés Tableau III- 3 et Tableau III-4 et les courbes à la Fig. III-57 . La forme simple de la loi ne permet pas de reproduire les évolutions de la variable d'endommagement avec un seul jeu de paramètres pour toutes les vitesses. Nous reviendrons sur ce point dans la seconde partie du document de thèse et nous verrons alors la solution envisagée pour prendre en compte la sensibilité à la vitesse de la variable d'endommagement.

	Direction de la sollicitation	D_c	c	m
PP chargé BMT222	// (longitudinal)	0,76	2710	2
	⊥ (transverse)	0,74	2895	2,2
PP non chargé BA238G9	// (longitudinal)	0,74	1554	2,2
	⊥ (transverse)	0,68	2518	2,2

Tableau III- 3 Paramètres des lois d'endommagement à 0,1 s⁻¹.

	Direction de la sollicitation	D_c	c	m
PP chargé BMT222	// (longitudinal)	0,77	2040	1,9
	⊥ (transverse)	0,73	1391	2
PP non chargé BA238G9	// (longitudinal)	0,67	1199	2,2
	⊥ (transverse)	0,57	1275	2,2

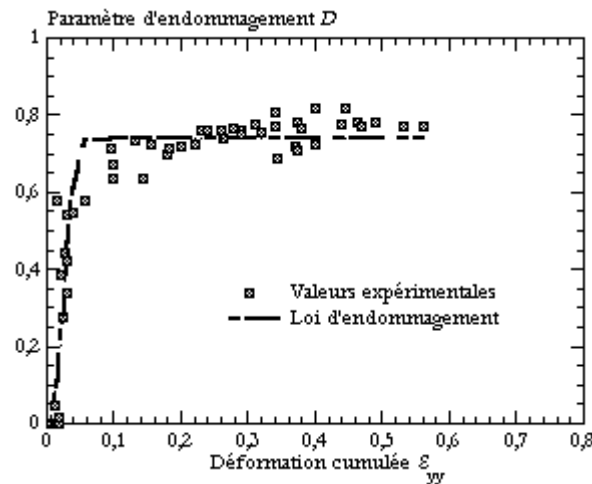
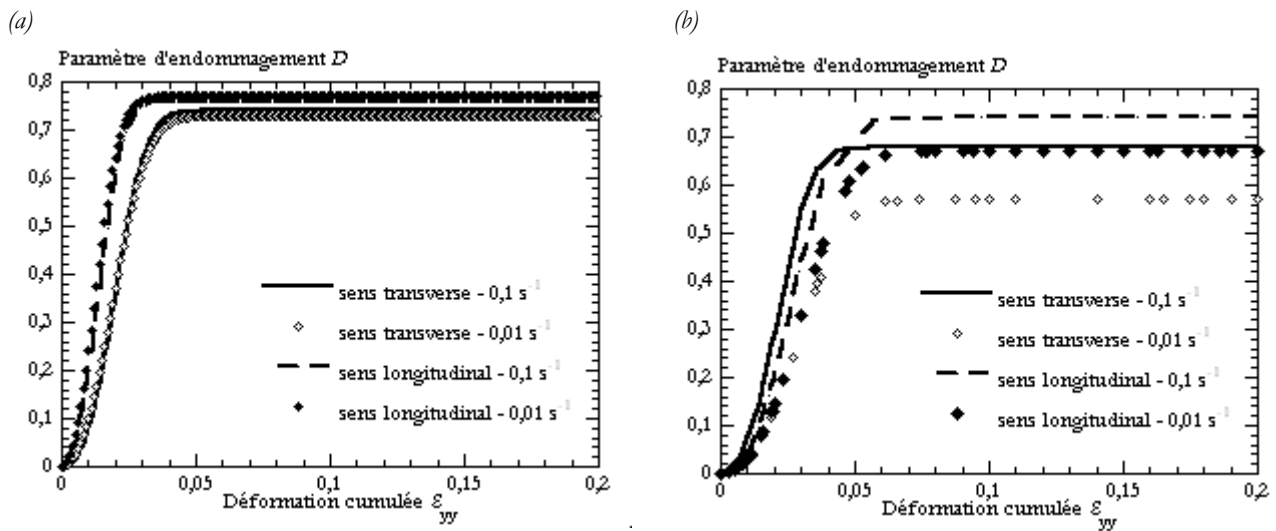
Tableau III-4 Paramètres des lois d'endommagement à $0,01 \text{ s}^{-1}$.Fig. III-56 Confrontation du modèle d'endommagement aux valeurs mesurées expérimentalement. Evolution de la variable d'endommagement du BA238G9 au cours d'un chargement cyclique à 1 mm/s (soit $\sim 0,1 \text{ s}^{-1}$) parallèle au sens d'injection des plaques.

Fig. III-57 Reproductions de la variable d'endommagement au cours de chargements cycliques du BMT222 (a) et du BA238G9 (b).

III.3.E. CONCLUSION

La définition d'une variable macroscopique d'endommagement nous a permis de résumer en un seul paramètre l'histoire de l'évolution du matériau de l'état vierge à l'amorçage de la fissure.

Nos résultats mettent en évidence l'amorçage des processus cavitationnels dès la déformation viscoélastique et l'existence d'un seuil de saturation de la variable d'endommagement atteint au moment de l'apparition de la plasticité.

A partir d'outils mathématiques simples, une loi phénoménologique d'évolution de l'endommagement a été proposée. Ce modèle s'avère apte à décrire de manière fidèle la cinétique de l'endommagement au cours de la déformation. Sa formulation reste cependant limitée au cas unidimensionnel. Au vu d'une implémentation dans un code de calcul, une écriture incrémentale et des efforts d'adaptation au $3D$ seront nécessaires.

Le chapitre V traitera en détail ces points ainsi que la démarche générale de construction de lois de comportement tenant compte de l'endommagement.

III.4. CHARGEMENT EN CISAILLEMENT

La compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement nécessite l'exploration de la réponse des matériaux sous différents chargements élémentaires. De plus, les chocs impliquent souvent un état de contrainte complexe. Il est donc impératif de diversifier les moyens de caractérisation mécanique et en particulier d'étudier le comportement de nos polymères en cisaillement.

III.4.A. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

Réaliser un essai de "cisaillement simple" n'est pas chose facile. En effet, il est souvent difficile de s'affranchir d'artefacts qui modifient le champ local de déformations. Dans notre étude, nous avons testé deux types de dispositifs que nous désignerons par convention :

- « Double cisaillement » où deux tronçons de polymères sont testés entre trois inserts (Fig. III- 58 (a)) ;
- « Glissement simple » où un tronçon de polymère est testé entre deux inserts (Fig. III- 58 (b)).

Dans les deux cas, les essais sont conduits à température ambiante et les éprouvettes sont recouvertes d'un mouchetis aléatoire. La technique de corrélation d'images autorise la vérification de la nature exacte du chargement à partir des champs de déformations mesurés.

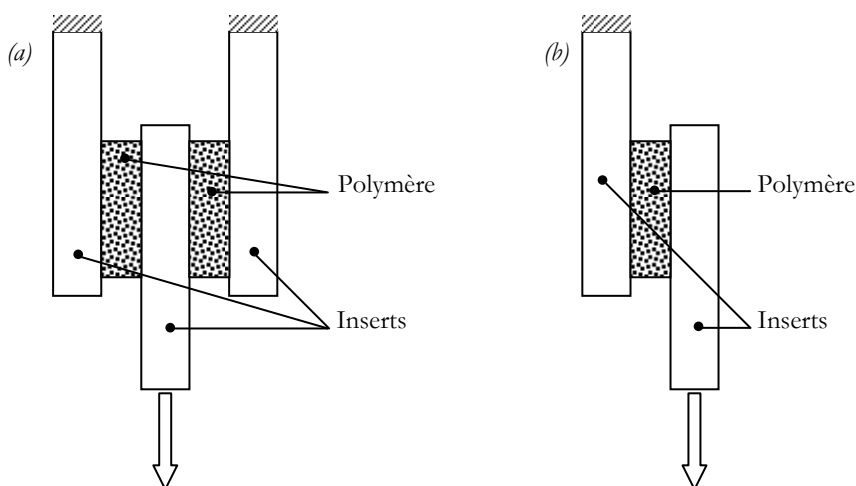


Fig. III- 58 Schéma du principe du double cisaillement (a) et du glissement simple (b).

III.4.A.1. DISPOSITIF DE DOUBLE CISAILLEMENT

Le montage expérimental de double cisaillement est adapté sur une machine de traction/compression à vérin hydraulique. La branche du milieu est entraînée par la traverse alors que les branches extérieures sont solidaires du bâti (Fig. III-59). Cette géométrie, déjà utilisée dans le laboratoire [41], permet de localiser la déformation en cisaillement en limitant les déformations de type élévation.

L'éprouvette de géométrie en double H (Fig. III-60) est prélevée parallèlement au sens de l'injection dans toute l'épaisseur des plaques (3 mm). Les vitesses explorées s'étendent de : 0,1 à 10 mm/s. Pour améliorer la précision de la prise de vue et de la mesure de la déformation, nous avons suivi à chaque fois la déformation d'un seul tronçon (Fig. III-59 (c)).

Ces éprouvettes présentent deux inconvénients :

- La présence de trous peut localement perturber le chargement ;
- Deux tronçons sont sollicités sans que nous puissions garantir qu'ils le sont de manière strictement équivalente.

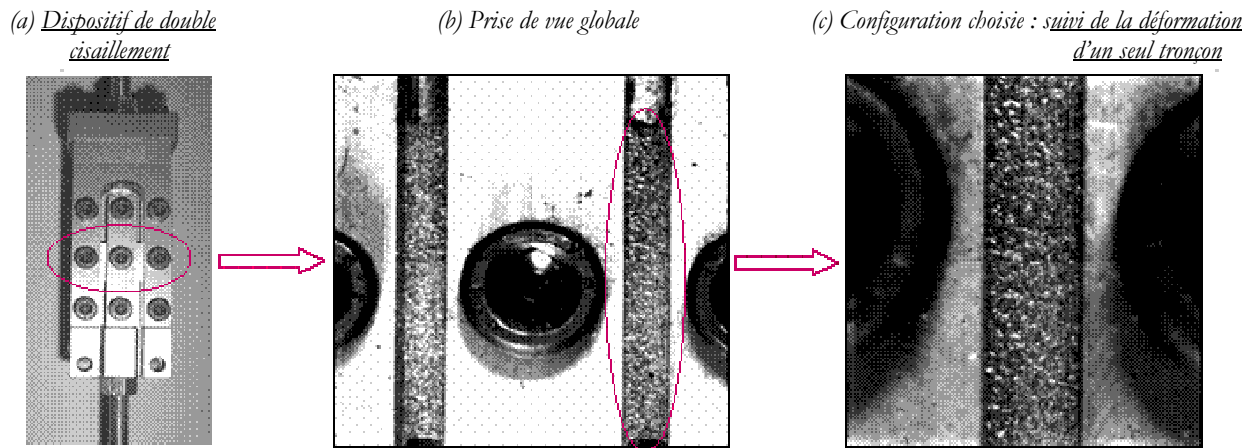


Fig. III-59 Dispositif de double cisaillement. (a) Photo des mors. (b) Prise de vue globale de l'éprouvette. (c) Configuration choisie pour la mesure de la déformation : prise de vue d'un seul tronçon.

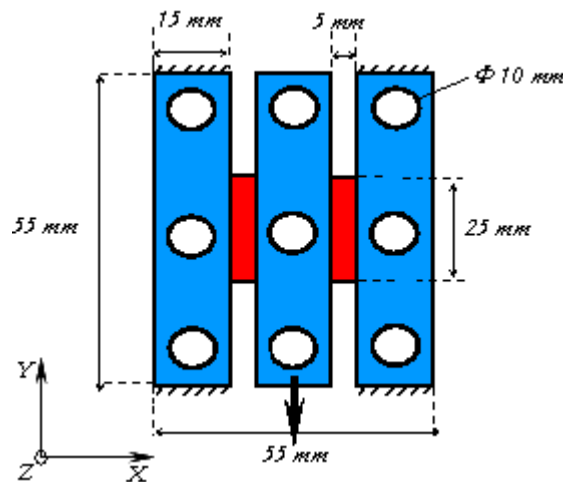


Fig. III-60 Schéma d'une éprouvette de double cisaillement et du système de coordonnées associé.

III.4.A.2 DISPOSITIF DE GLISSEMENT SIMPLE OU IOSIPESCU

L'emploi d'un deuxième dispositif, réalisé selon le modèle d'essais Iosipescu (Fig. III-61), permet de pallier ces inconvénients. Dans ce cas, les têtes d'éprouvette sont maintenues solidaires de mors de serrage. Le déplacement à vitesse imposée est transmis au mors mobile guidé par une colonne à billes lubrifiée. Les vitesses explorées sont : 0,1 - 1 et 8,5 mm/s.

Il est à noter que les éprouvettes sont entaillées afin de favoriser la localisation de la déformation en cisaillement, l'angle d'entaille contrôlant en partie le champ de déformation. Nous testons donc trois valeurs : 26,5°, 90° et 120° (Fig. III-62). La longueur totale de l'éprouvette est ajustée pour chaque angle d'entaille afin de conserver constantes la hauteur de l'entaille H et la longueur de ligament L . L'analyse de l'homogénéité des champs de déformation nous conduit à choisir un angle de 90 ° pour la plupart de nos essais. Ces résultats préliminaires sont détaillés en annexe (annexe I).

Les essais ont été conduits à température ambiante sur des éprouvettes prélevées parallèlement ou perpendiculairement à la direction d'injection dans toute l'épaisseur des plaques.

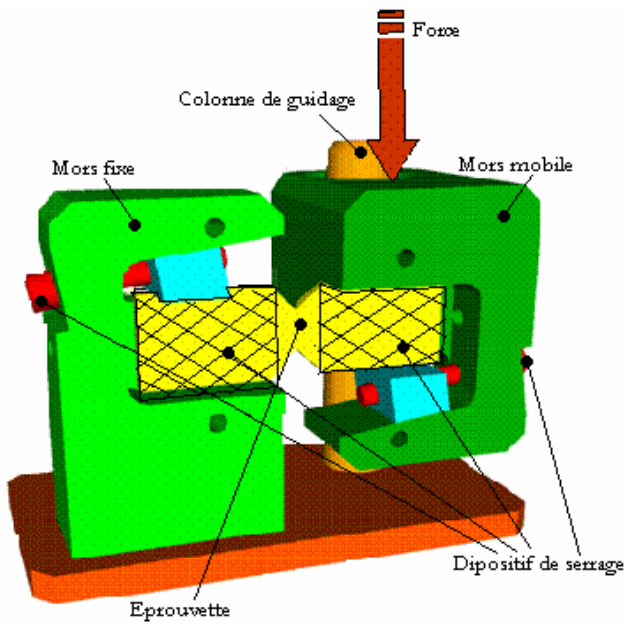


Fig. III-61 Description de l'essai de cisaillement Iosipescu.

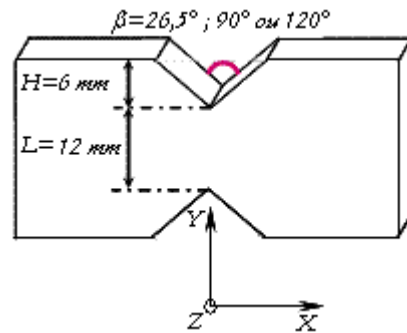


Fig. III-62 Schéma d'une éprouvette de cisaillement Iosipescu et du système de coordonnées associé.

III.4.B. RESULTATS ET DISCUSSION

Avec ces dispositifs nous espérons provoquer des cisaillements simples que nous caractériserons par un angle $\alpha(t)$ par rapport à l'horizontale et un déplacement $u(t)$ (Fig. III-63). Si la zone sollicitée est de largeur b , la déformation en cisaillement γ_{xy} est liée à l'angle de cisaillement α par l'équation [III-12].

$$\gamma_{xy} = \frac{u(t)}{2b} = \frac{1}{2} \tan(\alpha) \quad \text{[III-12]}$$

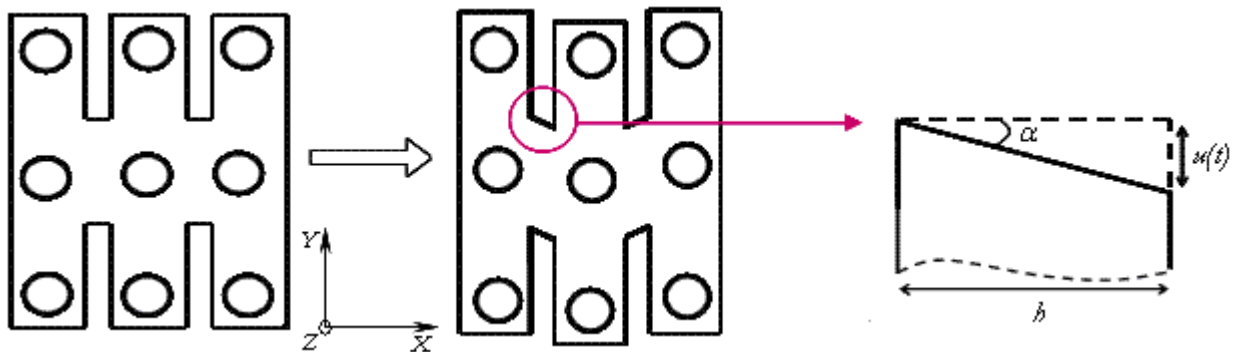


Fig. III-63 Géométrie de cisaillement simple. Principe de mesure de la déformation en cisaillement.

III.4.B.1. PHENOMENE DE CAVITATION

L'examen des éprouvettes à la fin du chargement révèle un important gonflement des zones sollicitées du matériau chargé (Fig. III-64(a) et Fig. III-65). On peut imaginer qu'un processus de cavitation a lieu tendant à augmenter le volume. Du fait des conditions d'encastrement de l'éprouvette, la direction Z est la seule direction possible pour l'expansion du matériau d'où la formation d'un bourrelet. Au contraire, les zones sollicitées du matériau non chargé restent planes (Fig. III-64(b) et Fig. III-65).

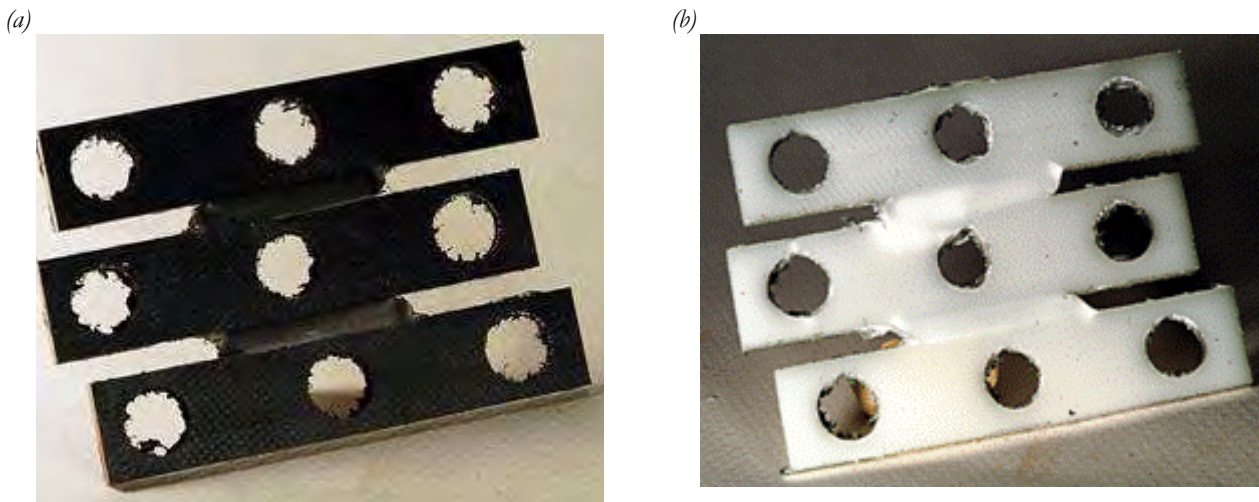


Fig. III-64 Eprouvettes de double cisaillement après déchargement. Mise en évidence du gonflement des zones sollicitées du matériau BMT222. (a) Polypropylène chargé BMT222. (b) Polypropylène non chargé BA238G9.

Si la cavitation était imputable à des conditions d'essais mal maîtrisées (telle qu'une perturbation du champ de contraintes à proximité des trous de serrage sur le dispositif double cisaillement), les deux matériaux seraient sans doute affectés de la même manière. Une explication à ce phénomène pourrait être un effet des charges qui modifieraient localement le champ de contrainte induisant des effets triaxiaux, tel que suggéré par le modèle de Rice & Tracey [42,43,44,45].

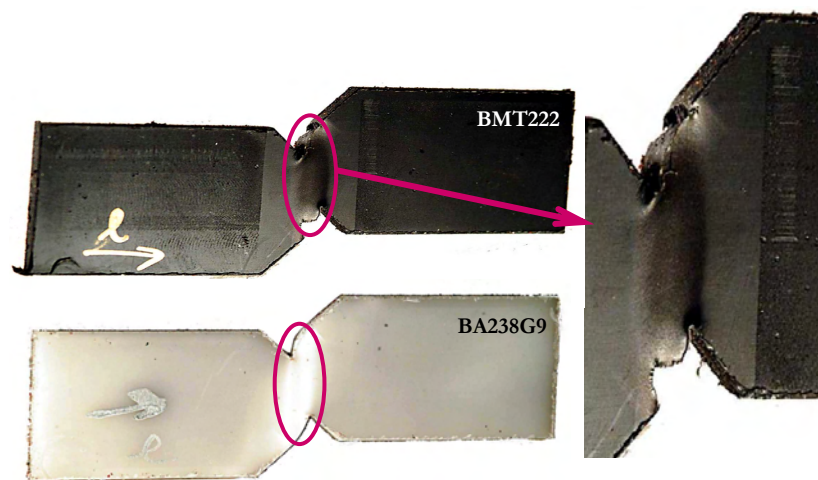


Fig. III-65 Eprouvettes de cisaillement Iosipescu après déchargement. Mise en évidence du gonflement des zones sollicitées du matériau chargé BMT222.

Retenons ici que cette cavitation induit des effets non désirés sur nos mesures de champ de déformation car elle introduit un déplacement hors plan non homogène sur la surface du ligament que notre méthodologie expérimentale, basée sur l'emploi d'une seule caméra, ne peut prendre en compte.

III.4.B.2. HOMOGENEITE DE LA DEFORMATION

Malgré le problème de gonflement, nos mesures restent exploitables. Notre premier souci sera donc de vérifier les hypothèses d'homogénéité et d'examiner la nature exacte de la sollicitation à partir de la nature des déformations qui se développent.

L'angle de cisaillement (Fig. III-66 et Fig. III-67) est hétérogène sur la largeur du ligament. Par contre, il paraît constant par section longitudinale malgré quelques effets de bords. Ainsi, il est possible de deviner au cours de l'essai de double cisaillement (Fig. III-66) des effets liés à la proximité des trous de fixation de l'éprouvette. Dans l'essai Iosipescu (Fig. III-67) ce sont les flancs de l'entaille qui perturbent les champs. L'hypothèse d'homogénéité de la déformation selon l'axe vertical paraît malgré tout acceptable.

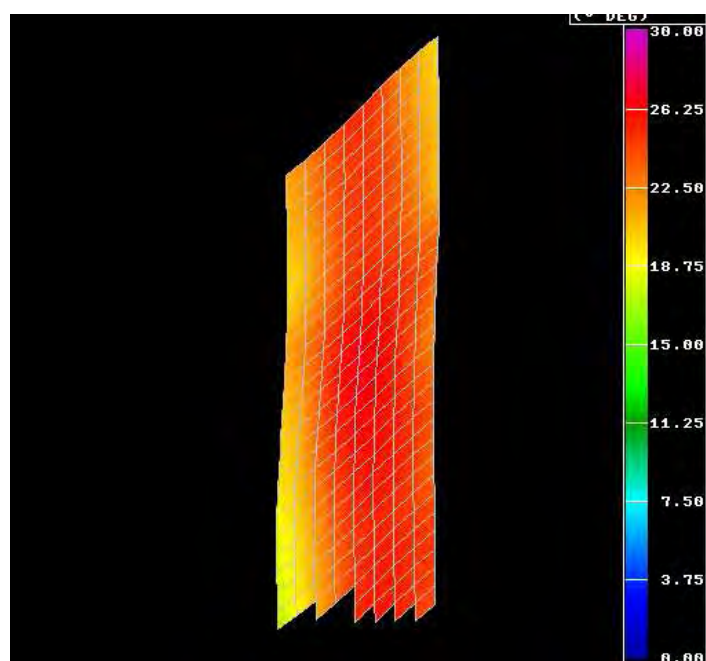


Fig. III-66 Cartographie mesurée de l'angle de cisaillement à $t=5s$ à $1mm/s$. Matériau chargé BMT222. Double cisaillement.

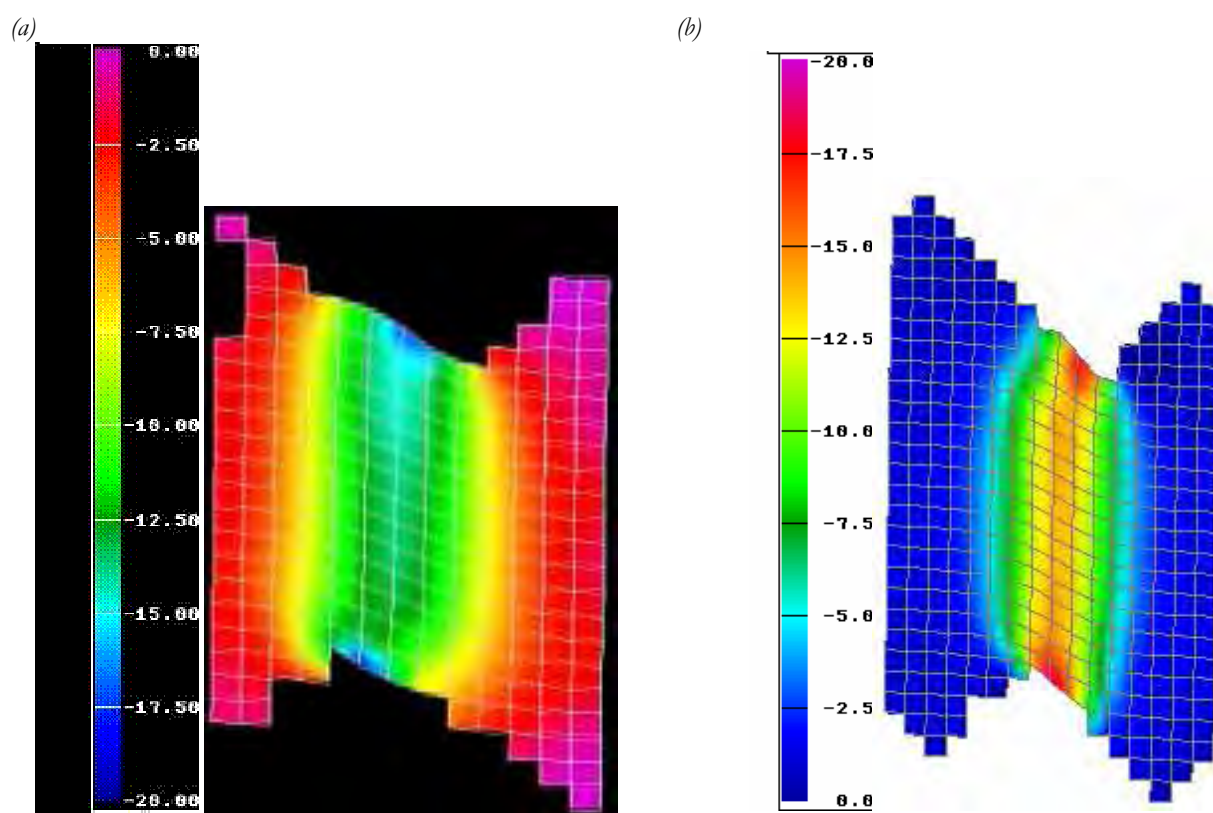


Fig. III-67 Cartographie mesurée de l'angle de cisaillement au cours d'un essai de cisaillement Iosipescu à $t=70 s$ à $0,1 mm/s$ du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). $\beta = 90^\circ$.

La déformation longitudinale reste négligeable ($<0,08$) dans le cas du double cisaillement (Fig. III-68). Par contre, un essai Iosipescu (Fig. III-69) induit une localisation d'une déformation longitudinale aux sommets d'entailles (Fig. III-69 et Fig. III-70). Ainsi les conditions de glissement simple ne sont pas rigoureusement vérifiées partout dans l'éprouvette.

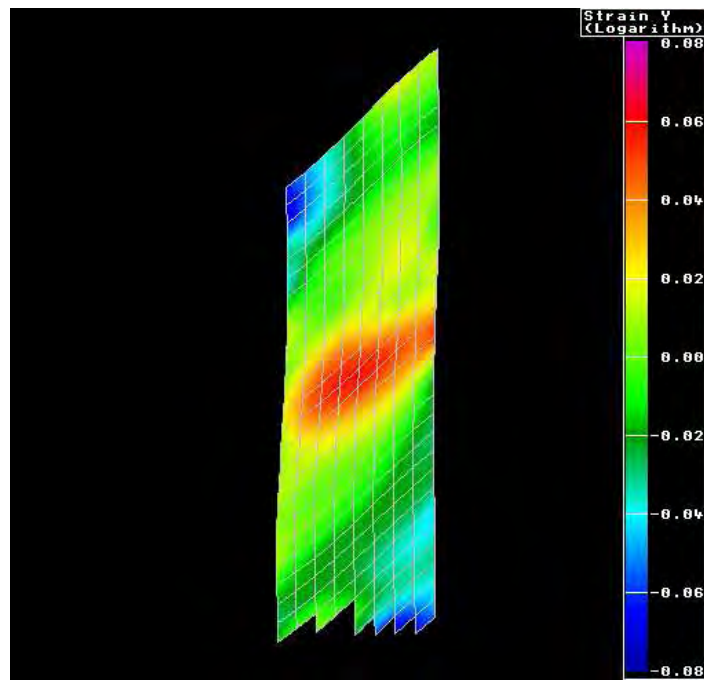


Fig. III-68 Cartographie mesurée de la déformation longitudinale à $t=5s$ à $1 mm/s$. Matériau chargé BMT222. Double cisaillement.

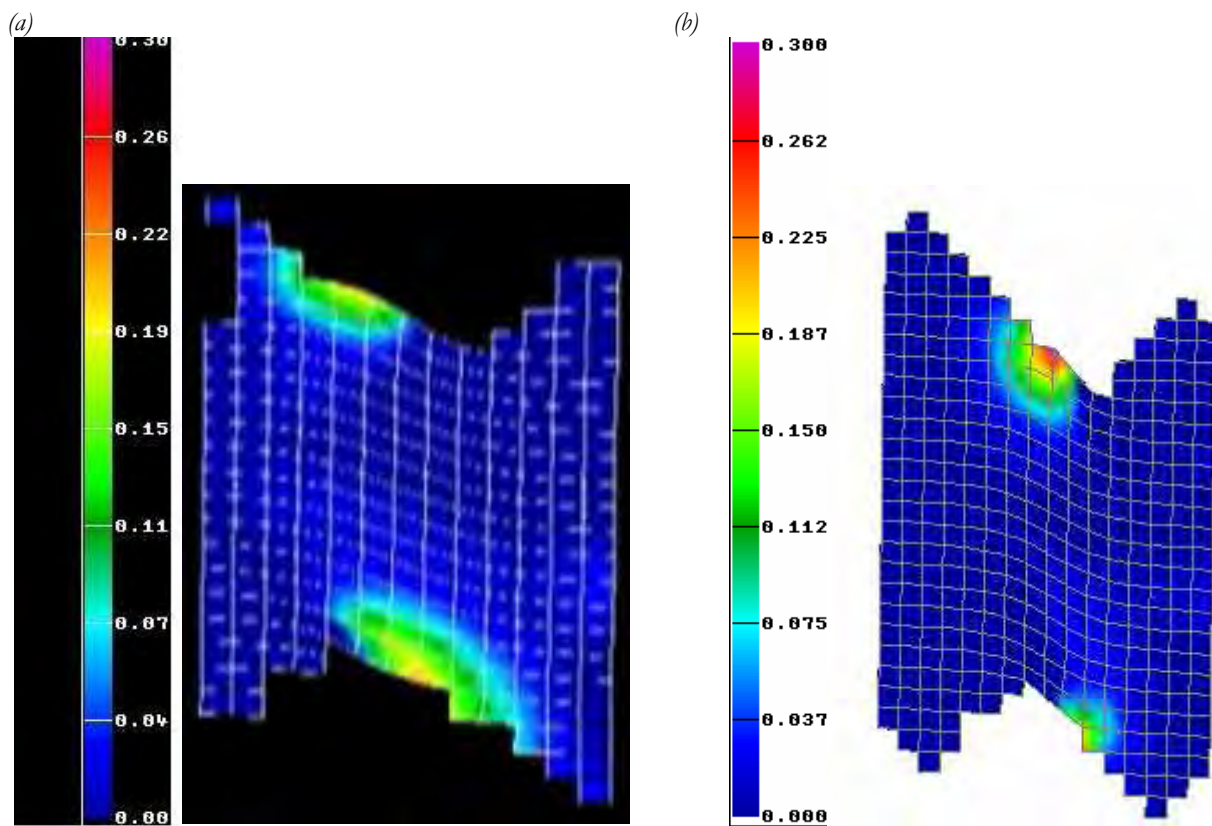


Fig. III-69 Cartographie mesurée de la déformation longitudinale au cours d'un essai de cisaillement Iosipescu à $t=70 s$ à $0,1 mm/s$ du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). $\beta = 90^\circ$.

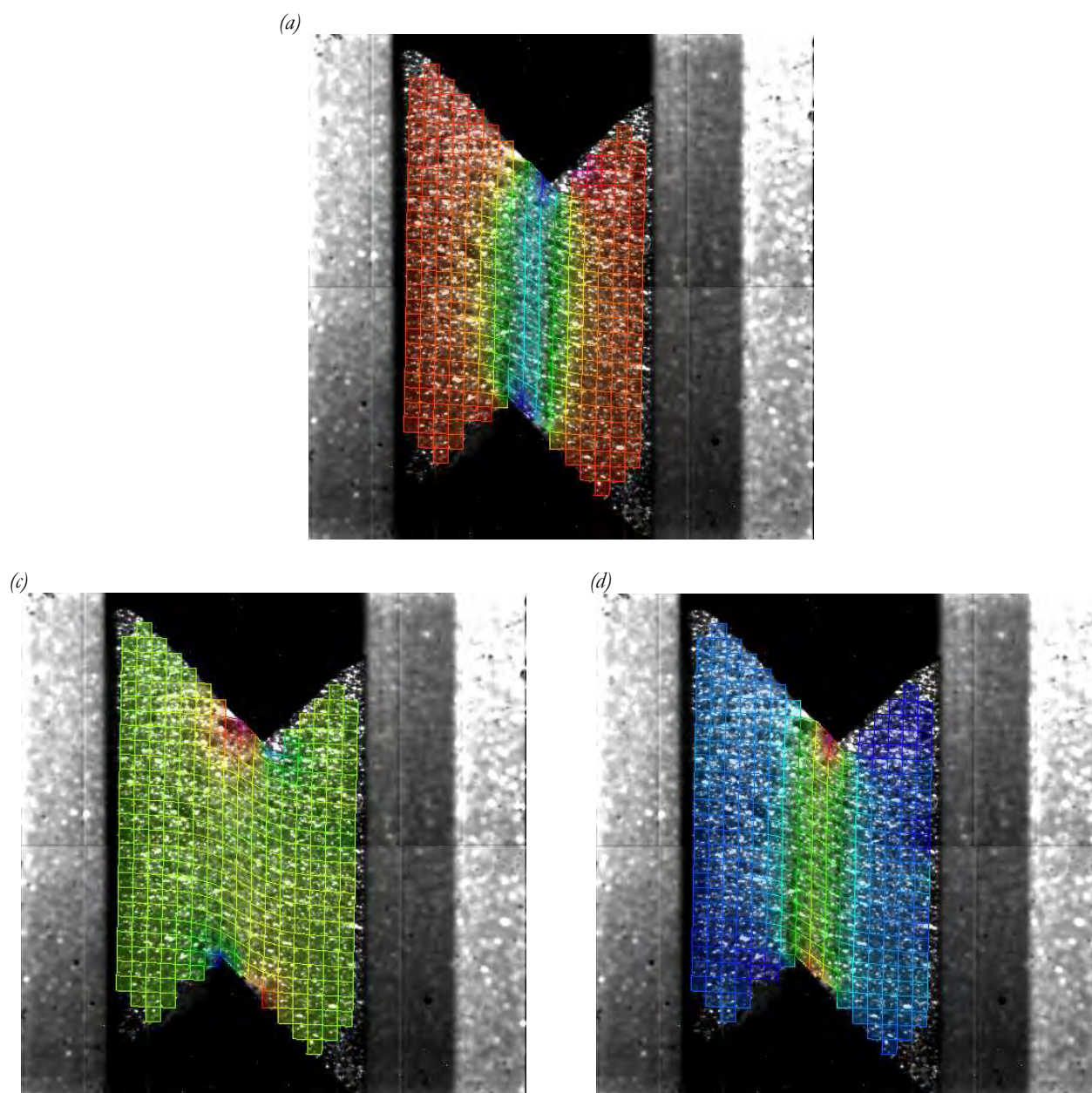


Fig. III-70 Superposition des images et des cartographies de la déformation en cisaillement (a), longitudinale (b) et transverse (c) au cours d'un essai de cisaillement Iosipescu à $t=70$ s à $0,1$ mm/s du BA238G9. $\beta = 90^\circ$.

La déformation transverse est significative (Fig. III-71 et Fig. III-72). S'il est possible d'attribuer une partie de la déformation transverse au sein du matériau chargé à la perte de planéité de la surface induisant une erreur dans la corrélation d'images, l'importance de cette déformation dans le matériau non chargé incite à une interprétation différente. Ainsi, la similarité des zones d'iso-déformations en cisaillement et longitudinales pourrait traduire un lien entre les deux déformations. Un glissement simple se produit à déformations longitudinales et transverses nulles. Il paraît donc que nos matériaux voient une sollicitation de glissement qui inclut du cisaillement et de la traction. La direction principale de traction pourrait évoluer avec l'angle de cisaillement.

L'interprétation de nos résultats en terme de contraintes implique l'hypothèse d'un cisaillement simple. Cette approximation aura inévitablement un impact sur la précision des mesures mais est nécessaire à la poursuite de l'analyse.

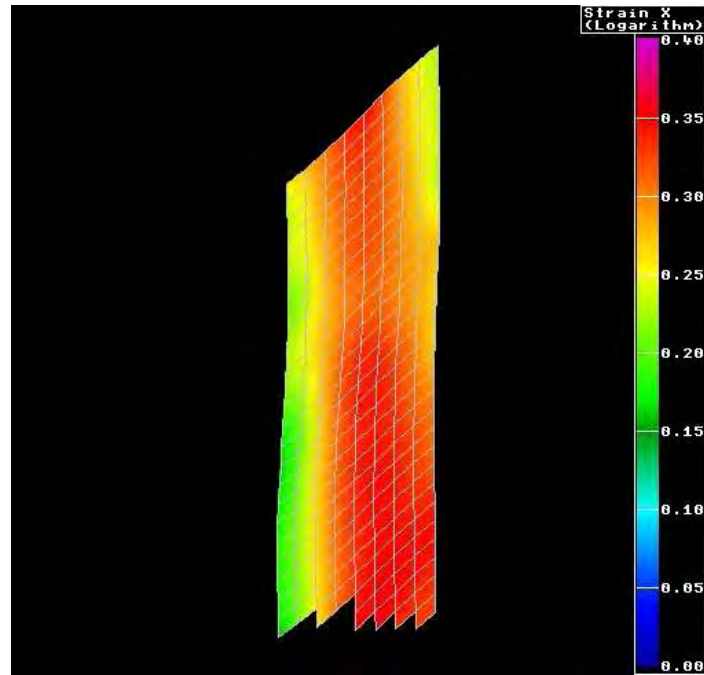


Fig. III-71 Cartographie mesurée de la déformation transverse à $t=5s$ à $1mm/s$. Matériau chargé BMT222. Double cisaillement.

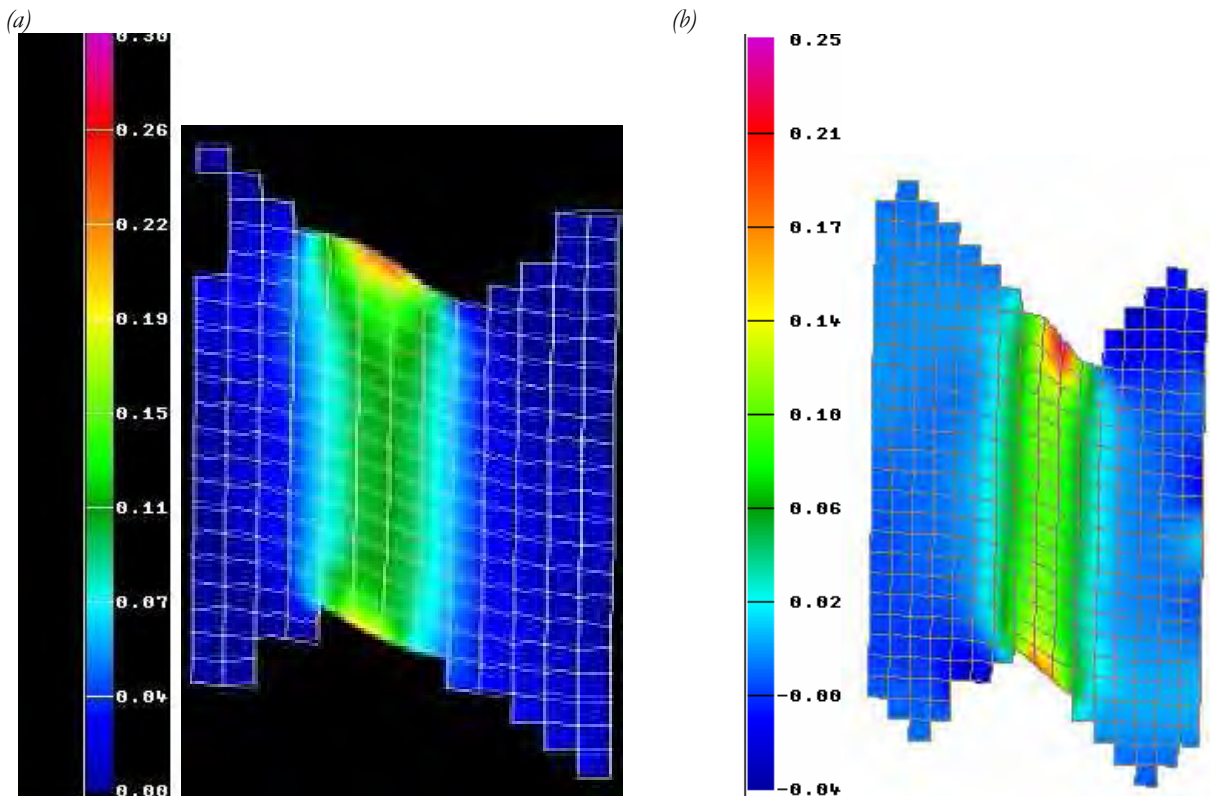


Fig. III-72 Cartographie mesurée de la déformation transverse au cours d'un essai de cisaillement Iosipescu à $t=70s$ à $0,1mm/s$ du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). $\beta = 90^\circ$.

III.4.B.3. COMPORTEMENT INTRINSEQUE

Afin d'aller plus loin dans les dépouillements, deux hypothèses doivent être posées :

- Dans le cas du double cisaillement les efforts sont supposés équilibrés entre les deux tronçons ;
- Nous présumons également l'homogénéité de la déformation en épaisseur pour les deux dispositifs.

Nous prenons, de plus, le parti de suivre les évolutions de la cission en fonction de la moyenne de la déformation en cisaillement le long ligament. Cette dernière hypothèse induit une incertitude faible (Fig. III-73).

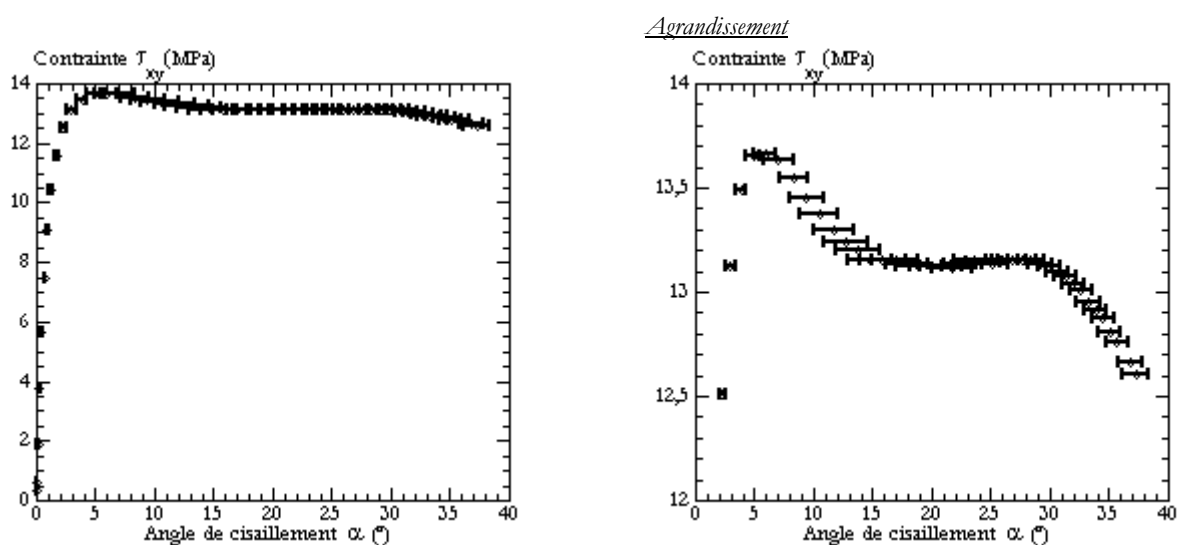


Fig. III-73 Incertitude sur la mesure de l'angle de cisaillement du BMT222 au cours d'un chargement en double cisaillement à 10 mm/s . Barres d'erreurs matérialisées par les traits pleins horizontaux.

Les courbes cission – cisaillement (Fig. III-74 à Fig. III-76) présentent beaucoup de similitudes avec les courbes de comportement intrinsèque en traction. Le passage de la cission par un maximum marque l'amorçage de la plasticité au centre du ligament. La bande de cisaillement verticale macroscopique ainsi formée se propage par la suite horizontalement. Ce stade s'accompagne d'une légère diminution de la contrainte avant qu'elle ne se stabilise.

La principale différence entre les deux polypropylènes est le seuil apparent de plasticité légèrement plus important pour le matériau chargé. Cependant, la contrainte développée dans le matériau chargé soumis à un chargement en traction est nettement supérieure à celle du matériau non chargé. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cette observation :

- La sollicitation en cisaillement peut impliquer des processus de déformation de nature différente ;
- Le phénomène de cavitation du matériau chargé, processus d'endommagement, qui détériore les propriétés mécaniques du BMT222.

Notons également que la sensibilité à la vitesse de déformation de nos polymères semble qualitativement plus significative que ce que nous avons observé en traction uniaxiale (Fig. III-74 et Fig. III-75).

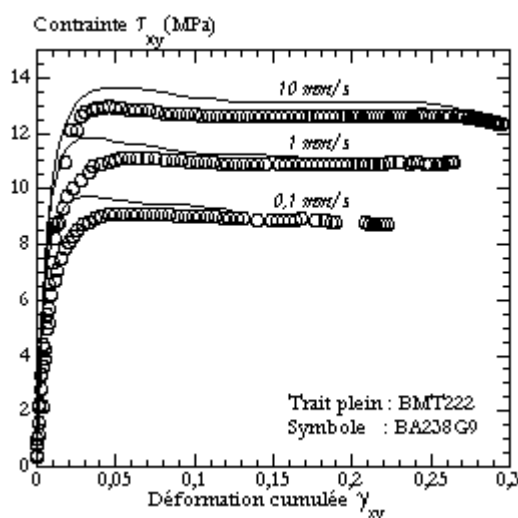


Fig. III-74 Réponse du polypropylène BMT222 (traits pleins) et du BA238G9 (symboles) au chargement en double cisaillement à différentes vitesses. Essais à $0,1 \text{ mm/s}$ ($\sim 0,01 \text{ s}^{-1}$), 1 mm/s ($0,1 \text{ s}^{-1}$) et à 10 mm/s ($\sim 0,8 \text{ s}^{-1}$).

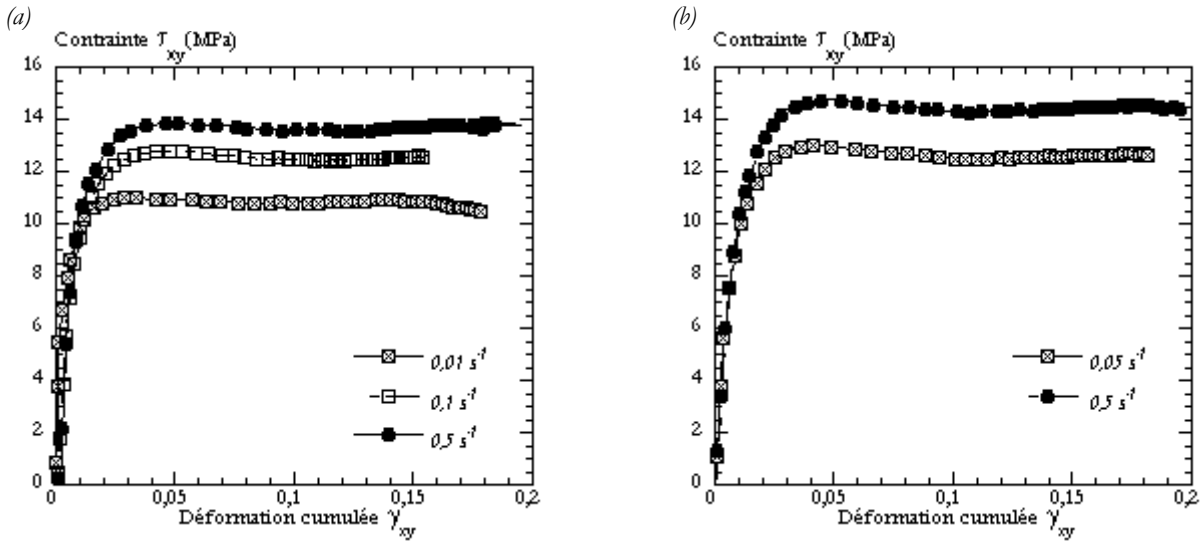


Fig. III-75 Réponse du polypropylène BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au chargement en cisaillement Iosipescu à différentes vitesses. Sollicitation parallèle (sens longitudinal) à la direction d'injection. $\beta = 90^\circ$.

III.4.B.4. ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT

Nous avons démontré dans les chapitres précédents que les hétérogénéités microstructurales induites par la mise en œuvre peuvent engendrer une anisotropie mécanique en traction dans le cas du polypropylène chargé. Ces conclusions sont retrouvées en chargement de cisaillement (Fig. III-76). Ce phénomène pourrait être tributaire de la présence des charges dans le matériau BMT222 et des modifications qu'elles engendrent dans la microstructure cristalline de celui-ci.

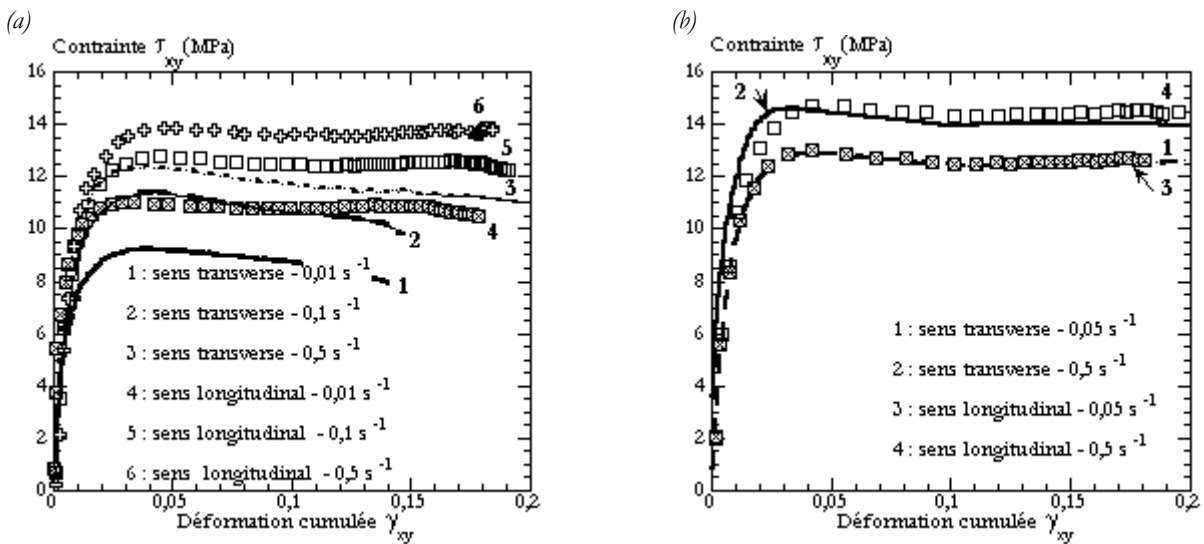


Fig. III-76 Réponse du polypropylène BMT222 (a) et du BA238G9 (b) au chargement en cisaillement Iosipescu à différentes vitesses. Direction de la sollicitation parallèle (sens longitudinal) ou perpendiculaire (sens transverse) au sens d'injection. $\beta = 90^\circ$.

III.4.C. CONCLUSION

Le comportement de nos matériaux soumis à une sollicitation en cisaillement présente des similitudes avec leurs particularités relevées en traction. Nous avons confirmé une sensibilité à la vitesse du comportement des

deux polymères soulignant l'importance de ce paramètre pour une bonne reproduction du comportement mécanique de nos matériaux.

Il ressort également de ces mesures l'occurrence d'un endommagement cavitationnel au sein du matériau chargé qui nous incite à la prudence quant à l'interprétation de l'écart entre les réponses mécaniques des deux polypropylènes sous ce type de chargement.

Nous avons, de plus, mis l'accent sur la sensibilité de la réponse du matériau chargé à l'anisotropie microstructurale liée à la mise en forme par injection. Cette anisotropie n'affecte pas le matériau non chargé. Il est donc légitime de voir en ces observations une manifestation de la présence des charges. Toutefois, cette anisotropie initiale est d'importance moindre que celle induite par le chargement.

III.5. CHARGEMENT EN COMPRESSION

III.5.A. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

La définition du protocole expérimental est guidée par la volonté de limiter le nombre d'hypothèses de dépouillement en élargissant le champ des grandeurs mesurables. Dans le cas d'essais de compression entre tas plats, les difficultés principales restent le frottement entre le polymère et les plateaux de compression et l'assurance de la co-axialité de ces derniers.

Géométrie des éprouvettes :

Les plaques injectées de 3 mm d'épaisseur ne se prêtent pas aux essais de compression. Nos produits de départ sont donc des joncs axisymétriques injectés de 60 mm de longueur (légèrement moins pour le BMT222) et de diamètre 12 mm. Les conditions de mise en forme sont détaillées au chapitre I.

Les différences entre les deux géométries de moule et les paramètres de mise en forme peuvent engendrer des dissemblances microstructurales significatives. Nous faisons toutefois l'hypothèse que du fait que nous utilisons des grades industriels donnant lieu à des microstructures fines et que les procédés de mise en œuvre sont proches, les évolutions mécaniques associées ne seront pas de nature à modifier les conclusions générales. Enfin, il serait plus dangereux de ne pas approcher le comportement en compression, que d'utiliser des éprouvettes différentes.

Des plots découpés par jet d'eau sont référencés de 1 à 4 selon leur position, respectivement du plus proche au plus éloigné du seuil d'injection des joncs (Fig. III-77). Le facteur de forme des plots, longueur sur diamètre, varie entre 0,9 et 1,1.

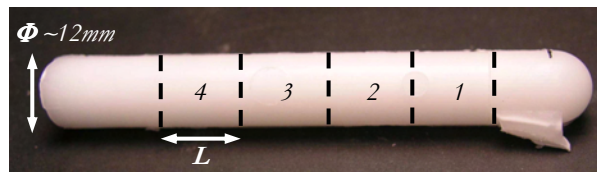


Fig. III-77 Schéma de la découpe des éprouvettes de compression.

Technique expérimentale :

Les essais de compression entre tas plats sont conduits sur une machine à vérin hydraulique à vitesse de traverse constante allant de 0,007 à 2 mm/s, ce qui correspond à des vitesses de déformation comprises entre 0,001 et 0,07 s⁻¹ (Tableau III- 5, sous hypothèse de déformation homogène).

Les mors haut et bas sont maintenus avec un système de guidage à billes qui limite le déplacement transversal du montage au cours des essais et assure son axialité. Le système de guidage présente des fenêtres rectangulaires à hauteur de l'échantillon autorisant ainsi le couplage d'un système d'acquisition vidéométrique (Fig. III-78). Le contact entre les plateaux de compression et les échantillons est lubrifié à l'aide d'une graisse silicone.

L'acquisition vidéo permet, par analyse du profil des échantillons, de suivre l'évolution des déformations et donc de la contrainte au cours des essais de compression. De fait, l'effet de « tonneau » est faible sur nos essais (Fig. III-78) et l'hypothèse d'homogénéité ne devient dangereuse qu'à grande déformation ($\epsilon_{yy} \geq 0,7$). L'incertitude sur la contrainte est de l'ordre de 5%, celle sur la déformation est de l'ordre de 2%. A ces incertitudes s'ajoute une très légère influence de la zone de prélèvement des échantillons dans les joncs que nous négligerons par la suite (Fig. III-79).

III.5.B. COMPORTEMENT INTRINSEQUE

Les deux polymères ont un comportement qualitativement équivalent en compression (Fig. III-80). Il faut noter que l'on ne retrouve pas en compression les différences de comportement au seuil de plasticité observées en traction ou en cisaillement. De plus, le comportement du BMT222 est marqué par un très fort adoucissement, ce qui n'est pas attendu en chargement de compression. Cet effet pourrait là encore être attribué aux charges qui, en modifiant les champs locaux de contraintes, peuvent induire une cavitation lors d'une sollicitation en compression [42,44,45].

	<i>BMT222</i>	<i>BA238G9</i>
0,007 mm/s	$10^{-3} s^{-1}$	$9.10^{-4} s^{-1}$
0,07 mm/s	$9.10^{-3} s^{-1}$	$9.10^{-3} s^{-1}$
0,1 mm/s	$10^{-2} s^{-1}$	$10^{-2} s^{-1}$
0,5 mm/s	—	$2.10^{-2} s^{-1}$
2 mm/s	$7.10^{-2} s^{-1}$	$6.10^{-2} s^{-1}$

Tableau III- 5 Vitesses de traverse et vitesse de déformation longitudinale pour les deux matériaux de l'étude sous hypothèse d'homogénéité.

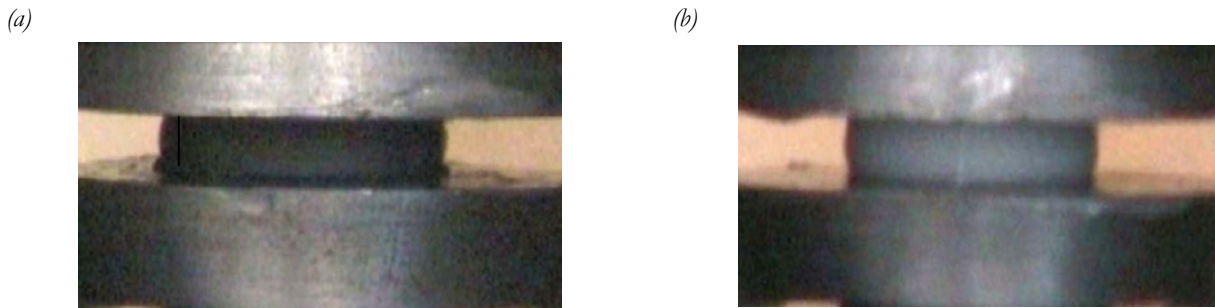


Fig. III-78 Images des éprouvettes de compression de BMT222 (a) et de BA238G9 (b) à $\epsilon_{yy} \approx 1$. Essai à température ambiante et à $0,1 \text{ mm/s}$ ($\sim 0,01s^{-1}$).

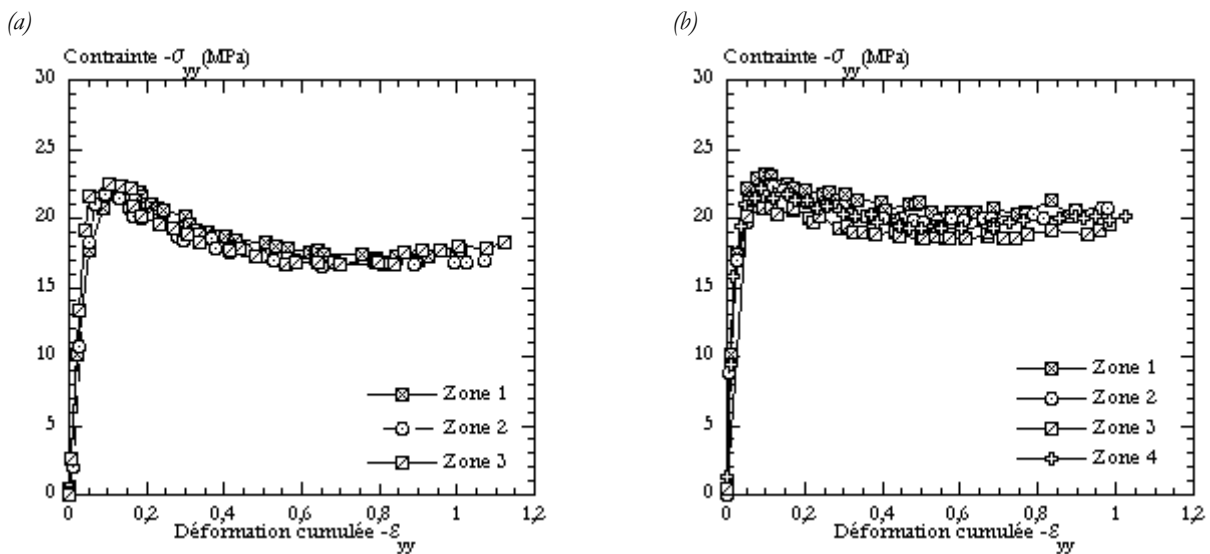


Fig. III-79 Réponse mécanique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) en fonction de la zone de prélèvement des éprouvettes. Evolution des contraintes et déformations vraies à température ambiante et à $0,1 \text{ mm/s}$ ($\sim 0,01s^{-1}$).

Les dépendances à la vitesse du comportement des deux polymères (Fig. III-81) sont comparables même si le polymère non chargé semble légèrement plus sensible à ce paramètre dans la gamme explorée.

La conclusion majeure de ces résultats reste la dissymétrie « traction – compression » observé pour nos deux matériaux (Fig. III-82) qui sera détaillée plus bas. Cette observation démontre que la loi de comportement et en particulier l'expression de la surface de plasticité doit intégrer cet effet.

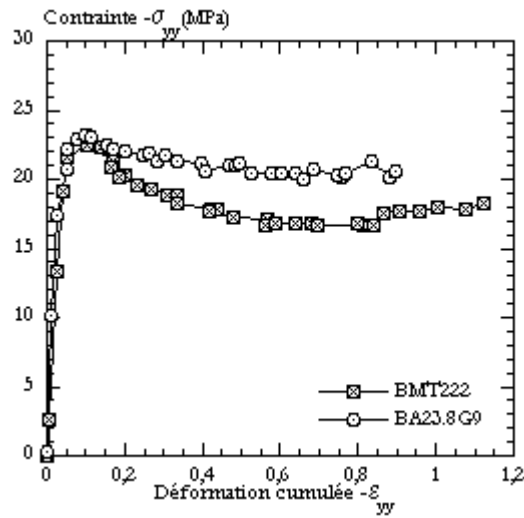


Fig. III-80 Réponse mécanique du BMT222 et du BA238G9. Evolutions des contraintes et déformations vraies à température ambiante et à 0,1 mm/s ($\sim 0,01s^{-1}$). Eprouvettes prélevées à la zone I.

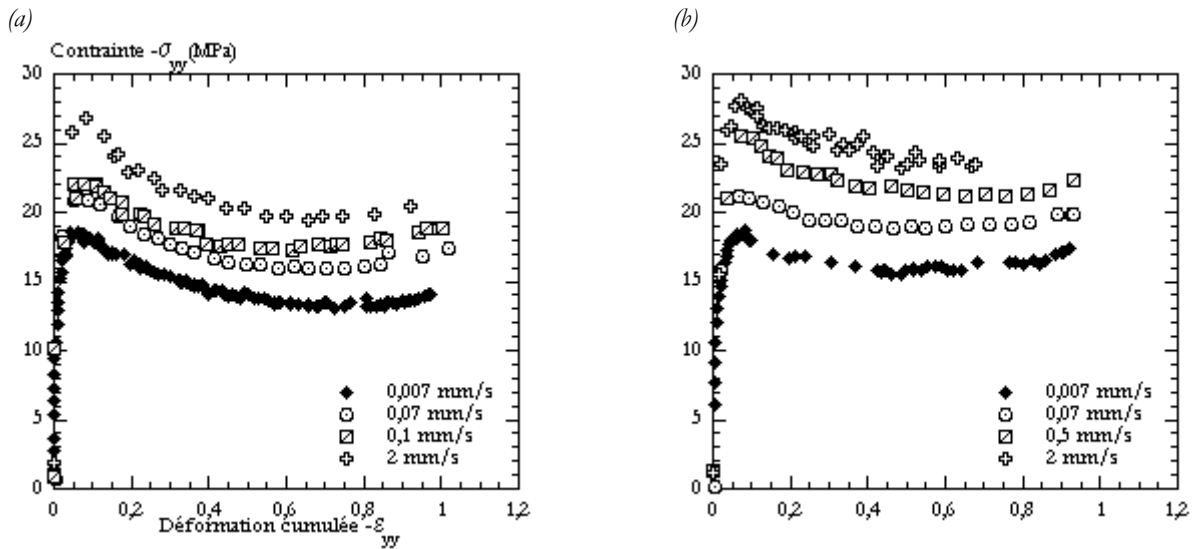


Fig. III-81 Sensibilité du comportement mécanique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) à la vitesse de sollicitation en traction. Evolution des contraintes et déformations vraies à température ambiante.

(a)

(b)

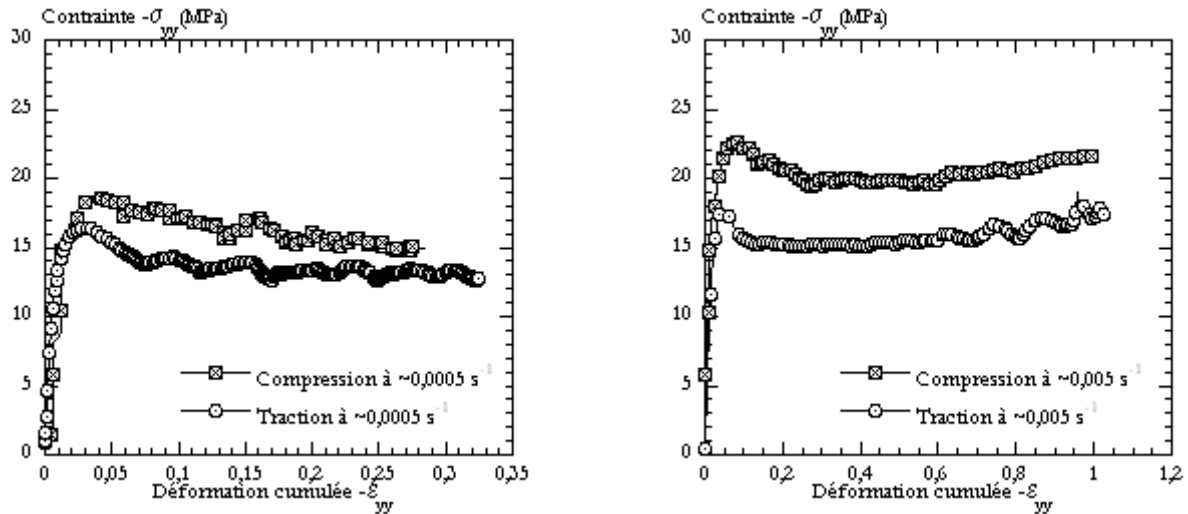


Fig. III-82 Comparaison de la réponse mécanique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b) sous chargement de traction et de compression. Evolution des contraintes et déformations vraies à température ambiante.

III.5.C. CONCLUSION

Nous disposons à ce stade d'une base expérimentale riche de données expérimentales issues de chargements simples en traction, cisaillement et compression que nous emploierons à construire et valider une description mécanique pertinente du comportement de nos matériaux. Nous pouvons d'ores et déjà envisager une construction de la surface de plasticité des deux polymères.

III.6. CONTRAINTE AU SEUIL DE PLASTICITE

Nous admettrons par convention que le seuil de plasticité est le maximum de la contrainte. Nos mesures en traction cyclée laissent apparaître que le seuil de réversibilité instantanée totale exprimé en déformation longitudinale se situe entre 0,01 et 0,02. Dans notre cas, nous confondons la part de retard due à la viscoélasticité et la plasticité, ainsi nous commettons une erreur qui n'excède pas 2 MPa pour la contrainte, soit environ 10 %. Des auteurs ont souligné le faible écart entre les résultats obtenus avec cette méthode et d'autres types de critères de détermination du seuil de plasticité d'un PVDF [46]. Le choix du critère de la contrainte maximale paraît dans ces conditions acceptable malgré l'incertitude.

Afin d'entamer une comparaison entre les différents types de chargements, nous calculons les vitesses de déformation équivalentes $\dot{\epsilon}_{eq}$ et les invariants du tenseur des contraintes : la pression hydrostatique $J_1(\underline{\sigma})$ et la contrainte équivalente $\sqrt{J_2(\underline{\sigma})}$ définies à l'équation [III-13].

$$\begin{cases} \dot{\epsilon}_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}} (\dot{\epsilon}_{ij} : \dot{\epsilon}_{ij})^{1/2} \\ J_1(\underline{\sigma}) = tr(\underline{\sigma}) = \sum_{i=1}^3 \sigma_{ii} \\ \sqrt{J_2(\underline{\sigma})} = \sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}} (s_{ij} : s_{ij})^{1/2} \end{cases} \quad [III-13]$$

Où $\dot{\epsilon}_{ij}$ et s_{ij} désignent respectivement les composantes du tenseur des vitesses de déformation et du déviateur des contraintes. En traction ou en compression : $J_1(\underline{\sigma}) = \sigma_{seuil}$ et $\sigma_{eq} = |\sigma_{seuil}|$ alors qu'en cisaillement : $J_1(\underline{\sigma}) = 0$ et $\sigma_{eq} = \sqrt{3} |\sigma_{seuil}|$.

III.6.A. INFLUENCE DE LA NATURE DU CHARGEMENT - SENSIBILITE A LA VITESSE DE DEFORMATION

La dépendance de la plasticité de nos matériaux à la pression hydrostatique est clairement visible sur les seuils de plasticité (Fig. III-83). En effet, si cette dépendance était négligeable, les niveaux de seuil de plasticité pour les différents types de chargement à une vitesse donnée seraient identiques, ce qui est loin d'être le cas.

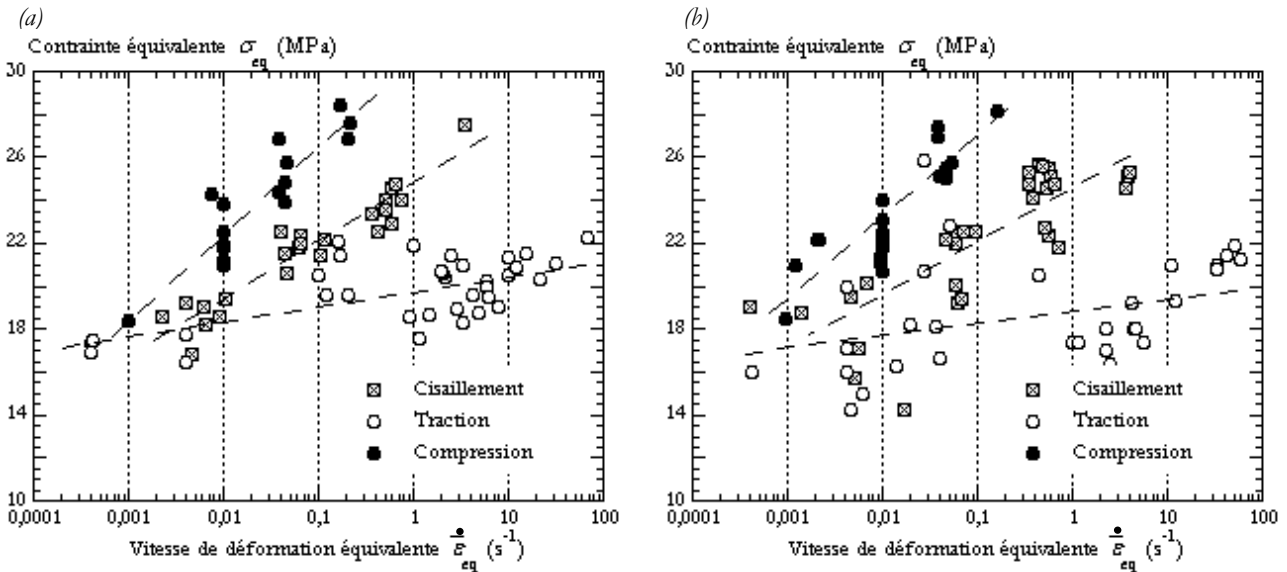


Fig. III-83 Sensibilité à la vitesse de déformation équivalente de la contrainte seuil du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). Sollicitation parallèle à la direction d'injection. Lignes en pointillés représentées pour aider à la lecture des graphes.

On notera qu'au-delà de la valeur des seuils, la dépendance à la vitesse, elle-même, est liée au mode de chargement : faible en traction, elle devient notable en compression (Fig. III-83).

Pour finir, précisons que ces effets de modes de sollicitation sont d'un ordre de grandeur supérieur aux effets d'anisotropie initiale (induite par la mise en œuvre) tant en traction qu'en cisaillement (Fig. III-84 et Fig. III-85), du moins à haute vitesse.

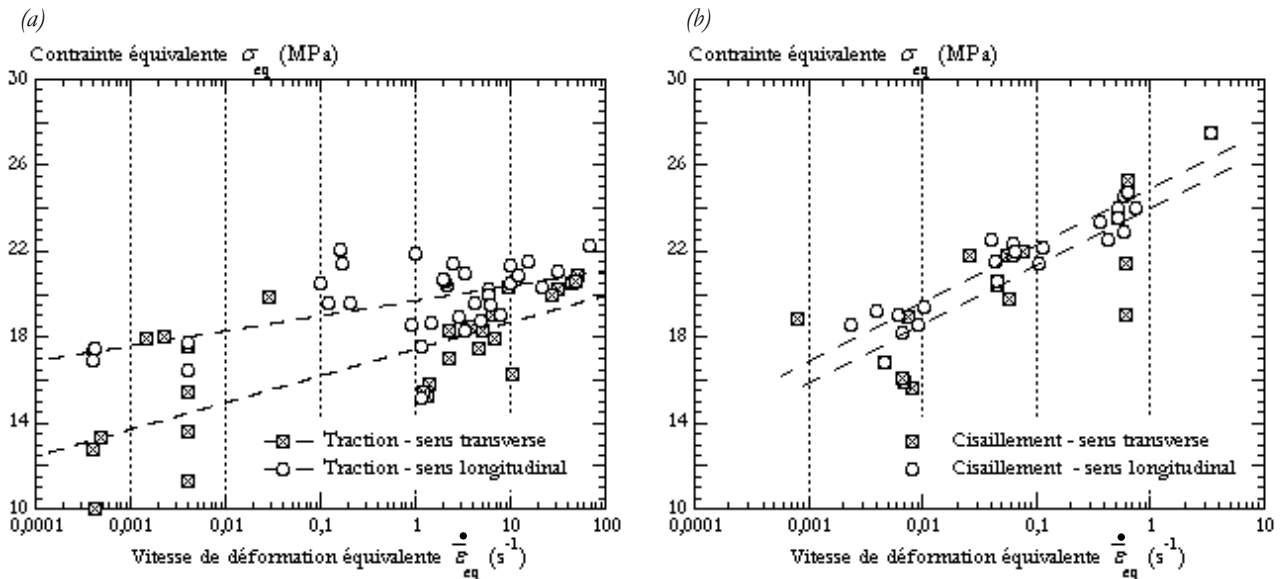


Fig. III-84 Effet de l'anisotropie initiale des échantillons sur la contrainte seuil du BMT222 sous chargement de traction (a) et de cisaillement (b). Lignes en pointillés représentées pour aider à la lecture des graphes.

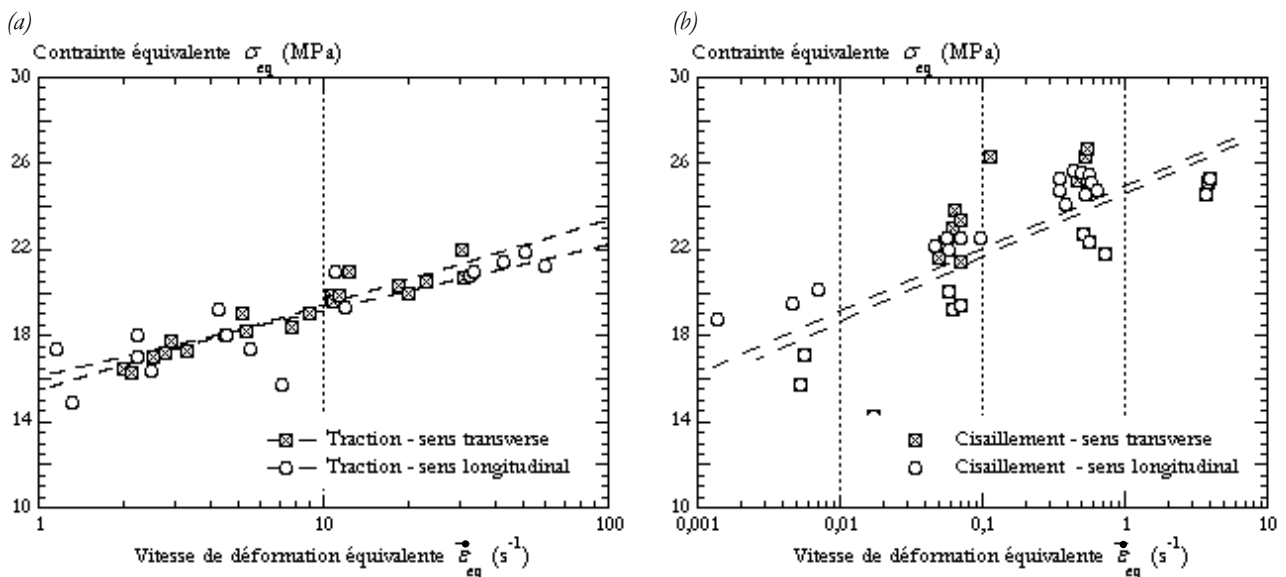


Fig. III-85 Effet de l'anisotropie initiale des échantillons sur la contrainte seuil du BA238G9 sous chargement de traction (a) et de cisaillement (b). Lignes en pointillés représentées pour aider à la lecture des graphes.

III.6.B. ENVELOPPE DE PLASTICITE

Nos résultats représentés dans le plan des invariants du tenseur des contraintes (J_1 et J_2 définis à l'équation [III-13]) permettent de guider notre choix quant à la surface de charge. La première observation concerne l'augmentation de la vitesse de déformation qui s'accompagne d'une dilatation homothétique des frontières d'écoulement (Fig. III-86).

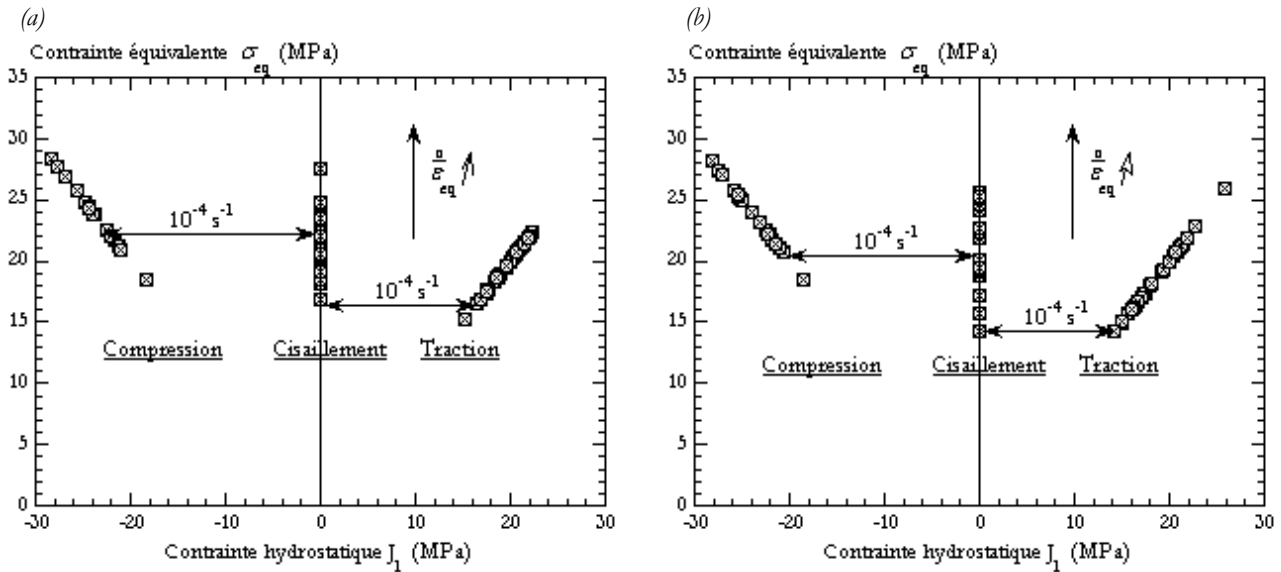


Fig. III-86 Frontière de l'écoulement plastique du BMT222 (a) et du BA238G9 (b). Tracé dans l'espace des invariants du tenseur de contraintes. Sollicitation parallèle à la direction d'injection.

D'autre part, on observe que pour une même vitesse de sollicitation (l'exemple de $10^{-4} s^{-1}$ est porté sur les graphes), une dissymétrie de la frontière d'écoulement entre un chargement en traction et en compression est décelable avec une contrainte hydrostatique au seuil nettement plus importante en compression. A titre d'exemple, notons que la contrainte hydrostatique (en valeur absolue) au sein du matériau chargé sollicité en traction, à $10^{-4} s^{-1}$, est de $18 MPa$ alors qu'elle atteint $23 MPa$ en compression.

Ce tracé nous fournit donc une indication qualitative sur la forme du critère de plasticité et nous permet d'éliminer a priori les critères les plus simples, tel celui de von Mises. De plus, il est clair que la formulation d'un critère de plasticité adapté aux grades de polypropylène que nous étudions devrait comporter un terme de dépendance à la contrainte hydrostatique.

III.6.C. CONCLUSION

Les caractéristiques mises en évidence par les évolutions du seuil d'écoulement rejoignent celles évoqués précédemment. On notera particulièrement la dépendance du seuil de plasticité à la vitesse de sollicitation ainsi que sa sensibilité à la pression hydrostatique.

III.7. SYNTHÈSE

Cette première partie du manuscrit de thèse a été consacrée à la caractérisation mécanique et physique de deux polypropylènes couramment employés dans la mise en forme d'éléments de l'intérieur automobile.

Nous nous sommes attachés à la mise en place d'une méthodologie expérimentale originale et performante. Le recours aux techniques photomécaniques (mesures de champ de température par l'emploi d'une caméra thermographique et de champs de déformation par corrélation d'images) couplées à une acquisition vidéo rapide a permis d'enrichir les mesures. Nous avons alors relevé le comportement intrinsèque de nos matériaux sans l'ambiguïté qui pourrait découler d'hypothèses de dépouillement simplificatrices. Notre étude expérimentale permet ainsi de souligner les caractéristiques de nos matériaux qui doivent servir de base au choix ou la construction d'une loi de comportement pertinente. Les propriétés déterminantes seront développées dans les paragraphes suivants.

Viscoélasticité

Nous avons procédé à une caractérisation des propriétés viscoélastiques linéaires de nos polypropylènes en fonction de la température et de la fréquence de sollicitation par analyse mécanique dynamique.

Nous avons constaté que les modules élastiques des deux matériaux de l'étude chutent considérablement sur une plage de 20 à 50°C, attestant l'importance du couplage thermomécanique pour une bonne compréhension du comportement de nos deux polypropylènes.

En outre, quoique relativement faible, la contribution de la partie visqueuse est significative sur toute la plage de température. Le comportement de nos matériaux aux faibles déformations est donc de nature viscoélastique.

Viscoplasticité – écrouissage - dissymétrie traction/compression

Dans le domaine des grandes déformations, nous avons procédé à des essais de traction uniaxiale, de compression et de cisaillement.

L'évolution des contraintes en traction uniaxiale entre 5.10^{-4} et 180 s^{-1} dénotent une sensibilité significative à la vitesse de sollicitation. Cette sensibilité s'exprime par un déplacement du seuil de plasticité apparent vers les contraintes croissantes avec la vitesse. Cette conclusion est confirmée par les résultats de cisaillement et de compression mais avec une sensibilité différente.

Les deux polypropylènes présentent un comportement plastique écrouissable résultant d'une compétition entre les phénomènes de durcissement structural et d'adoucissement d'origine thermique. Cet adoucissement est prépondérant à grandes et moyennes vitesses alors que le phénomène de durcissement l'emporte à basses vitesses.

En regroupant les informations au seuil de plasticité issues des essais de traction, de compression et de cisaillement pour chaque polymère, dans le repère de la contrainte équivalente au sens de von Mises- contrainte hydrostatique, nous avons démontré que la sensibilité à la vitesse de déformation s'accompagne d'une dilatation des frontières de l'écoulement. Il est également possible de relever une dissymétrie de la frontière d'écoulement entre la traction et la compression. Cette dissymétrie se traduit par une contrainte hydrostatique significativement plus importante en compression qu'en traction pour une même vitesse de sollicitation.

Dissipation intrinsèque

Un phénomène de refroidissement (dit "thermoélastique") suivi d'une dissipation intrinsèque ont été mis en évidence grâce à l'utilisation d'un pyromètre infra rouge et d'une caméra thermographique couplés aux essais de traction. Les valeurs d'échauffement atteints sont relativement importantes, de l'ordre de 5 °C à 0,2 s⁻¹ et de l'ordre de 16 °C à 13 s⁻¹ pour le matériau chargé.

Pour dimensionner l'importance de cet autoéchauffement au regard de la thermodépendance des deux matériaux, nous avons considéré un modèle d'Arrhenius de sensibilité à la température de la contrainte. La correction apportée à la contrainte pour compenser l'effet de l'autoéchauffement est importante. Un couplage

thermomécanique serait donc nécessaire pour prendre en compte l'importance du phénomène de dissipation intrinsèque et ses conséquences sur le comportement macroscopique de nos matériaux.

Endommagement amorcé dès la déformation viscoélastique

L'analyse fractographique et l'observation de coupes des matériaux sollicités en traction ont révélé l'existence d'un processus de cavitation dans les deux matériaux. Un phénomène d'endommagement de même nature est observé en cisaillement mais uniquement au sein du matériau chargé et a été imputé à la présence de charges qui modifient localement l'équilibre mécanique.

En traction uniaxiale, nous avons instrumenté les essais de sorte que la mesure de la déformation en épaisseur nous soit accessible. La variation de volume a donc été quantifiée grâce à la mesure des trois déformations. Il en est ressorti qu'une augmentation de volume importante a lieu et est de l'ordre de 200% à la fin de l'essai pour chacun de nos polypropylènes.

Nous avons alors cherché à définir une variable mécanique macroscopique représentative de l'état d'endommagement de nos matériaux. La variable d'endommagement est accessible par le suivi de l'évolution des propriétés élastiques au cours des boucles de charges-décharges d'essais de traction cyclique. Une loi d'évolution phénoménologique de la variable d'endommagement a été proposée pour traduire la cinétique de l'endommagement dans nos matériaux.

Sensibilité à la pression hydrostatique

Les phénomènes de cavitation sont sensibles à la pression hydrostatique et c'est ce que nous avons cherché à vérifier à travers les essais impliquant une triaxialité des contraintes. Nous avons alors étendu le protocole expérimental de traction et de cisaillement Iosipescu au cas d'éprouvettes entaillées.

Ces hétérogénéités en pointe d'entailles évoluent avec la géométrie des entailles et donc avec l'état de triaxialité des contraintes et la pression hydrostatique. Les contraintes au seuil de plasticité sont également sensibles à la nature du chargement et par conséquent sensibles au terme de pression hydrostatique.

Ces caractéristiques essentielles à la compréhension du comportement des deux polypropylènes guideront la construction d'une loi de comportement pertinente pour cette classe de polymères. Le dernier chapitre de ce manuscrit sera dédié à cette approche théorique basée sur la thermodynamique des processus irréversibles.

Références bibliographiques du chapitre III

- [1] Tie Bi G., "*Etudes expérimentales des couplages thermomécaniques par méthodes optiques et par thermographie infrarouge, applications aux polymères*", Thèse de Doctorat de l'université de Poitiers, 2000.
- [2] Chevalier L., Marco Y. ; *Rhéologie* **6** (2004) 45-53.
- [3] Wattrisse B., Chrysochoos A., Muracciole J.M., Némoz-Gaillard M. ; *Experimental Mechanics* **41** N°1 (2001) 29-39.
- [4] Chrysochoos A., Peyroux R. ; *Rev. Gén. Therm.* **37** (1998) 582-606.
- [5] Temimi N., Billon N ; "*Plasticité et incompressibilité des polymères solides - Etude à basses et moyennes vitesses*", In 16^{ème} Congrès Français de Mécanique Conf. Proc., Nice, septembre 2003.
- [6] Temimi N., Devisme S., Billon N ; "*Apport et limitation de la photomécanique à l'étude du comportement de polymères injectés*", In *Photomécanique2004* Conf. Proc., Albi, mai 2004.
- [7] Temimi N., Billon N ; "*Experimental studies of the tensile behaviour at high strain rates of unfilled and filled polypropylenes*"; In 15th Technical Meeting Dymat Conf. Proc., Metz, juin 2004.
- [8] Thomas E.; "*Qualification de la méthode de corrélation d'images à partir du logiciel Aramis*", Rapport de stage au Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 2002.
- [9] G'Sell, C., Hiver, J.M., Dahoun, A. ; *International Journal of solids and structures*, **39** (2002) 3857-3872.
- [10] Fond C., G'Sell C. ; *Mécanique & Industries* **3** (2002) 431-438.
- [11] Castagnet S., Gacougnolle J.L. ; *Journal of Materials Science* **34** (1999) 5133-5138.
- [12] Naqui S.I., Robinson I.M.; *Journal of Materials Science* **28** (1993) 1421-1429.
- [13] François P., Gloguen J.M., Hue B., Lefebvre J.M. ; *Journal de Physique III France* **4** (1994) 321-329.
- [14] Bai S.H., Wang M. ; *Polymer* **44** (2003) 6537-6547.
- [15] Li Z., Lambros J., *International Journal of solids and structures* **38** (2001) 3549-3562.
- [16] Rittel D. ; *Mechanics of Materials* **31** (1999) 131-139.
- [17] Tillier Y. ; "*Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides ; applications aux sollicitations multiaxiales et rapides*", Thèse de Doctorat de l' Ecole des Mines de Paris, 1998.
- [18] Van der Wal A., Gaymans R.J. ; *Polymer* **40** (1999) 6045-6055.
- [19] Dijkstra P.T.S., Van Dijk D.J., Huétink J. ; "*Elastic effects in polypropylene at high strain rates*", In *Polymer Processing Society PPS 18* Conf. Proc., Guimarães - Portugal, 16-20 juin 2002.
- [20] Billon N. ; *Mécanique & Industries* **4** (2003) 357-364.
- [21] Rittel D. ; *Mechanics of Materials* **32** (2000) 131-147.
- [22] Wattrisse B., Muracciole J.M., Chrysochoos A. ; *Mécanique & Industries* **4** (2003) 667-671.

- [23] Chrysochoos A., Maisonneuve O., Martin G. ; "*Dissipative and Nondissipative Phenomena During an Elastoplastic Deformation Process*", In Structural Mechanics in Reactor Technology - Inelastic Behaviour of Metals and Constitutive Equations Conf. Proc., Lausanne -Suisse; aout 1987.
- [24] Wattrisse B., Muracciole J.M., Chrysochoos A. ; International journal of thermal sciences **41** (2002) 422-427.
- [25] Luo W., Yang T., Li Z., Yuan L. ; International Journal of Solids and Structures **37** (2000) 887-897.
- [26] Zhou Y., Mallick P.K. ; Polymer Engineering and science **42 N°12** (2002) 2449-2460.
- [27] Devisme S., Temimi N., Billon N. ; "*Etude expérimentale du comportement de polymères thermoplastiques sous sollicitation triaxiale*", In DEPOS 19 Conf. Proc., Vienne, octobre 2004.
- [28] Zebarjad S.M., Bagheri R., Lazzeri A., Serajzadeh S. ; Materials and Design **24** (2003) 105-109.
- [29] Thio Y.S., Argon A.S., Cohen R.E., Weinberg M. ; Polymer **43** (2002) 3661-3674.
- [30] Al-Abdujabbar A., Pan J. ; Polymer Engineering and science **38 N°7** (1998) 1031-1038.
- [31] Bougaut O., Rittel D. ; International Journal of Solids and Structures **38** (2001) 2517-2532.
- [32] Lemaître J., Desmorat R., Sauzay M. ; Eur. J. Mech. A./Solids **19** (2000) 187-208.
- [33] Rousselier G. ; Journal of the Mechanics and Physics of Solids **49** (2001) 1727-1746.
- [34] Zheng M., Lauschke U., Kuna M. ; Computational Materials Science **19** (2000) 170-178.
- [35] Meyer J.Ph. ; "*Etude expérimentale du renforcement du polyéthylène terephthalate par des élastomères cœur-coquille ; Relations microstructure-résistance au choc*", thèse de doctorat de l'École des Mines de Paris, 1999.
- [36] Layouni K., Laiarinandrasana L., Piques R. ; "*Experimental investigation and modelling of compressibility in carbon black reinforced natural rubber*", In 12th Deformation, Yield and Fracture of Polymers Conf. Proc., Cambridge - UK, 7-10 avril 2003.
- [37] Burr A. ; "*Micromécanique et comportement de matériaux hétérogènes*", thèse de doctorat de l'université Paris 6, 1995.
- [38] Schmitt N., Berthaud Y., Poirier J. ; Journal of the European Ceramic Society **20** (2000) 2239-2248.
- [39] Lemaître J., Chaboche J.L. ; "*Mécanique des matériaux solides*", Greco – Dunod, Paris, 2^{ème} édition, 2001.
- [40] Lemaître J. ; "*A course on damage mechanics*", Springer-Verlag, Berlin, 1^{ère} édition, 1992.
- [41] Knockaert R. ; "*Etude expérimentale et numérique de la localisation de la déformation lors de la mise en forme de produits minces*", thèse de doctorat de l'École des Mines de Paris, 2001.
- [42] Rice J.R., Tracey D.M. ; J. Mech. Phys. Solids **17** (1969) 201-217.

- [43] Staub C. ; "*Modélisation dynamique des procédés de forgeage*", thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1998.
- [44] Staub C., Boyer J.C. ; *Journal of Materials Processing Technology* **77** (1998) 9-16.
- [45] Boyer J.C., Vidal-Sallé E., Staub C. ; *Journal of Materials Processing Technology* **121** (2002) 87-93.
- [46] Castagnet S. ; "*Comportement mécanique du PVDF : compétition entre cavitation et écoulement visqueux*", Thèse de Doctorat de l'université de Poitiers, 1998.

Chapitre IV

Rupture des polypropylènes

La caractérisation mécanique a contribué à préciser le comportement de nos polypropylènes sous divers types de sollicitations. Ces résultats peuvent également aider à mieux comprendre la rupture de ces matériaux. Dans ce chapitre, les propriétés à rupture des polymères de l'étude sont interprétées dans le but de dégager un critère de rupture macroscopique.

L'objet du premier volet est de rappeler les différentes classes de critères présentes dans la littérature et d'en dégager les avantages et les limites dans la perspective de leur application à nos matériaux.

La seconde partie de ce chapitre est consacrée au choix motivé de l'approche statistique qui nous conduit à appliquer le modèle de Weibull pour évaluer la dangerosité d'une sollicitation en terme de probabilité de rupture.

IV.1. LES CRITERES DE RUPTURE : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Plusieurs voies d'étude de la rupture ont retenu notre attention dans la littérature. La première se place à l'échelle de la mécanique des milieux continus. Postulant l'existence d'un défaut initial (discontinuité ou fissure), cette approche permet de prévoir l'évolution de celui-ci en fonction de l'état de chargement et conduit à une caractérisation des grandeurs mécaniques à l'instant de la rupture. D'autres approches phénoménologiques consistent à chercher des modèles mathématiques simples pour traduire les conditions suffisantes pour que la rupture soit amorcée. L'expression des critères ainsi que les descripteurs mis en jeu peuvent être différents selon l'importance des processus plastiques se développant dans le matériau. Ainsi, nous consacrerons deux paragraphes distincts aux critères associés aux matériaux fragiles ou ductiles. De cette dernière catégorie, nous avons extrait les critères spécifiques à un mode d'endommagement par craquelage ou cavitation pour leur domaine d'application plus restreint. Une autre classe de critères plus pragmatiques basée sur des considérations statistiques est également abordée dans ce chapitre.

Nous explorerons ces approches tour à tour. Notre objectif n'est pas de lister de manière exhaustive les critères de rupture existants, mais de dépeindre les différentes voies d'étude possibles et de choisir l'approche la plus adéquate à la description de la rupture de nos polypropylènes.

IV.1.A. MECANIQUE ELASTIQUE ET ELASTO-PLASTIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE

La mécanique élastique linéaire de la rupture met en jeu les concepts de la mécanique des milieux continus autour d'une fissure, en supposant que le matériau environnant est parfaitement élastique, isotrope et homogène (par exemple [1]). Le but de cette démarche est de prédire les conditions de propagation instable du défaut conduisant à la rupture.

On doit à Griffith l'approche énergétique selon laquelle la progression de la fissure est possible dès que l'énergie élastique libérée par son extension compense l'énergie positive liée à la création de nouvelles surfaces. On définit G , le taux de restitution élastique exprimé en J/m^2 ou en N/m , qui correspond à l'énergie élastique libérée par la propagation d'une unité de surface de fissure. Il existe un seuil critique G_c au-delà duquel la fissure est instable.

Irwin introduit, quant à lui, le facteur d'intensité de contrainte, K , en exprimant les composantes de la contrainte élastique, σ_{ij} , en pointe de fissure dans un milieu homogène chargé à l'infini (équation [IV-1]).

$$\sigma_{ij}(r,\theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + \varepsilon(r) \quad \text{[IV-1]}$$

où r et θ sont les coordonnées polaires du point M considéré par rapport au fond de la fissure (Fig. IV-1).

Le paramètre K résume les effets de la géométrie de la pièce fissurée, des dimensions de la fissure et de la sollicitation appliquée. Au moment de la rupture, K atteint une valeur critique K_c caractéristique du matériau dans certaines conditions (déformations planes).

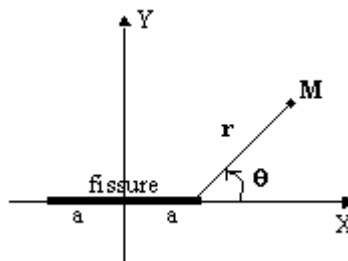


Fig. IV-1 Point M repéré en coordonnées polaires.

Ces approches présentent l'inconvénient d'admettre une contrainte infinie en pointe de défaut ce qui n'est physiquement pas acceptable. L'approche élasto-plastique considère alors l'existence en fond de fissure d'une zone plastique dont la frontière est le lieu des points qui satisfont un critère de plasticité.

Une première adaptation consiste à corriger le bilan énergétique du système pour tenir compte de la dissipation plastique. Cette démarche explique que l'apport énergétique nécessaire à la rupture soit plus important si une déformation plastique a lieu. Aucune hypothèse quant à la nature du travail plastique n'est formulée à ce stade. Cette démarche n'est donc pas spécifique à une classe de matériaux.

Leevers [2] propose, à partir d'essais d'impact dynamiques, un modèle tenant compte de l'existence de craquelures en front de fissures. Ce modèle repose sur l'hypothèse de fusion des 'racines' des fibrilles qui forment la craquelure, due à l'échauffement adiabatique. Cet échauffement conduit à une décohésion des lèvres de la craquelure et ainsi à la propagation du front de la fissure (Fig. IV-2). Cette démarche a l'avantage de relier analyse élémentaire et mécanique des milieux continus mais conserve les limitations initiales de la mécanique de la rupture.

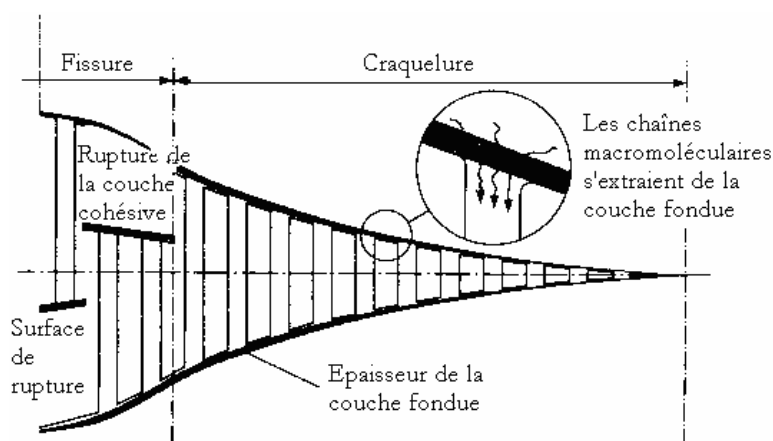


Fig. IV-2 Représentation de la propagation de fissure par décohésion thermique [2].

En parallèle aux approches énergétiques, existent des approches en contraintes. Dans ce cas, la forme de la zone plastique est modélisée et la contrainte y est limitée à la valeur du seuil d'écoulement. La zone plastique est souvent supposée circulaire. L'application aux polymères reste limitée car ces approches ne sont valables que dans le cas des matériaux au sein desquels la zone plastique est confinée et donc l'énergie plastique faible.

L'utilisation de l'intégrale de contour de Rice ou intégrale J est quelquefois admise comme plus adaptée aux polymères. Elle reste peu utilisée car sa mise en oeuvre est délicate et ne permet pas non plus de prendre en compte une forte plasticité. Richardson et Goree [3] construisent toutefois un critère de rupture à deux paramètres à partir de cette approche validé sur du PMMA. Selvarathinam et Goree [4] étendent cette démarche à la détermination du chemin de propagation de la fissure en introduisant un critère de bifurcation.

La notion de travail essentiel à la rupture [5], plus macroscopique, est également souvent employée. Au terme de cette approche, l'énergie associée à la rupture (W_f - équation [IV-2]) peut être décomposée en deux parties : l'énergie essentielle à la rupture (W_e) et l'énergie dissipée par la déformation plastique (W_p) supposée limitée à une zone confinée du matériau.

$$W_f = W_e + W_p = m_e l t + m_p \beta l^2 t \quad \text{[IV-2]}$$

avec β : facteur de forme de la zone plastique perpendiculaire au plan de la fissure ;

t : épaisseur de l'éprouvette ;

l : largeur du ligament ;

m_e : travail essentiel à la rupture ;

m_p : travail dissipé par la déformation plastique par unité de volume.

L'avantage de cette méthode est qu'elle est applicable aussi bien en contraintes planes qu'en déformations planes et pour toute géométrie de fissure tant que la longueur du ligament est suffisamment petite (inférieure au tiers de l'épaisseur selon les recommandations d'ESIS Technical Committee [5]) afin que l'hypothèse que cette zone se plastifie entièrement puisse être formulée. Malgré les postulats de la théorie, le travail essentiel à la rupture semble donner des résultats satisfaisants pour les polymères.

Tam et al. [6] se sont inspirés des travaux précédents pour calculer la valeur critique du taux de restitution d'énergie à partir de l'énergie totale de rupture lors des essais d'impact (équation [IV-3]).

$$W_f = G_c t L \Phi + E_k \quad \text{[IV-3]}$$

Dans cette équation : t est l'épaisseur de l'éprouvette ; L est la largeur de l'éprouvette ; Φ est le facteur de calibration dépendant de $\frac{a}{L}$, avec a : la longueur de l'entaille ; E_k est la perte d'énergie cinétique.

Dans les conditions d'application de la mécanique linéaire élastique et en apportant la correction relative à l'existence d'une zone plastique confinée en pointe de fissure, G_c est calculé à partir de la pente de la droite $W_f = f(t L \Phi)$.

IV.1.A.1. DISCUSSION

G et K sont exprimés sous des hypothèses identiques (matériau élastique linéaire, rayon de courbure nul en fond de fissure) et dans des conditions de chargement simples rarement vérifiées ou difficiles à réaliser en pratique. Les critères K_c et G_c ne sont intrinsèques que lorsque l'hypothèse de déformations planes est admissible et donc dans le cas des structures épaisses, difficiles à obtenir par injection.

Pour les polymères ductiles, on préfère l'approche de l'intégrale de Rice qui présente l'avantage de ne pas dépendre du chemin de déformation et de chargement en état de déformations planes mais qui peut présenter une sensibilité à la forme des éprouvettes et à la quantité de fissures dans le matériau.

L'utilisation de l'énergie essentielle à la rupture permet de comparer la résistance à la rupture de plusieurs matériaux mais ne peut pas la prédire. Son application peut s'étendre à une large gamme de matériaux du fait du faible nombre des postulats de base de la théorie.

Notons pour finir que les critères proposés par ces approches sont plutôt des critères de propagation d'un défaut préexistant et qu'ils restent difficiles à utiliser dans un contexte de modélisation d'un matériau initialement sain.

IV.1.B. CRITERES PHENOMENOLOGIQUES APPLIQUES AUX MATERIAUX FRAGILES

Il existe un autre type d'approche, phénoménologique, qui consiste à considérer la rupture comme l'instant à partir duquel un descripteur de l'état de contrainte atteint une valeur limite à l'échelle macroscopique.

Ainsi, pour des matériaux fragiles en supposant que la variation de volume, l'énergie plastique, la sensibilité à la température et à la vitesse de sollicitation sont négligeables, Li [7] exprime la rupture comme étant l'instant où une énergie spécifique maximale de déformation élastique atteint une valeur critique, w_{sc}^e . Cette forme générale proposée par Li permet selon l'expression d'énergie choisie de retrouver plusieurs critères intuitifs :

- L'énergie de déformation reliée à la contrainte principale maximale (équation [IV-4]).

$$w_{sc}^e = w_s^e = \frac{1+\nu}{E} \sigma_1^2 - \frac{3\nu}{E} \sigma_H \sigma_1 \quad \text{[IV-4]}$$

où σ_1 est la contrainte principale qui amorce la rupture ; σ_H est la contrainte hydrostatique ; ν est le coefficient de poisson ; E est le module d'Young. Ce critère peut être réduit à : $\sigma_1 = \sigma_{1c}$.

- L'énergie de déformation associée à la contrainte de cisaillement maximale (équation [IV-5]).

$$w_{sc}^e = w_s^e = \frac{\tau_{\max}^2}{2G} = \frac{(\sigma_1 - \sigma_3)^2}{8G} \quad \text{[IV-5]}$$

où σ_1 et σ_3 sont des contraintes principales qui permettent d'avoir la plus grande contrainte en cisaillement τ_{\max} ; G est le module de cisaillement. En d'autres termes, la rupture a lieu si $\tau_{\max} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} = \tau_c$.

- L'énergie de déformation en cisaillement du matériau (équation [IV-6]).

$$w_{sc}^e = w_s^e = w_d^e = \frac{4(1+\nu)}{6E} \sigma_e^2 \quad [\text{IV-6}]$$

où σ_e est la contrainte équivalente au sens de von Mises. Ce critère revient à $\sigma_e = \sigma_{ec}$.

- L'énergie associée à la contrainte hydrostatique (équation [IV-7]).

$$w_{sc}^e = w_s^e = \frac{3(1-2\nu)}{2E} \sigma_H^2 \quad [\text{IV-7}]$$

Exprimé de manière plus intuitive, ce critère devient $\sigma_H = \sigma_{Hc}$.

Ces critères sont indépendants de l'histoire du matériau. Ils ont été définis pour répondre à des cas de chargement simple où le mécanisme dominant qui conduit à la rupture est connu du moins suspecté.

Pour répondre à des états de contraintes et de déformations plus complexes, Gaziev [8] propose un critère basé sur l'énergie de déformation. Ce critère a été développé pour l'étude des matériaux céramiques polycristallins soumis à des sollicitations triaxiales. A rupture, les contraintes obéissent à une relation faisant intervenir la pression hydrostatique et le deuxième invariant du tenseur des contraintes (équation [IV-8]). Ce critère repose principalement sur deux hypothèses :

- La forme de l'expression de l'énergie de rupture en fonction de l'énergie de déformation est identique dans les cas d'un chargement uniaxial ou d'un chargement multiaxial ;
- L'énergie de déformation découle de l'action combinée des contraintes de traction et de cisaillement qui se développent simultanément dans le matériau.

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\sigma_* + m}{1+m} = \left(\frac{\tau_* - m}{1+m} \right)^n \\ m = \frac{R_t}{R_c} \\ n = 1,3 + 0,3 \left(\frac{\sigma_2 - \sigma_3}{\sigma_2 + \sigma_3} \right) \\ \sigma_* = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{R_c} \\ \tau_* = \frac{\tau_{cr}}{R_c} = \frac{1}{R_c \sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \end{array} \right. \quad [\text{IV-8}]$$

où m est un paramètre du critère déterminé à partir d'essais de traction ou d'essais triaxiaux ; n est un paramètre déterminé expérimentalement ; σ_1, σ_2 et σ_3 sont les contraintes principales ; τ_{cr} est la valeur à la rupture de la contrainte équivalente ; R_c est la valeur de τ_{cr} en sollicitation uniaxiale et R_t est la résistance à la compression sans contraintes latérales. En pratique ce critère s'exprime que la rupture est amorcée quand $\frac{\tau_i}{\tau_{i*}} = 1$. τ_i et τ_{i*} sont définies à l'équation [IV-9].

$$\begin{cases} \tau_i = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \\ \tau_{i^*} = R_t + (R_c - R_t) \left(\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 + R_t}{R_c + R_t} \right)^{1/n} \end{cases} \quad [\text{IV-9}]$$

Ce critère a été vérifié dans le cas de matériaux céramiques très fragiles soumis à des sollicitations triaxiales vérifiant $\sigma_2 = \sigma_3$.

IV.1.B.1. DISCUSSION

Les mécanismes de rupture des matériaux polymères sont diverses et conduisent à des dépendances aux taux de déformation, à l'histoire du chargement et à la température qui ne sont pas prises en compte dans ces critères. Leur champ d'application limité aux matériaux élastiques linéaires s'oppose à leur emploi pour décrire la rupture des polypropylènes copolymères, matériaux souvent le siège d'une déformation viscoélastique ou plastique significative.

IV.1.C. CRITERES PHENOMENOLOGIQUES APPLIQUES AUX MATERIAUX DUCTILES

Jusqu'à ce stade de la synthèse bibliographique, seuls les critères concernant les matériaux fragiles ou présentant une faible ductilité ont été abordés. D'autres critères ont été proposés et appliqués aux matériaux métalliques et/ou aux polymères présentant une plus grande déformation plastique.

Nous décrivons ici deux types d'approches basés sur une analyse du champ de contraintes ou sur le calcul d'un temps de rupture. Nous avons extrait de ces catégories les critères nécessitant l'identification du processus d'endommagement, qui feront l'objet du paragraphe *IV.1.D*.

IV.1.C.1. CRITERES BASES SUR UNE ANALYSE DU CHAMP DE CONTRAINTES

Des études [7] ont montré qu'une forte triaxialité dilatatoire diminue la ductilité d'un matériau alors qu'une triaxialité compressive l'augmente. La dissipation énergétique due aux déformations plastiques doit alors être fonction de la contrainte hydrostatique. Plusieurs critères peuvent être groupés sous une forme générale faisant intervenir une densité d'énergie critique (équation [IV-10]).

$$\Phi_1 = \int_0^{\varepsilon_{eq}^p} X d\varepsilon_{eq}^p = \Phi_{1c} \quad [\text{IV-10}]$$

où : Φ_1 est la densité d'énergie dissipée ; X est une fonction de la contrainte et des différentes dérivées de la fonction seuil de plasticité ; ε_{eq}^p est la déformation plastique équivalente.

Les critères diffèrent dans la forme donnée à la fonction X .

- Critère d'Oyane

Le critère d'Oyane [9] fait intervenir explicitement un coefficient de triaxialité des contraintes en introduisant la fraction $\frac{\sigma_m}{\sigma_e}$ dans l'expression du critère (équation [IV-11]).

$$X = \left(1 + \frac{1}{a_0} \frac{\sigma_m}{\sigma_e} \right) \left(\varepsilon_{eq}^p \right)^{b_0} \quad [\text{IV-11}]$$

où : σ_m est la moyenne des contraintes principales ; σ_e est la contrainte équivalente au sens de von Mises ; a_0 et b_0 sont des constantes caractéristiques du matériau.

- Critère de Zheng

Zheng [10] (équation [IV-12]) propose une expression empirique sur la base d'essais sur des éprouvettes entaillées ou lisses soumises à une traction uniaxiale ou à une flexion trois points.

$$X = \frac{1}{A} \exp\left(1,5 \frac{\sigma_m}{\sigma_e}\right) \quad \text{[IV-12]}$$

où A est une constante caractéristique du matériau.

D'autres modèles, qui ne recourent pas à la densité d'énergie dissipée, sont également associés aux matériaux ductiles.

- Critère de Latham & Cockcroft

Ce critère [11] repose sur l'hypothèse que la rupture est provoquée par les contraintes de traction uniquement (équation [IV-14]). L'expression de ce modèle ne tient pas compte des contraintes de compression et de cisaillement qui peuvent exister dans les zones de striction ou dans des cas de chargement complexe.

$$\int_0^{\bar{\varepsilon}_R} \max(\sigma_I, 0) d\bar{\varepsilon} = C \quad \text{[IV-13]}$$

où : σ_I est la plus grande des contraintes principales ; $\bar{\varepsilon}_R$ est la déformation à la rupture ; C est une constante caractéristique du matériau.

- Critère de Norris

Le critère de Norris [12] s'applique aux cas de triaxialité élevée contrairement au critère d'Oyane [13]. Il est exprimé sous la forme de l'intégrale de la fonction du tenseur des contraintes par rapport à la déformation équivalente.

$$\int_0^{\bar{\varepsilon}_R} \frac{d\bar{\varepsilon}}{1 - \beta \sigma_m} = C'' \quad \text{[IV-14]}$$

où : σ_m est la contrainte moyenne ; β, C'' sont des constantes caractéristiques du matériau.

IV.1.C.2. CRITERES BASES SUR LE CALCUL D'UN TEMPS DE RUPTURE

Un grand nombre de critères prédisent le temps de rupture en se basant sur le dépassement d'une barrière énergétique liée à l'énergie de cohésion du matériau [14].

- Critère de Zhurkov

Zhurkov a proposé une approche de la rupture basée sur le calcul du temps de rupture [15]. Ce critère fait intervenir la température T et la contrainte σ par l'intermédiaire de la barrière énergétique effective $\Delta U = U_0 - \beta \sigma$, où U_0 est homogène à une énergie de cohésion du matériau et β un paramètre microstructural (équation [IV-15]).

$$t_F = t_0 \exp\left(\frac{\Delta U}{kT}\right) \quad \text{[IV-15]}$$

t_0 étant l'inverse de la fréquence d'oscillation naturelle des atomes dans le matériau solide.

- Critère de Dremin & Molodets

Dremin & Modelets ont modifié le critère de Zhurkov pour tenir compte de l'accroissement du temps à la rupture des matériaux présentant un comportement plastique [16]. Ils ont introduit un taux d'endommagement cumulé $\dot{\Phi}$ qui traduit la thermo-activation de la réponse du matériau (équation [IV-16]).

$$\begin{cases} \dot{\Phi} = \dot{\Phi}_0 \exp\left(\frac{-\Delta U}{kT}\right) \\ 1 = \int_0^{t_F} \dot{\Phi} dt \end{cases} \quad \text{[IV-16]}$$

$\dot{\Phi}_0$ est l'inverse de t_0 ; U_0 et β ne dépendent pas de la température.

- Critère de Klepaczko

Le critère de Klepaczko (équation [IV-17]) est appliqué quand la durée de sollicitation des matériaux est très courte [14].

$$t_{c0} = \int_0^{t_F} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{\frac{\Delta U_0}{kT}} dt \quad \text{[IV-17]}$$

Il repose également sur le critère de Zhurkov en remplaçant l'énergie d'activation par : $\Delta U(\sigma) = \Delta U_0 \ln\left(\frac{\sigma_0}{\sigma}\right)$, où ΔU_0 est la barrière énergétique dans le système au repos et σ_0 la contrainte seuil correspondant au temps caractéristique du matériau t_{c0} . Ce critère a été validé pour la simulation de la rupture d'alliages d'aluminium soumis à des essais d'impact.

- Critère de Tuler & Bucher

Soit une fonction Φ qui atteint une valeur critique au moment de la rupture. Φ est fonction de l'histoire du chargement et du temps. Tuler & Bucher [17] ont exprimé cette fonction sous forme d'une puissance de la différence entre la contrainte imposée σ et la contrainte σ_0 en deçà de laquelle aucun endommagement notable n'est enregistré à l'échelle du temps de l'essai (équation [IV-18]).

$$\Phi = \int_0^t (\sigma - \sigma_0)^\lambda dt \quad \text{[IV-18]}$$

L'expression du critère repose sur le cumul de l'endommagement jusqu'à l'instant de la rupture t_F (équation [IV-19]).

$$1 = \int_0^{t_F} \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_r}\right)^\lambda dt \quad \text{[IV-19]}$$

où : σ_r est la contrainte de référence ; t_F est le temps de la rupture ; λ est un paramètre caractéristique du matériau déterminé expérimentalement.

IV.1.C.3 DISCUSSION

Les critères basés sur une analyse du champ de contraintes donnent lieu à une prédiction intuitive de la ruine. Ils peuvent donner une indication sur un seuil de dangerosité à partir duquel les processus de ruine peuvent être amorcés.

Dans ce paragraphe, les différentes expressions de critères en terme de temps de rupture sont basées sur la considération de termes énergétiques de cohésion du matériau. Ils sont peu adaptés aux matériaux ductiles qui

rompent à un taux de déformation plastique important ainsi qu'aux matériaux s'endommageant par cavitation. Dans ces cas, une dissipation importante de l'énergie a lieu sous forme de chaleur ou en travail nécessaire à la nucléation et l'augmentation de la surface des cavités.

IV.1.D. CRITERES BASES SUR UNE IDENTIFICATION DE L'ENDOMMAGEMENT

Nombre de critères sont fondés sur une description de l'endommagement, précurseur de la rupture, induit par l'amorçage, la croissance et la coalescence de microcavités. Dans ce paragraphe sont regroupés les critères qui font intervenir dans leurs expressions des caractéristiques géométriques ou physiques des processus d'endommagement de manière explicite.

IV.1.D.1. CRITERES BASES SUR UN VOLUME OU UNE TAILLE CRITIQUE DE CAVITES

- Critère de Barbee & Curran

Selon Barbee & Curran [18], la rupture a lieu quand un volume critique de cavités V_v est atteint (équation [IV-20]).

$$V_v = 8\pi \Delta t R_0^3 \left(\dot{N} + \dot{N}_0 \exp\left(3 \frac{\sigma - \sigma_{g0}}{4\eta} \Delta t\right) \right) \quad [IV-20]$$

où : σ_{g0} est la contrainte au seuil de coalescence des cavités ; R_0 est le rayon d'une cavité au début de l'intervalle de temps de sollicitation Δt ; \dot{N} est le taux de nucléation ; \dot{N}_0 est le seuil du taux de nucléation ; η est la viscosité du matériau mesurée sous conditions de choc.

Ce modèle traite le cas d'une cavité sphérique dans une matrice pseudoplastique. Une condition de contrainte maximale exprime le début de la coalescence des cavités mais néglige l'effet de la triaxialité des contraintes sur la croissance de l'endommagement.

- Critère de Rajendran

Dans le modèle de Rajendran [19] la nucléation des cavités est modélisée par une distribution gaussienne (équation [IV-21]). Ces écritures permettent le calcul itératif d'une fraction volumique de cavités dans le matériau. Au moment de la rupture, cette fraction volumique atteint une valeur critique.

$$\begin{cases} \dot{f} = F_\sigma \dot{\sigma} + F_\varepsilon \dot{\varepsilon}^p + \dot{f}_g \\ \dot{f}_g = (1-f) \dot{\varepsilon}_{ii}^p \end{cases} \quad [IV-21]$$

où : $\dot{\varepsilon}_{ii}^p$ est la trace du tenseur de taux de déformation plastique ; f est la fraction de cavités dans le matériau ; F_σ et F_ε sont des distributions gaussiennes respectivement de la contrainte et de la déformation plastique.

Dans cette relation, l'influence de l'état des contraintes et des déformations sur la croissance des cavités est exprimée. Les effets de la pression et de la température ne sont pas pris en compte dans ce cas, mais peuvent s'avérer nécessaires du fait de la sensibilité à la pression hydrostatique des processus dilatants et de l'échauffement local dans les zones de déformations plastiques des polymères.

- Critère de Rice & Tracey

Le modèle de Rice & Tracey [20,21,22,23] permet de quantifier l'évolution des cavités initiales dans un solide poreux sollicité. Il permet d'évaluer les vitesses d'évolution des rayons R_k d'une cavité initialement sphérique. k correspond à la direction considérée du système de coordonnées. La cavité est au centre d'une matrice infinie supposée incompressible et soumise à un taux de déformation plastique $\dot{\varepsilon}_k^p$.

Dans le repère des axes principaux (*I, II, III*) du tenseur des vitesses de déformation plastique, le taux d'évolution des rayons de la cavité s'écrit selon l'équation [IV-22].

$$\frac{\dot{R}_k}{R} = \frac{5}{3} \dot{\varepsilon}_k^p + \frac{3}{4} \frac{\sigma_m}{\sigma_0} \dot{\varepsilon}^p \quad [\text{IV-22}]$$

Dans cette équation : $\bar{R} = (R_I R_{II} R_{III})^{1/3}$; $\dot{\varepsilon}_k^p$ désigne les composantes du tenseur des vitesses de déformation plastique dans le repère des axes principaux ; $\dot{\varepsilon}^p$ désigne le taux de déformation plastique équivalent ; σ_m désigne la contrainte moyenne des contraintes principales ; σ_0 désigne la contrainte d'écoulement de la matrice polymère.

- Critère de Budiansky

Le modèle de Budiansky [24] est une extension de celui de Rice & Tracey à une matrice pseudoplastique. En appliquant la méthode variationnelle de la borne supérieure pour un chargement axisymétrique et à haute triaxialité ($\xi \geq 0,9$), l'auteur propose l'équation [IV-23].

$$\frac{\dot{R}_k}{\dot{\varepsilon}^p R} = \frac{\chi}{2} \left[\frac{3m}{2} |\xi| + (1-m)(1 + 0,418m + 0,014\chi m) \right]^{1/m} \quad [\text{IV-23}]$$

où : R : rayon de la cavité ;

$\dot{\varepsilon}^p$: taux de déformation plastique équivalent ;

m : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation ;

χ : coefficient de triaxialité de signe $\chi = \pm 1$.

Le modèle de Budiansky permet de la même manière que celui de Rice & Tracey de remonter à des taux de variations de volume ou de fractions volumiques de cavités critiques. Lorsque m tend vers 0 (matériau parfaitement plastique), la relation [IV-23] se simplifie pour donner le modèle de Rice & Tracey (équation [IV-22]). Cette loi de vitesse de croissance des cavités permet également d'exprimer la déformation à la rupture en traction $\bar{\varepsilon}_R$ (équation [IV-24]).

$$\bar{\varepsilon}_R = \left[\frac{3m}{2} \xi + (1-m)(1 + 0,43m) \right]^{-1/m} \ln \left(\frac{R}{R_0} \right)_c \quad [\text{IV-24}]$$

Dans cette équation : R est le rayon actuel de la cavité ;

R_0 est le rayon initial de la cavité ;

ξ est le coefficient de triaxialité ≥ 0 ;

$\left(\frac{R}{R_0} \right)_c$ est la valeur du rapport R/R_0 à la rupture.

- Critère de Gurson

Un des critères de plasticité les plus répandus dans l'étude des métaux s'endommageant par cavitation est celui de Gurson [25]. L'expression du critère fait apparaître la sensibilité à la pression hydrostatique et fait intervenir la fraction volumique de porosité (équation [IV-25]). À $f=0$, on retrouve le critère de plasticité de von Mises.

$$\left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0} \right)^2 + 2f \cosh \left(\frac{3\sigma_m}{2\sigma_0} \right) - (1 + f^2) = 0 \quad [\text{IV-25}]$$

où : σ_{eq} est la contrainte équivalente au sens de von Mises ;

σ_0 est la contrainte d'écoulement de la matrice ;

σ_m est la contrainte moyenne ;

f est la fraction volumique de cavités.

Au-delà d'une certaine pression hydrostatique le modèle n'autorise pas la fermeture de cavités, ce qui représente son principal inconvénient.

- Critère de Tvergaard

Afin de prendre en compte les interactions locales entre cavités, Tvergaard [26] a introduit trois paramètres supplémentaires dans le critère de Gurson. Les valeurs numériques des paramètres ont été proposées après des calculs par éléments finis (équation [IV-26]).

$$\left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^2 + 2q_1 f \cosh\left(\frac{3q_2 \sigma_m}{2\sigma_0}\right) - (1 + q_3 f^2) = 0 \quad [IV-26]$$

où : $q_1 = 1,5$; $q_2 = 1$; $q_3 = (q_1)^2$.

A partir des critères de plasticité de Gurson et de Tvergaard, il est possible de proposer un critère de rupture basé sur la considération d'un seuil critique de fraction volumique de cavités (équation [IV-27]).

$$f = f_c \quad [IV-27]$$

- Critère de Tanaka

Les sites d'amorçage de la rupture dans un matériau métallique se situent à proximité des inclusions. Cet endommagement est lié à la formation de cavités par fragmentation de l'inclusion, par décohésion à l'interface inclusion/matrice ou par cavitation de la matrice du fait de la perturbation du champ de contraintes par l'hétérogénéité. La création de surface libre nécessite une condition énergétique favorable. Dans le cas d'une inclusion déformée élastiquement dans une matrice plastique, Tanaka [27] propose une expression pour la déformation à l'amorçage de la cavité en traction uniaxiale (équation [IV-28]).

$$\varepsilon_a = \sqrt{A \frac{S}{V} \times \frac{\gamma_M + \gamma_I - \gamma_{IM}}{E_M}} \quad [IV-28]$$

où ε_a est la déformation à l'amorçage de la cavité ; A est une fonction du module élastique de la matrice E_M , du module élastique de l'inclusion E_I et de la forme de l'inclusion. Pour une inclusion sphérique : $A = 4 \frac{E_M}{E_I}$;

S est la surface de l'inclusion ; V est le volume de l'inclusion ; γ_M et γ_I sont les énergies de surface de la matrice et de l'inclusion ; γ_{IM} est l'énergie de l'interface inclusion/matrice.

Dans le cas d'une inclusion sphérique de rayon R , l'équation [IV-28] prend l'expression [IV-29].

$$\varepsilon_a = \sqrt{\frac{12}{R} \times \frac{\gamma_M + \gamma_I - \gamma_{IM}}{E_I}} \quad [IV-29]$$

Il est intéressant de relever que cette relation prédit l'amorçage de la cavitation à une déformation d'autant plus faible que le rayon de l'inclusion est grand. Une conséquence directe de cette remarque est que la cavitation s'amorce en premier lieu au niveau des plus grosses hétérogénéités.

IV.1.D.2. CRITERES D'AMORÇAGE DE CRAQUELURES

Le craquelage est souvent considéré comme étant le principal processus d'endommagement et de ruine 'fragile' des polymères amorphes. Des exemples de critères d'amorçage des craquelures sont donnés dans ce paragraphe.

- Critère de la contrainte principale maximale

Bucknal et al. [28] ont postulé que le craquelage de films de PS est amorcé en traction quand la contrainte principale σ_1 atteint un seuil critique (équation [IV-30]).

$$\sigma_1 = \sigma_{1c} \quad [IV-30]$$

- Critère de Sternstein & Ongchin

En contraintes planes, Sternstein & Ongchin [29] ont observé que l'amorçage de craquelures dans un PMMA soumis à un chargement en traction biaxiale débute quand l'équation [IV-31] est vérifiée.

$$|\sigma_1 - \sigma_2| = A + \frac{B}{\sigma_H} \quad \text{avec } \sigma_H \geq 0 \quad \text{[IV-31]}$$

Dans cette équation : σ_1 et σ_2 sont les contraintes principales ; σ_H est la contraintes hydrostatique ($\frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2)$) ; A et B sont des paramètres du matériau qui peuvent être fonction de la température.

- Critère d'Oxborough & Bowden

La formation de craquelures est favorisée par une contrainte hydrostatique dilatante. Le critère proposé par les auteurs [30] est donné à l'équation [IV-32].

$$\sigma_1 - \nu \sigma_2 - \nu \sigma_3 = \frac{A'}{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3} + B' \quad \text{[IV-32]}$$

Dans cette équation : σ_1 , σ_2 et σ_3 sont les contraintes principales ; ν est le coefficient de poisson ; A' et B' sont des paramètres du matériau.

IV.1.D.3. CRITERES BASES SUR L'INTRODUCTION D'UNE VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT

Plutôt que de tenter de modéliser l'endommagement, on peut utiliser une grandeur macroscopique, D , qui quantifie les effets de l'endommagement à l'échelle macroscopique [31,32]. Cette approche consiste à déterminer l'évolution d'une grandeur physique X au cours de la déformation plastique. Une variable D , comprise entre 0 et 1, est définie par l'équation [IV-33].

$$D = \frac{X_0 - X}{X_0 - X_f} \quad \text{[IV-33]}$$

Avec X_0 la valeur de X à l'état non endommagé et X_f la valeur de X à l'état rompu. La méthode la plus utilisée est la mesure du module d'Young (se référer au chapitre III). Un critère intuitif pourrait alors découler de l'existence d'un seuil critique d'endommagement (équation [IV-34]).

$$D = D_c \quad \text{[IV-34]}$$

- Critère de Cagnoux

Cagnoux [33] a modifié le critère de Tuler & Bucher en y introduisant le paramètre d'endommagement D considéré comme étant une variable interne du système (équation [IV-35]).

$$1 = \int_0^{t_F} \left(\left(\frac{1}{\sigma_r} \right) \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{1-D} \right) \right)^\lambda (1-D)^{\lambda-b\sigma} dt \quad \text{[IV-35]}$$

b et λ sont des paramètres caractéristiques du matériau sollicité. Dans les travaux de Cagnoux, λ est fixé arbitrairement à 1.

- Critère de Wanja

Le critère de Wanja [34] (équation [IV-36]) dérive également de celui de Tuler & Bucher.

$$1 = \int_0^{t_F} \left(\left(\frac{1}{\sigma_r} \right) \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{1-D} \right) \right)^\lambda dt \quad \text{[IV-36]}$$

- Critère de Wang

Le critère de Wang [35] repose sur le couplage entre la mécanique de l'endommagement et les théories de l'élasticité linéaire et de la plasticité dans l'étude de matériaux isotropes. L'expression du critère exprime qu'une densité d'énergie critique est atteinte au moment de la rupture, semblable en cela aux critères présentées au paragraphe IV.1.C.1 (équation [IV-37]).

$$\begin{cases} \Phi_1 = \int_0^{\varepsilon_{eq}^p} X d\varepsilon_{eq}^p = \Phi_{1c} \\ X = D f\left(\frac{\sigma_H}{\sigma_e}\right) (\varepsilon_{eq}^p - \varepsilon_0^p)^{k-1} \\ f\left(\frac{\sigma_H}{\sigma_e}\right) = \frac{2}{3}(1+\nu) + 3(1-2\nu)\left(\frac{\sigma_H}{\sigma_e}\right)^2 \end{cases} \quad [IV-37]$$

où ε_0^p est la déformation liée à la coalescence des cavités.

Ce critère a été validé dans des cas simples de contraintes planes en supposant que le matériau est incompressible (ce qui conduit à une expression simple du tenseur des déformations). Or, l'endommagement par cavitation joue un rôle important dans les mécanismes de rupture ductile. La variation du volume du matériau ne peut donc pas être négligée et maintenir l'hypothèse d'incompressibilité peut introduire une erreur notable sur le calcul des contraintes (chapitre III).

IV.1.D.4. DISCUSSION

Les critères de croissance de cavités doivent être couplés à des critères de nucléation d'endommagement. D'un point de vue pratique, l'application de ces classes de critères paraît risquée compte tenu de la complexité de la composition de nos matériaux et de la diversité des processus menant à la cavitation au sein de chacun d'entre eux. Nous devons donc privilégier une approche plus pragmatique.

Les critères d'amorçage de craquelures ne sont pas des critères de rupture proprement dits mais des critères d'apparition du processus susceptible d'entraîner la ruine du polymère. Si l'endommagement des polymères amorphes est étroitement lié à l'amorçage et croissance des craquelures, les phénomènes que nous avons observés dans nos polypropylènes semi cristallins impliquent de plus une cavitation autour des charges ou dans la matrice polymère. Ces critères semblent donc insuffisants à la description de la rupture de nos matériaux.

La définition et l'identification d'une variable d'endommagement traduisant l'évolution des processus cavitationnels dans nos matériaux conduites au chapitre III, soulignent que ce paramètre D atteint une valeur de saturation à peine le seuil apparent de plasticité atteint et bien avant que la rupture ait eu lieu (Fig. III-50). Ainsi, les critères basés sur un taux d'endommagement critique ne sont pas suffisants à la prédiction de la ruine de nos polypropylènes.

IV.1.E. STATISTIQUE DE WEIBULL

Dans le domaine des polymères, une dispersion importante des valeurs de la contrainte à rupture est couramment rencontrée. Il est donc légitime de traiter le problème en terme de statistique de la rupture comme la statistique de Weibull [36]. Cette approche est basée sur l'assimilation du matériau à une chaîne constituée de n maillons. Le matériau casse si l'un de ses maillons casse. La probabilité de survie P_s de l'échantillon est alors la probabilité qu'aucun des maillons de la chaîne ne rompe. L'expression de la probabilité de survie dans un matériau soumis à une traction uniforme est donnée par l'équation [IV-38].

$$P_s = 1 - P_r = \exp\left[-\nu \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad [IV-38]$$

Dans cette expression, P_r est la probabilité de rupture, v est le volume d'échantillon sollicité (il est remplacé par un volume effectif pour tout essai autre que la traction), σ_0 est un paramètre d'adimensionnalisation et m est le module de Weibull caractérisant la dispersion des contraintes à la rupture. Ainsi, plus m est grand, plus les données sont dispersées.

La statistique de Weibull a, par exemple, été employée pour la prédiction de la rupture d'acier ferritique en traction [37], de roches en impact [38], de composites à base de céramiques [39] et d'un composite Kevlar/époxy en fluage[40].

IV.1.F. CONCLUSION

Cette rapide revue bibliographique nous permet de montrer la variété des modes de prédiction de la rupture des matériaux. La mécanique élastique linéaire permet d'avoir une indication sur les charges limites supportées par un matériau contenant des défauts pré définis. Néanmoins, les hypothèses simplificatrices se révèlent souvent restrictives et inacceptables physiquement. La mécanique élasto-plastique a apporté une correction à certains de ces problèmes dans le cas des polymères fragiles mais les hypothèses de travail engendrent des contraintes à l'expérimentation de ces théories, souvent fastidieuse.

Les critères appliqués traditionnellement aux métaux sont souvent basés sur l'identification des mécanismes d'endommagement. Leur application aux polymères est délicate car leurs mécanismes de dégradation sont complexes et souvent couplés.

La complexité des phénomènes liés à la rupture de nos matériaux polymères rend difficile la prédiction fiable de sa ruine par des critères microscopiques liés aux processus élémentaires de déformation, et nous oriente vers une approche phénoménologique basée sur l'analyse des observables expérimentales par la statistique de Weibull.

IV.2. ELEMENTS SUR LA RUPTURE DE NOS POLYPROPYLENES

Nous avons insisté dans les paragraphes précédents sur la nécessité d'identifier le mécanisme responsable de la rupture du polymère pour un choix pertinent des descripteurs qui serviront à l'établissement d'un critère de rupture. Ceci reste vrai avec l'approche statistique. En effet, les données qui serviront à l'identification du critère de Weibull doivent être choisies de manière à représenter la sollicitation la plus dangereuse.

Dans ce paragraphe, nous traiterons plus spécifiquement les phénomènes liés à la rupture de nos matériaux. Nous étudierons en premier lieu les faciès de rupture et les champs de déformation à rupture de nos échantillons en traction et cisaillement. Ces observations pourraient aider à l'identification des chargements à risque entraînant la rupture de nos polypropylènes.

IV.2.A. FRACTOGRAPHIE

L'analyse fractographique des échantillons rompus de traction est réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB) PHILIPS XL30 ESEM. Les observations sont toutes effectuées sous vide classique avec une tension d'accélération de 20 keV ou de 15 keV. Les échantillons sont rendus conducteurs par une fine couche de carbone déposée sous vide.

Le comportement des deux polymères dans la plage de vitesse de sollicitation retenue et à la température ambiante est apparemment ductile, nous l'avons montré par les divers essais rhéologiques. L'observation au microscope électronique à balayage confirme ce point à un niveau local (Fig. IV-3) par opposition à un faciès de rupture fragile obtenu après trempe à l'azote liquide (Fig. IV-4).

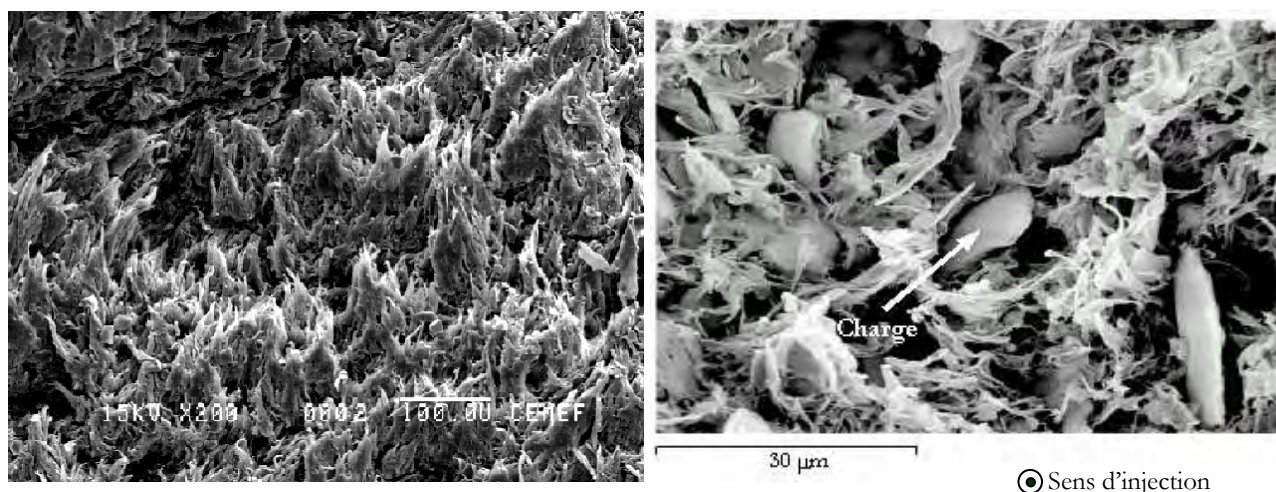


Fig. IV-3 Faciès de rupture d'un échantillon de BMT222 après traction à température ambiante.

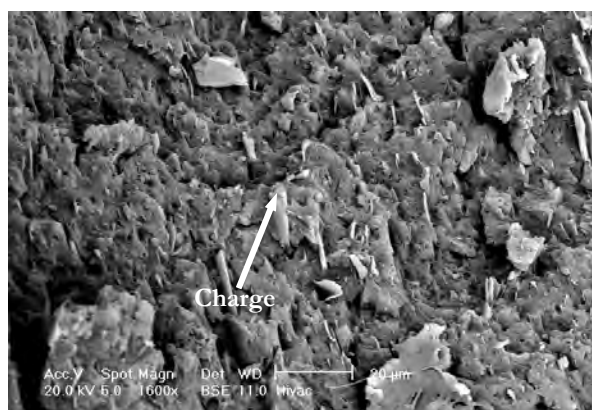


Fig. IV-4 Faciès de rupture fragile du BMT222 obtenu par trempe à l'azote liquide.

L'existence d'un important phénomène de cavitation a été démontré (chapitre III). Les cavités sont visibles sur ces clichés (Fig. IV-3) et correspondent aux taches sombres, parfois entourant des charges.

IV.2.B. SITES D'AMORÇAGE DE LA RUPTURE

La méthodologie expérimentale que nous avons adoptée pour nos essais de caractérisation mécanique permet de mettre en parallèle les images au moment de la rupture et les cartographies de déformations immédiatement précédentes cet instant. Les images réalisées en traction uniaxiale sur éprouvettes lisses (Fig. IV-5) ou entaillées (Fig. IV-6) et en cisaillement (Fig. IV-7) révèlent l'amorçage de la rupture dans la zone de localisation de la déformation longitudinale. Les sites d'amorçage de la rupture des éprouvettes entaillées se situent à proximité des fonds d'entailles où une pression hydrostatique dilatante pourrait s'être développée. En cisaillement Iosipescu la rupture est amorcée sur les flancs d'entaille. Ainsi, la sollicitation 'dangereuse' pour nos polypropylènes et qui entraîne la rupture semble bien être la traction. C'est donc sur les essais de traction plus simple à exploiter que nous allons développer nos critères de rupture dans un premier temps.

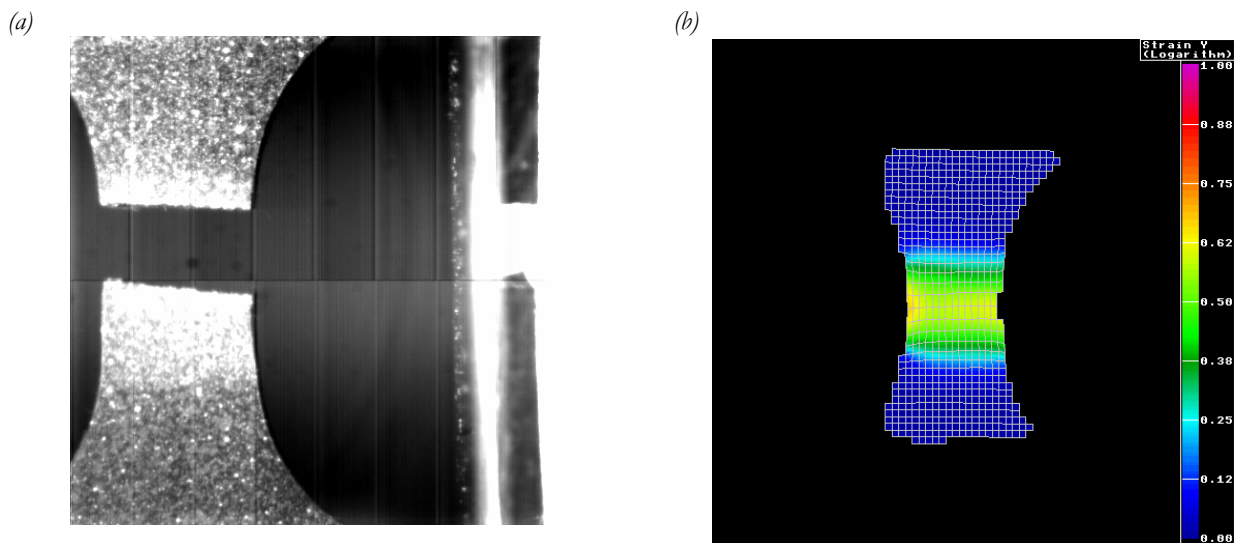


Fig. IV-5 (a) Image au moment de la rupture d'une éprouvette BMT222 au cours d'un essai de traction à 1 mm/s ($\sim 0,2 \text{ s}^{-1}$) et à 20°C . (b) Cartographie de la déformation longitudinale correspondante à l'instant précédant la rupture.

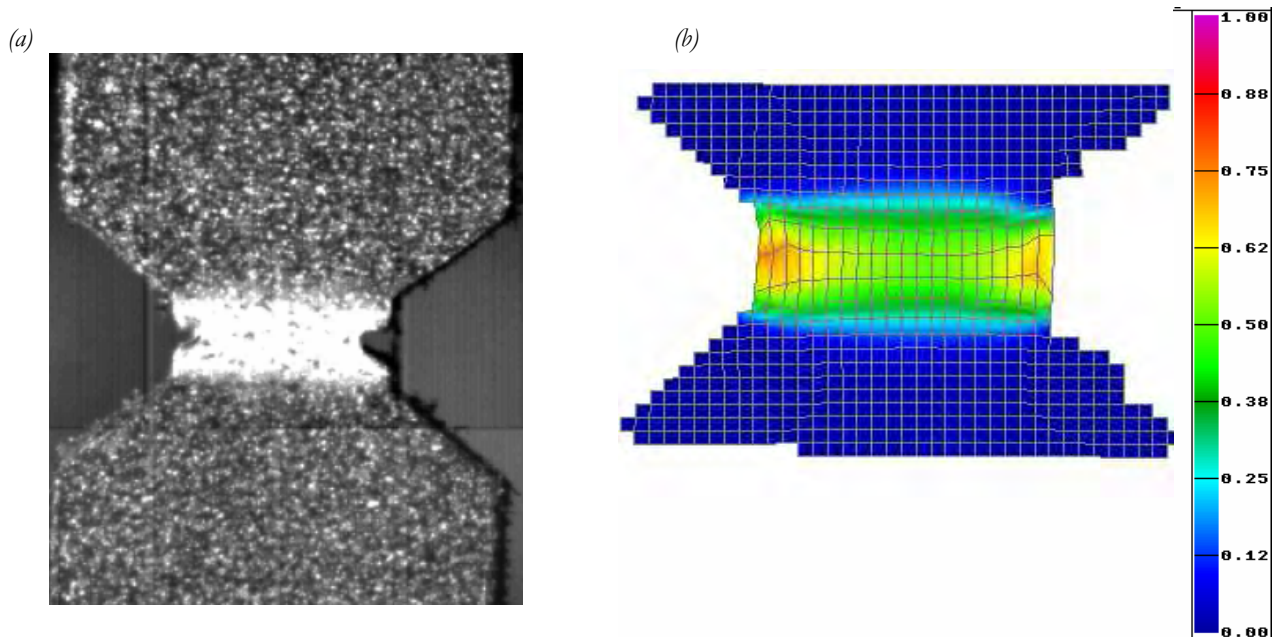


Fig. IV-6 (a) Image au moment de la rupture d'une éprouvette BMT222 entaillée au cours d'un essai de traction à 10 mm/s soit $\sim 5 \text{ s}^{-1}$ et à 20°C . Entaille en V : $\rho = 2 \text{ mm}$, $L_0 = 8 \text{ mm}$. (b) Cartographie de la déformation longitudinale correspondante à l'instant précédant la rupture.

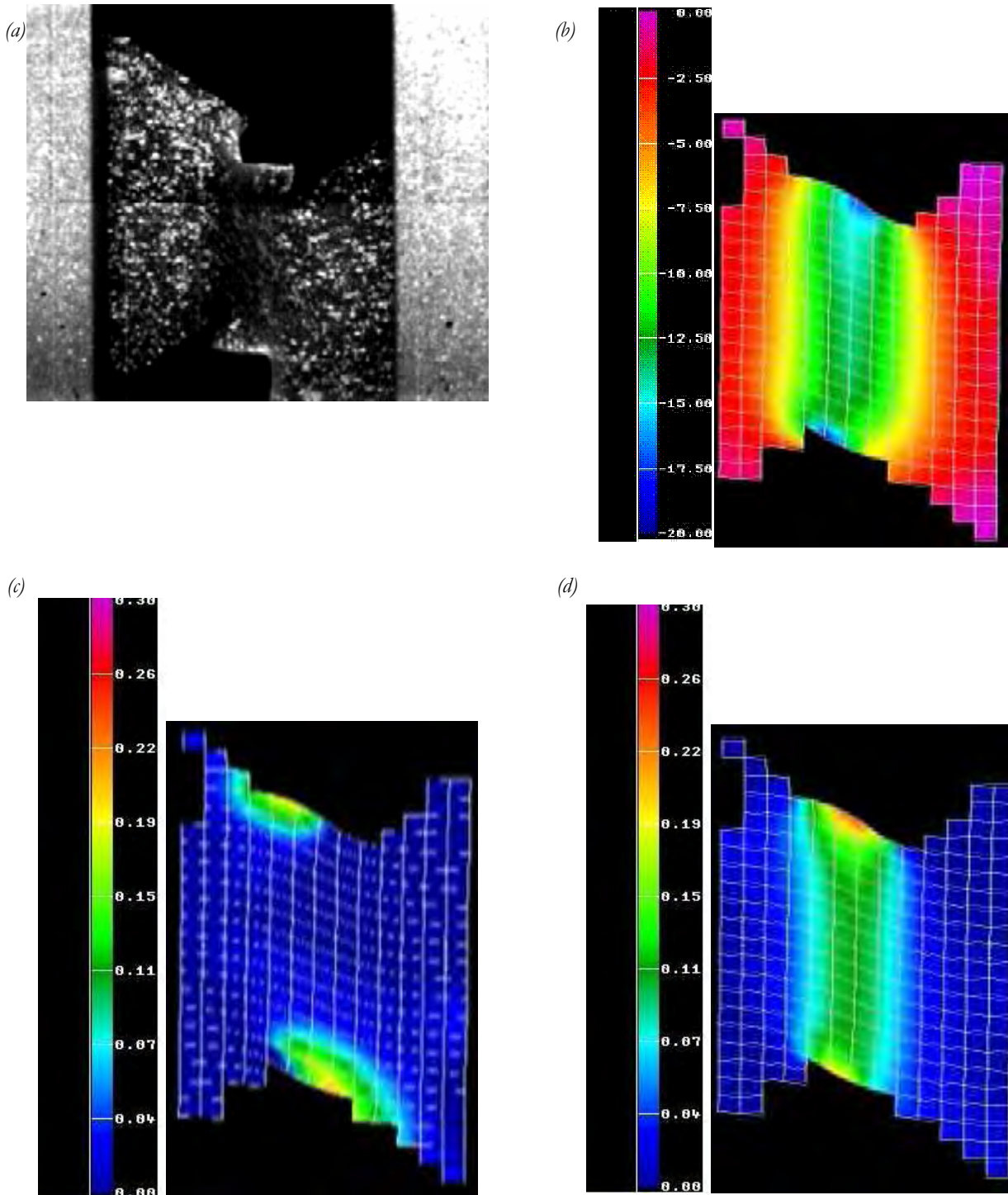


Fig. IV-7 (a) Image au moment de la rupture d'une éprouvette BMT222 au cours d'un essai de cisaillement Iosipescu à $0,1\text{mm/s}$. Cartographies correspondantes à l'instant précédant la rupture de la déformation en cisaillement (b), déformation longitudinale (c) et déformation transverse (d). $\beta = 90^\circ$.

IV.2.C. EVOLUTION DES GRANDEURS MECANIQUES

A partir des essais de traction sur éprouvettes lisses, nous pouvons relever les valeurs des contraintes, des déformations et des variations de volume à la rupture (Fig. IV-8, Fig. IV-9 et Fig. IV-10) et proposer trois critères intuitifs établis pour chaque matériau toutes vitesses confondues (équation [IV-39]).

$$\begin{aligned}
 \text{BMT222 – sens longitudinal} & \begin{cases} \sigma_{yy}^c \geq 15 \text{MPa} \\ \varepsilon_{yy}^c \geq 0,5 \\ (\Delta V/V_0)^c \geq 0,6 \end{cases} \\
 \text{BMT222 – sens transverse} & \begin{cases} \sigma_{yy}^c \geq 13 \text{MPa} \\ \varepsilon_{yy}^c \geq 0,5 \\ (\Delta V/V_0)^c \geq 0,5 \end{cases} \quad [\text{IV-39}] \\
 \text{BA238G9} & \begin{cases} \sigma_{yy}^c \geq 15 \text{MPa} \\ \varepsilon_{yy}^c \geq 0,8 \\ (\Delta V/V_0)^c \geq 0,9 \end{cases}
 \end{aligned}$$

La rupture du matériau non chargé a lieu à une déformation (et par conséquent une variation de volume) nettement plus importante que le matériau chargé. Ce fait illustre la ductilité plus grande du matériau non chargé. On peut également constater que l'anisotropie de comportement du BMT222 ne se retrouve pas sur les grandeurs à rupture ou, plus précisément, est « noyée » dans la dispersion de mesure.

L'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la vitesse de déformation (Fig. IV-8) indique un léger accroissement de la contrainte avec les vitesses de sollicitation moyennes. Si on applique maintenant la correction des effets d'adoucissement thermique selon un modèle d'Arrhenius (procédure détaillée au chapitre III) aux valeurs de la contrainte à rupture, on assiste naturellement à une augmentation de ces valeurs mais aussi une légère modification de la dépendance à la vitesse de déformation (Fig. IV-11).

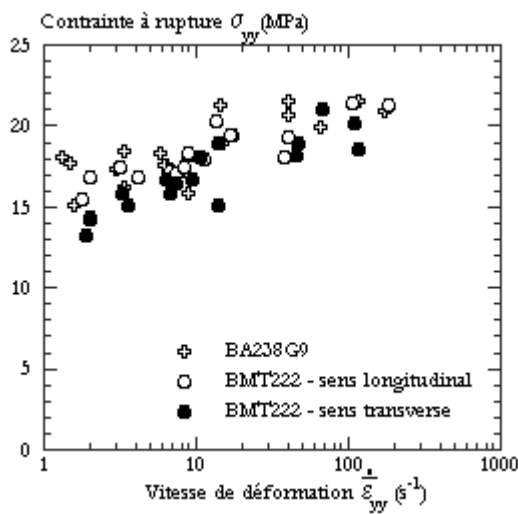


Fig. IV-8 Contraintes axiales à rupture en fonction de la vitesse de déformation longitudinale au cours d'une sollicitation en traction sur éprouvettes lisses. Eprouvettes BA238G9 sollicitées parallèlement au sens d'injection.

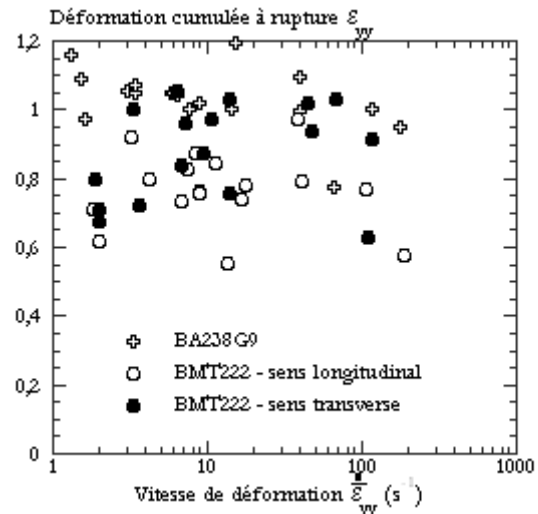


Fig. IV-9 Déformations longitudinales à rupture en fonction de la vitesse de déformation longitudinale au cours d'une sollicitation en traction sur éprouvettes lisses. Eprouvettes BA238G9 sollicitées parallèlement au sens d'injection.

La variation de volume et la déformation (Fig. IV-12) à rupture évoluent de manière conjointe, conformément à nos observations antérieures (chapitre III). En traçant l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la variation de volume à rupture (Fig. IV-13), nous pouvons constater que ces paramètres semblent par contre décorrélés. Ce sont donc seuls ces deux paramètres que nous tenterons de reproduire avec une statistique de Weibull. Traiter la déformation et la variation de volume n'aurait, en effet, pas de sens puisque ces grandeurs sont reliées.

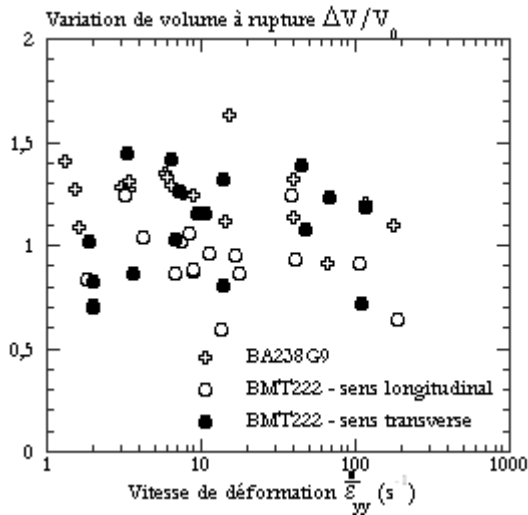


Fig. IV-10 Variations de volume à rupture en fonction de la vitesse de déformation longitudinale au cours d'une sollicitation en traction sur éprouvettes lisses. Eprouvettes BA238G9 sollicitées parallèlement au sens d'injection.

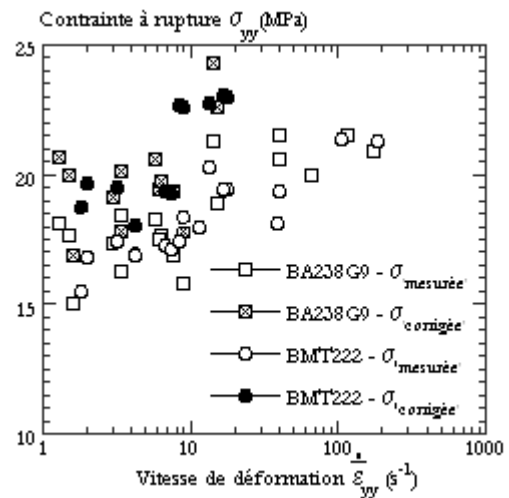


Fig. IV-11 Contraintes mesurées ou corrigées des effets de l'adoucissement thermique à rupture en tant que fonction de la vitesse de déformation longitudinale au cours d'une sollicitation en traction. Eprouvettes sollicitées parallèlement au sens d'injection.

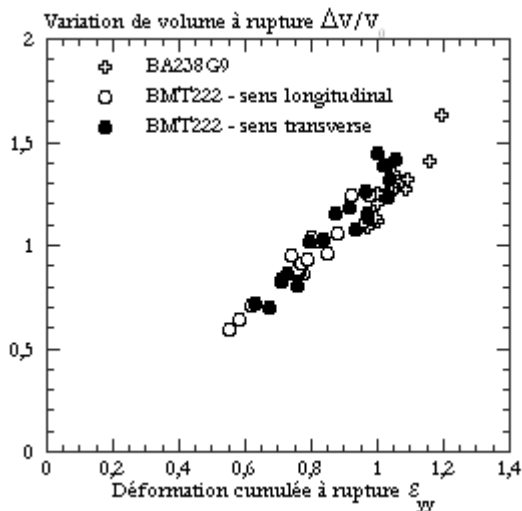


Fig. IV-12 Variations de volume à rupture en tant que fonction de la déformation longitudinale à rupture au cours d'une sollicitation en traction.

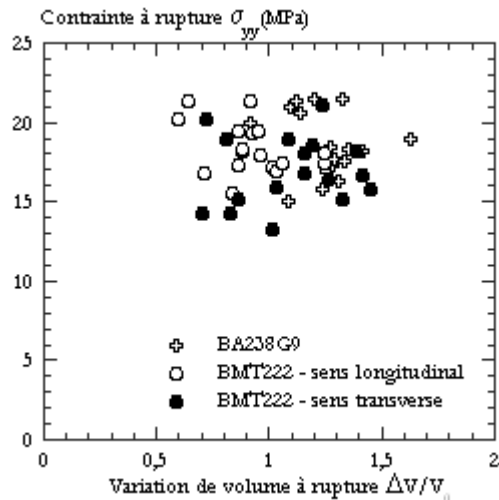


Fig. IV-13 Contraintes à rupture en tant que fonction de la variation de volume à rupture au cours d'une sollicitation en traction.

IV.2.D. STATISTIQUE DE LA RUPTURE

Pour calculer les coefficients du modèle de Weibull, il suffit de classer les éprouvettes dans l'ordre des contraintes à rupture (ou variation de volume à rupture) croissantes. La probabilité de rupture cumulée P_{ri} associée à la contrainte à rupture σ_{ri} (ou variation de volume à rupture $\left(\frac{\Delta V}{V_0}\right)_{ri}$) est ensuite calculée selon l'équation [IV-40].

$$P_{ri} = \frac{i}{N+1} \quad \text{[IV-40]}$$

où i est le rang de l'échantillon dans notre classement et N le nombre total d'éprouvettes. P_{ri} serait alors la probabilité qu'une rupture ait lieu à une contrainte inférieure ou égale à σ_{ri} ou à une variation de volume à rupture inférieure ou égale à $\left(\frac{\Delta V}{V_0}\right)_{ri}$.

Le coefficient de corrélation de la droite d'interpolation obtenue à partir de nos résultats (contrainte ou variation de volume à rupture) est de l'ordre de 0,98 pour chacune des configurations. L'application de la statistique de Weibull semble donc justifiée.

L'application de la statistique de Weibull à la contrainte à rupture en traction (Fig. IV-14, Fig. IV-15 et Tableau IV-1) révèle que les probabilités de rupture du matériau chargé sollicité dans le sens longitudinal et transverse sont relativement proches malgré une plus forte dispersion dans le sens transverse. Cette plus forte dispersion se traduisant pas une plus grande probabilité de rupture à faibles contrainte (en dessous de 18 Mpa, Fig. IV-15). Elle peut donc être vue comme une plus grande fragilité de cette direction, liée sans doute aux effets d'orientations de charges.

Par contre, le matériau non chargé est clairement différent avec une plus faible probabilité de rompre à une même valeur de contrainte, ce que nous pouvons traduire par une « plus grande fragilité » du matériau chargé.

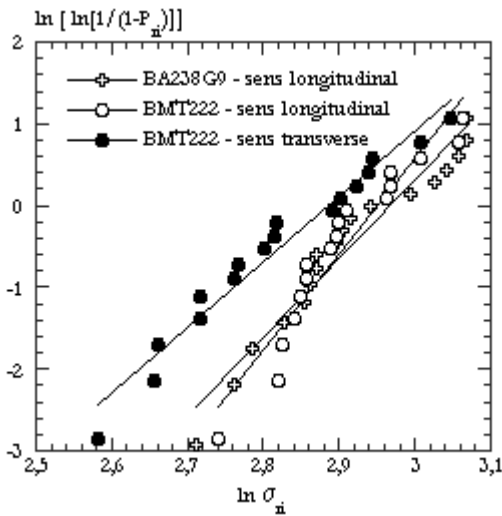


Fig. IV-14 Application de la statistique de Weibull à la contrainte à rupture en traction.

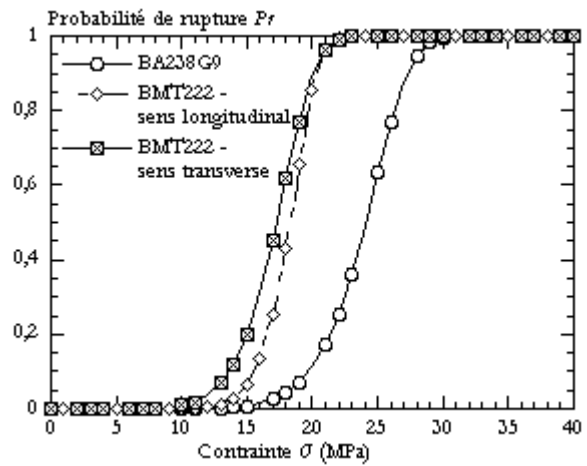


Fig. IV-15 Probabilité de rupture en fonction de la contrainte.

Probabilité de rupture	
BA238G9	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{25} \right)^{9,6} \right]$
BMT222 – sens longitudinal	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{18,9} \right)^{11,7} \right]$
BMT222 – sens transverse	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{18,1} \right)^8 \right]$

Tableau IV-1 Probabilité de rupture en fonction de la contrainte à rupture.

La correction de l'adoucissement de la contrainte à rupture dû à la dissipation intrinsèque (Fig. IV-16, Fig. IV-17 et Tableau IV-2) permet de réduire la dispersion des résultats. De plus, la différence entre le polymère chargé et le non chargé est nettement réduite. C'est l'importance de la correction thermique pour le BA239G9 qui est responsable de cette évolution. Si on se souvient des résultats de traction, il est le siège d'un échauffement final plus important sans doute en partie parce qu'il admet une déformation à rupture plus grande. Cette conclusion pourrait traduire qu'une caractérisation fine des deux polymères pourrait nécessiter la prise en compte des effets thermiques différents dans les deux polymères du fait des dissemblances de leurs comportements plastiques.

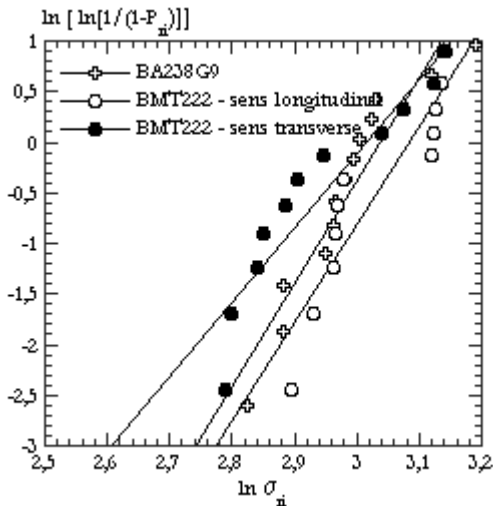


Fig. IV-16 Application de la statistique de Weibull à la contrainte à rupture en traction corrigée des effets de la dissipation intrinsèque.

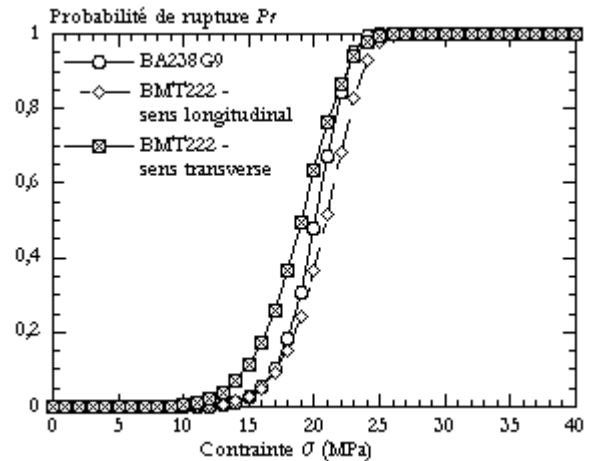


Fig. IV-17 Probabilité de rupture en fonction de la contrainte à rupture en traction corrigée des effets de la dissipation intrinsèque.

Probabilité de rupture	
BA238G9	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{20,8} \right)^{11,1} \right]$
BMT222 – sens longitudinal	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{21,7} \right)^{9,7} \right]$
BMT222 – sens transverse	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{20} \right)^{7,4} \right]$

Tableau IV-2 Probabilité de rupture en fonction de la contrainte à rupture corrigée des effets de la dissipation intrinsèque.

L'application de la statistique de Weibull à la variation de volume à rupture (Fig. IV-18, Fig. IV-19 et Tableau IV-3) montre au travers des probabilités de rupture une dispersion des résultats nettement moindre que celle de la contrainte à rupture. Ainsi le paramètre de dispersion vaut 11,7 dans le modèle de Weibull appliqué à la contrainte à la rupture des éprouvettes BMT222 sollicitées parallèlement au sens d'injection, contre 5,3 dans la probabilité de rupture calculée en fonction de la variation de volume à rupture.

On retrouve que le matériau chargé dans le sens longitudinal est proche du matériau non chargé légèrement plus dispersé. C'est la probabilité de rompre aux faibles valeurs de déformation macroscopique qui augmenterait dans le matériau chargé.

Les valeurs à rupture du matériau chargé sont moins dispersées dans le sens transverse. Cette fois c'est la probabilité de rompre après une faible variation de volume qui augmente dans le sens longitudinal. Ces observations sont peut être l'image de l'effet des charges sur la cinétique de cavitation dans le matériau chargé. Celles-ci pouvant provoquer des cavitations et/ou des processus de ruine additionnels en introduisant des défauts initiaux de dangerosité variable.

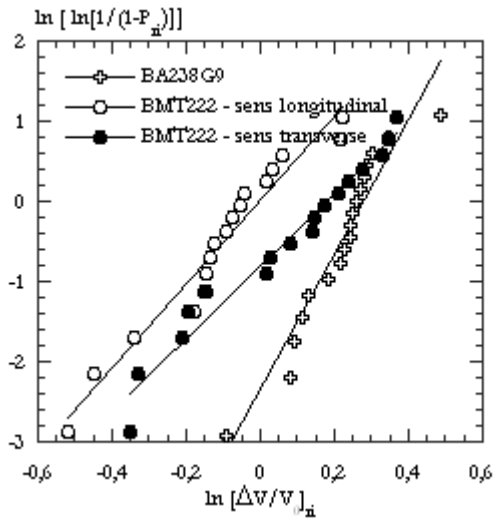


Fig. IV-18 Application de la statistique de Weibull à la variation de volume à rupture en traction.

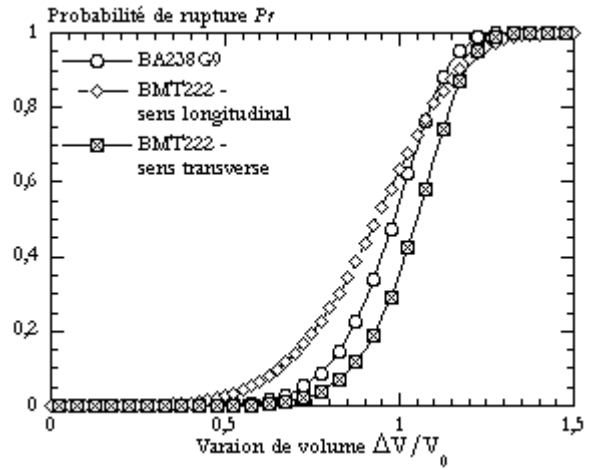


Fig. IV-19 Probabilité de rupture en fonction de la variation de volume.

Probabilité de rupture	
BA238G9	$P_r = 1 - \exp \left[-0,79 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^{8,4} \right]$
BMT222 – sens longitudinal	$P_r = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^{5,3} \right]$
BMT222 – sens transverse	$P_r = 1 - \exp \left[-0,44 \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right)^{4,5} \right]$

Tableau IV-3 Probabilité de rupture en fonction de la variation de volume à rupture.

IV.3. CONCLUSION

Malgré la diversité des critères de rupture existants, ces derniers ne sont satisfaisants que dans des cas très particuliers de chargement ou de classe de matériaux sollicités. Le recours à la statistique de Weibull paraît dans ces conditions la voie la plus prometteuse.

L'analyse fractographique de la rupture révèle l'existence de cavités dans la matrice ou autour des particules hétérogènes présentes dans nos matériaux. De plus, l'examen des sites d'amorçage des fissures indique que celles-ci apparaissent dans les zones où se développe une déformation élongationnelle importante conjuguée à une pression dilatante. La traction semble être le chargement auquel la rupture de nos polypropylènes est la plus sensible. Ainsi l'établissement d'un critère de rupture à partir des données de traction uniaxiale est pleinement justifié.

Nous avons alors entamé une exploration des grandeurs physiques accessibles au moment de la rupture sous chargement en traction. Nous avons montré que les contraintes à la rupture, déformation et variation de volume admettent des valeurs limites pour l'ensemble de nos essais.

Les contraintes et variations de volume à rupture en traction suivent une loi statistique de type Weibull. Il est donc possible d'apprécier le risque encouru durant une sollicitation en déterminant la probabilité de rupture à partir de la contrainte imposée ou de la variation de volume mesurée.

La validation et/ou la généralisation à un mode de déformation complexe nécessiterait le calcul des champs locaux de contrainte et/ou de variation de volume. Une perspective directe à ce travail serait l'implémentation du critère de rupture choisi couplé à notre loi de comportement. Cette démarche permettrait de mesurer son apport réel. Nous allons quant à nous développer un modèle de comportement qui potentiellement pourra reproduire les effets de variation de volume et de sensibilité à la pression hydrostatique.

Références bibliographiques du chapitre IV

- [1] Williams J.G. ; "*Fracture mechanics of polymers*", 1st ed., Chichester : Ellis Horwood limited, 1984, 302 p.
- [2] Leever P.S. ; Polymer engineering and science **36** (1996) 2296-2305.
- [3] Richardson D.E. and Goree J.G. ; "*Experimental verification of a new two parameter fracture model*", Fracture mechanics: twenty-third Symposium, **ASTM STP 1189** (1993) 738-750.
- [4] Selvarathinam, A.S. and Goree, J.G. ; Engineering Mechanics **60** (1998) 543-561.
- [5] Clutton E. ; "*Essential work of fracture*", In : *Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*. 1st ed. Moore, D.R., Pavan, A. and Williams, J.G. Oxford : Elsevier science Ltd. and ESIS(2001) 177-195.
- [6] Tam W.Y., Cheung T., Li R.K.Y. ; Polymer Testing **15** (1996) 363-379.
- [7] Li Q.M. ; International Journal of Solids and Structures **38** (2001) 6997-7013.
- [8] Gaziev E. ; International Journal of Solids and Structures **38** (2001) 7681-7690.
- [9] Oyane M.; Bulletin of the Japan Society of Mechanical Engineers **15** (1972) 1507-1513.
- [10] Zheng M., Lauschke U., Kauna M. ; Computational materials science **19** (2000) 170-178.
- [11] Cockcroft M.G., Latham D.J.; Journal of the Institute of Metals **96** (1968) 33-39.
- [12] Norris D.M. ; Journal of Engineering Materials and Technology **100** (1978) 279-286.
- [13] Montheillet F., Briottet L. ; "*Techniques de l'ingénieur*", **M601**, 1-12.
- [14] Hanim S., Ahzi S. ; International journal of plasticity **17** (2001) 1215-1244.
- [15] Zhurkov S.N. ; International Journal of Fracture **1** (1965) 311.
- [16] Dremin A.N., Molodets A.M.; "*On the spall strength of metals*", In: Proceeding of the international Symposium on Intense Dynamic Loading and its Effects, Beijing, China (1986) 13-21.
- [17] Tuler F.R., Bucher B.M.; International Journal of Fracture Mechanics **4** (1968)431.
- [18] Barbee T.W., Seaman Jr, Crewdson R.L., Curran D.R.; Journal of materials **7** (1972) 393-401.
- [19] Rajendran A.M., Diitenberger M.A., Grove D.G.; J. Appl. Phys. **65** (1989) 1521-1527.
- [20] Rice J.R., Tracey D.M. ; J. Mech. Phys. Solids **17** (1969) 201-217.
- [21] Staub C. ; "*Modélisation dynamique des procédés de forgeage*", thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1998.
- [22] Staub C., Boyer J.C. ; Journal of Materials Processing Technology **77** (1998) 9-16.
- [23] Boyer J.C., Vidal-Sallé E., Staub C. ; Journal of Materials Processing Technology **121** (2002) 87-93.

-
- [24] Budiansky B., Hutchinson J.W., Slutsky S.; "*Void growth and collapse in viscous solids*", In : *The R. Hill 60th Anniversary Volume*. Hopkins H.G. & Sewell M.J. Oxford ; pergamon Press Ltd. (1982) 13-44.
- [25] Gurson A.L. ; *Journal of Engineering Materials and Technology* **January** (1977) 1-15.
- [26] Tvergaard V. ; *International Journal of Fracture* **17** (1981) 389-407.
- [27] Tanaka K., Mori T., Nakamura T.; *Philosophical Magazine* **21** (1970) 267-279.
- [28] Bucknall C.B., Smith R.R. ; *Polymer* **6** (1965) 437-446.
- [29] Sternstein S.S., Ongchin L. ; *Polymer* **10** (1969) 1117-1124.
- [30] Sternstein S.S., Ongchin L. ; *Polymer* **10** (1969) 1117-1124.
- [31] Lemaître J., Chaboche J.L. ; "*Mécanique des matériaux solides*", Greco – Dunod, Paris, 2^{ème} édition, 2001.
- [32] Lemaître J. ; "*A course on damage mechanics*", Springer-Verlag, Berlin, 1^{ère} édition, 1992.
- [33] Cagnoux J.; "*Déformation et ruine d'un verre pyrex soumis à un choc intense : étude expérimentale et modélisation du comportement*", thèse d'état, Université de Poitiers, 1985.
- [34] Wanjia Z., Yuanjin Z., Chunxiang S., Wu W.; "*Study on dynamic damage accumulation for the stainless steel*", In: *Proceeding of the international Symposium on Intense Dynamic Loading and its Effects*, Chengdu, China (1992) 339-443.
- [35] Wang T.J. ; *Engineering Fracture Mechanics* **51** (1995) 275-279.
- [36] Weibull W. ; *J. Appl. Mech.* **18** (1951).
- [37] O'Dowd N.P., Lei Y., Busso E.P.; *Engineering Fracture Mechanics* **67** (2000) 87-100.
- [38] Fang Z., Harrison J.P. ; *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences* **39** (2002) 459-476.
- [39] Becker T.L., Cannon R.M., Ritchie R.O.; *Engineering Fracture Mechanics* **69** (2002) 1521-1555.
- [40] Christensen R.M., Glaser R.E. ; *J. Appl. Mech.* **52** (1985).

Chapitre V

Modélisation et simulation du comportement mécanique

L'analyse du comportement de nos matériaux montre qu'une modélisation pertinente de leur comportement doit s'appuyer sur une approche mécanique tenant compte des phénomènes de cavitation, ou tout du moins de leur effet mécanique. Le formalisme thermodynamique développé par Lemaître et Chaboche s'appuyant sur une variable interne d'endommagement dissipative est privilégié.

Ce chapitre est dédié à la présentation de la loi de comportement développée dans le cadre de notre travail. Pour une première exploration du potentiel de cette approche, nous simplifierons le modèle en admettant un comportement isotrope, élastique endommageable en petites déformations, viscoplastique isotherme avec endommagement et écrouissage au-delà du seuil. Nous mènerons cette démarche jusqu'au stade de la validation numérique via une implémentation dans ABAQUS. Nous en déduirons les perspectives clefs pour la poursuite de cette étude.

Notations

Opérateurs

X	Scalaire
\bar{X}	Valeur moyenne de X
\vec{X}	Vecteur de composantes X_i
$\underline{\underline{X}}$	Tenseur du second ordre de composantes X_{ij}
$\underline{\underline{\underline{X}}}$	Tenseur d'ordre 4 de composantes X_{ijkl}
\dot{X}	Dérivée temporelle de X : $\dot{X} = \frac{\partial X}{\partial t}$
$\underline{\underline{X}} : \underline{\underline{Y}}$	Double produit contracté de $\underline{\underline{X}}$ et $\underline{\underline{Y}}$
$\langle X \rangle$	$\langle X \rangle = X$ si $X > 0$ et $\langle X \rangle = 0$ si $X < 0$
X_I	Premier invariant de $\underline{\underline{X}}$: $X_I = Tr(\underline{\underline{X}})$
X_{II}	Deuxième invariant de $\underline{\underline{X}}$: $X_{II} = \frac{1}{2} Tr(\underline{\underline{X}}^2)$
X_{III}	Troisième invariant de $\underline{\underline{X}}$: $X_{III} = \frac{1}{3} Tr(\underline{\underline{X}}^3)$
$\underline{\underline{1}}$	Tenseur unité
$\underline{\underline{X}}'$	Déviateur de $\underline{\underline{X}}$: $\underline{\underline{X}}' = \underline{\underline{X}} - \frac{1}{3} X_I \underline{\underline{1}}$
δ	Symbole de Kronecker : $\delta_{ij} = 1$ si $i = j$ et $\delta_{ij} = 0$ si $i \neq j$
J_1	$J_1(\underline{\underline{X}}) = X_I$
J_2	$J_2(\underline{\underline{X}}) = 3 X'_{II}$
J_3	$J_3(\underline{\underline{X}}) = \frac{27}{2} X'_{III}$

Symboles

D	Paramètre d'endommagement
D_c	Endommagement critique
$\underline{\underline{D}}$	Tenseur d'endommagement d'ordre 4
e	Energie interne spécifique
E	Module d'élasticité d'Young
f	Fonction critère de plasticité
G	Module de cisaillement élastique
K	Module de compression hydrostatique élastique

\vec{n}	Vecteur normal
\vec{q}	Vecteur courant de chaleur
r_d	Densité volumique de production interne de chaleur à distance
r	Variable d'écroissage scalaire
R	Force associée à la variable d'écroissage isotrope
s	Entropie spécifique
t	Temps
T	Température
V	Volume
Y	Taux de restitution d'énergie élastique
ε_{eq}	Déformation équivalente au sens de von Mises
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	Tenseur des déformations totales
$\underline{\underline{\varepsilon}}'$	Tenseur déviateur des déformations totales
$\underline{\underline{\varepsilon}}^e$	Tenseur des déformations élastiques
$\underline{\underline{\varepsilon}}^p$	Tenseur des déformations viscoplastiques
ε_H^e	$\varepsilon_H^e = \frac{1}{3} tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e)$
$\underline{\underline{\varepsilon}}^{e'}$	Déviateur du tenseur des déformations élastiques $\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \underline{\underline{\varepsilon}}^{e'} + \varepsilon_H^e \underline{\underline{1}}$
$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e$	Tenseur des vitesses de déformation élastique
$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^p$	Tenseur des vitesses de déformation viscoplastique
λ	Coefficient d'élasticité de Lamé
μ	Coefficient de cisaillement de Lamé
ν	Coefficient de Poisson
$s \rho$	Masse volumique
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes dans le matériau endommagé
σ_s	Contrainte seuil de plasticité
σ_H	Contrainte hydrostatique
σ_{eq}	Contrainte équivalente au sens de von Mises
$\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}$	Tenseur des contraintes effectives
$\underline{\underline{\sigma}}^{ve}$	Tenseur des contraintes viscoélastique dans le matériau endommagé
$\underline{\underline{\sigma}}'$	Tenseur déviateur des contraintes
σ_{ij}	Composantes de $\underline{\underline{\sigma}}$
σ_i	Composantes principales de $\underline{\underline{\sigma}}$
φ	Potentiel de dissipation visqueuse
φ^*	Potentiel dual de dissipation visqueuse
Φ	Puissance spécifique de dissipation
Ψ	Energie libre spécifique
Ω	Potentiel de dissipation viscoplastique

V.1.CADRE THERMODYNAMIQUE GENERAL

Le formalisme thermodynamique des processus irréversibles développé par J. Lemaître et J.L. Chaboche [1,2] (inspiré des travaux de Kachanov (1958) et Rabotnov (1968)) offre un cadre à la fois rigoureux et ouvert à la prise en compte phénoménologique de nos observations physiques. Ce formalisme respecte de part sa construction les lois d'équilibre, de conservation de masse et d'énergie ainsi que le second principe de la thermodynamique (inégalité de Clausius Duhem).

L'écriture des lois de comportement à partir d'un tel formalisme thermodynamique permet d'envisager les différents couplages entre les phénomènes physiques, dans notre cas, le couplage plasticité - endommagement, avec l'assurance que l'écriture mathématique serait thermodynamiquement admissible.

Nous nous attachons dans un premier temps à rappeler les principes thermodynamiques de base [1,2,3,4]. Les paragraphes suivants décrivent d'une manière plus détaillée la loi de comportement que nous avons adoptée.

V.1.A. ENONCES FONDAMENTAUX DE LA THERMODYNAMIQUE

Le système thermodynamique est un milieu continu formé de particules matérielles. A chaque particule sera associé un voisinage supposé homogène qui sera considéré comme un sous système thermodynamique.

Premier principe :

Dans le cadre des petites perturbations, l'expression locale de la conservation d'énergie dans un système isolé (ou premier principe de la thermodynamique) est donnée par l'équation [V-1].

$$\rho \frac{de}{dt} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + r_d - \text{div } \vec{q} \quad [\text{V-1}]$$

où ρ est la masse volumique ; e est l'énergie interne spécifique ; $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ est le tenseur de vitesses de déformation ; $\underline{\underline{\sigma}}$ est le tenseur de contrainte ; r_d est la densité volumique de production interne de chaleur à distance ; \vec{q} est le vecteur courant de chaleur dirigé vers les températures les plus basses.

Deuxième principe – entropie :

Le second principe de la thermodynamique postule que le taux de production d'entropie dans un système isolé est toujours supérieur ou égal au taux de chaleur reçue divisé par la température (forme locale : équation [V-2]).

$$\rho \frac{ds}{dt} + \text{div } \frac{\vec{q}}{T} - \frac{r_d}{T} \geq 0 \quad [\text{V-2}]$$

où s est l'entropie spécifique et T la température.

Inégalité de Clausius Duhem :

L'inégalité fondamentale contient le premier et le second principe. En petites perturbations cette inégalité prend l'expression donnée à l'équation [V-3]. Elle traduit le fait qu'un processus irréversible est dissipatif.

$$\rho \left(T \frac{ds}{dt} - \frac{de}{dt} \right) + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}} T}{T} \geq 0 \quad [\text{V-3}]$$

La forme la plus courante de l'inégalité de Clausius Duhem (équation [V-4]) s'obtient en introduisant l'énergie libre spécifique $\psi = e - Ts$ dans l'équation [V-3].

$$\underbrace{\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho(\dot{\psi} + s\dot{T})}_{\phi_1} - \underbrace{\vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}} T}{T}}_{\phi_2} \geq 0 \quad [\text{V-4}]$$

Cette relation fait intervenir les sources d'irréversibilité que sont la dissipation intrinsèque volumique ϕ_1 et la dissipation thermique volumique ϕ_2 . Un processus irréversible est thermodynamiquement admissible si l'inégalité de Clausius Duhem est satisfaite à chaque instant de son évolution.

La donnée de l'expression du potentiel d'énergie libre permet de déterminer ϕ_1 , mais au préalable il est nécessaire de définir les variables d'état.

Méthode de l'état local :

Si le système thermodynamique n'est pas dans un état d'équilibre, alors la thermodynamique fait appel à l'axiome de l'état local. Le postulat de base est que l'état thermomécanique d'un milieu matériel en un point et à un instant précis est complètement défini par les valeurs instantanées de variables d'état ne dépendant que du point considéré et qui traduisent ses caractéristiques géométriques, mécaniques ou physico-chimiques. Les dérivées temporelles de ces variables n'intervenant pas pour définir l'état, cette hypothèse implique que toute évolution peut être considérée comme une succession d'états d'équilibre.

Le choix des variables d'état assure l'adéquation de l'écriture thermodynamique à la réalité physique des phénomènes que nous cherchons à modéliser.

V.1.B. POTENTIEL THERMODYNAMIQUE – LOIS D'ETAT

Nous supposons l'état du matériau défini par sa température, sa déformation, son endommagement et son évolution microstructurale (i.e. son écrouissage). Nous distinguons les variables observables et les variables internes.

Variables observables :

Ce sont les variables imposées par les écritures mécaniques et thermodynamiques et directement mesurables. Il s'agit de la température T et de la déformation totale $\underline{\underline{\varepsilon}}$ (en petites perturbations).

Variables internes :

Les variables internes représentent les phénomènes dissipatifs observés expérimentalement. La viscoplasticité de nos matériaux mise en évidence avec les essais de traction, compression et cisaillement nécessite l'introduction de la variable déformation viscoplastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$.

Des processus d'endommagement se développent dans nos polypropylènes. Une variable scalaire d'endommagement D leur a été associée et a été mesurée grâce à l'évolution des propriétés élastiques du matériau. Il convient de compter D dans les variables internes nécessaires à la description du comportement de nos matériaux.

Nous avons également montré l'existence d'un troisième phénomène dissipatif : l'écrouissage. Il se manifeste par le phénomène de durcissement observé en grandes déformations. Pour représenter l'écrouissage supposé isotrope de nos matériaux, nous pouvons choisir une variable interne de nature scalaire r .

Nous admettons l'hypothèse de la partition de la déformation ($\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p$). La déformation, $\underline{\underline{\varepsilon}}$, se décompose alors en deux variables internes : déformation élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$, et viscoplastique $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$. Ce choix conditionne le traitement ultérieur des équations. Nous ne rentrons pas ici dans le détail des écritures et ne rappelons que les résultats principaux.

On montre que le potentiel d'énergie libre $\rho\psi$ qui s'écrit $\rho\psi(\underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^p, \underline{\underline{\varepsilon}}^e, T, r, D)$ se réduit à $\rho\psi(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, T, r, D)$ du fait de l'application de cette hypothèse.

Les forces thermodynamiques associées aux variables thermodynamiques sont définies par les lois d'état à partir du potentiel thermodynamique. La contrainte est la force associée à la déformation élastique alors que $\underline{\underline{X}}$

est la force associée à la déformation plastique. Soit Y la force associée à l'endommagement et R la force associée à l'écroissage isotrope. L'énergie libre du système est donc régie par le système d'équations [V-5].

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \\ \underline{\underline{X}} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^p} \\ S = -\frac{\partial \psi}{\partial T} \\ Y = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial D}, Y \geq 0 \\ R = \rho \frac{\partial \psi}{\partial r} \end{array} \right. \quad [V-5]$$

L'application de l'hypothèse de partition de la déformation conduit à l'identité : $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{X}}$. L'ensemble des variables ainsi introduites est réuni Tableau V-1. La contrainte et l'entropie sont définies par ailleurs. La loi d'évolution reliant la variable d'endommagement au taux de restitution d'énergie peut être déduite de nos observations expérimentales. Ce point fera l'objet du paragraphe suivant. La force associée à la variable d'écroissage est ici seulement définie par les lois d'état découlant du potentiel thermodynamique. Pour décrire l'évolution de ces processus dissipatifs il faut un formalisme complémentaire ; c'est l'objet du potentiel de dissipation.

Variables observables	Variables internes	Variables associées
Déformation totale : $\underline{\underline{\varepsilon}}$		$\underline{\underline{\sigma}}$: Contrainte
Température : T		S : Entropie spécifique
	Déformation élastique : $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$	$\underline{\underline{\sigma}}$: Contrainte réversible
	Déformation viscoplastique : $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$	$-\underline{\underline{\sigma}}$: Contrainte de rappel ou back stress
	Variable d'écroissage isotrope : r	R : Force associée à l'écroissage isotrope
	Variable d'endommagement : D	Y : Taux de restitution de l'énergie élastique

Tableau V-1 Bilan des variables thermodynamiques.

Loi d'endommagement

L'évolution des propriétés élastiques de nos matériaux au cours d'essais de traction cyclée nous a permis de proposer un modèle phénoménologique d'évolution de la variable d'endommagement scalaire supposée isotrope. La généralisation $3D$ de cette expression phénoménologique (équation [V-6]) fait intervenir Y la force thermodynamique associée à D . Y est équivalente à un taux de restitution d'énergie élastique lors d'un accroissement d'endommagement à contrainte et température constantes.

$$D = D_c \times \tanh \left(\left(\frac{Y - Y_{th}}{Y_0} \right)^s \right) \quad [V-6]$$

où : Y_{th} est le retard à l'endommagement ; D_c est la valeur de saturation ; Y_0 et s gouvernent la cinétique de l'endommagement (Fig. V-1). Dans le cas d'un matériau élastique isotrope, il existe une relation simple reliant Y à la contrainte sous chargement en traction (équation [V-7]).

$$Y = \frac{\sigma^2}{2E(1-D)^2} = \frac{1}{2} E \varepsilon_e^2 \quad [V-7]$$

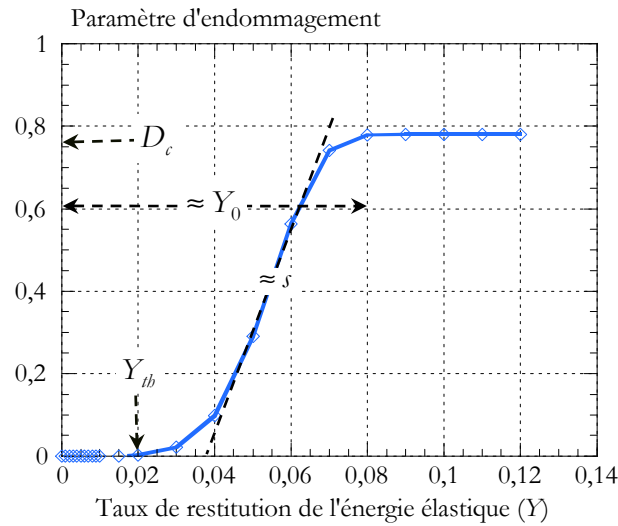


Fig. V-1 Schématisation des paramètres de la loi d'endommagement phénoménologique.

Le couplage entre l'expression du paramètre d'endommagement et la déformation permet de prendre en compte implicitement la dépendance à la vitesse de l'endommagement observée expérimentalement (chapitre III).

V.1.C. POTENTIEL DE DISSIPATION

On postule l'existence d'un potentiel de dissipation (ou pseudo-potentiel) φ dépendant des variables flux $\left(\underline{\dot{\varepsilon}}^p, \dot{r}, \dot{D}, \frac{\vec{q}}{T} \right)$. Ce potentiel est une fonction positive, nulle à l'origine et convexe par rapport à ses arguments. Ces propriétés suffisent pour que l'inégalité de Clausius Duhem soit vérifiée. Les lois complémentaires découlent de l'application de la propriété de normalité (équation [V-8]).

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\sigma} = \frac{\partial \varphi}{\partial \underline{\dot{\varepsilon}}^p} \\ \overrightarrow{\text{grad}} T = - \frac{\partial \varphi}{\partial \left(\frac{\vec{q}}{T} \right)} \\ Y = \text{fonction}(\dot{D}) \\ R = - \frac{\partial \varphi}{\partial \dot{r}} \end{array} \right. \quad [\text{V-8}]$$

Il est souvent plus commode d'exprimer les variables flux par rapport aux forces thermodynamiques. On définit alors un potentiel $\varphi^*(\underline{\sigma}, R, Y, \overrightarrow{\text{grad}} T)$ dual de φ par rapport aux variables $\underline{\dot{\varepsilon}}^p, \dot{r}, \dot{D}$ et $\frac{\vec{q}}{T}$. φ^* est une fonction positive, nulle à l'origine, convexe et dérivable. Ainsi, la propriété de normalité est conservée et les lois complémentaires s'écrivent (équation [V-9]) :

$$\begin{cases} \dot{\underline{\varepsilon}}^p = \frac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{\sigma}} \\ -\frac{\bar{q}}{T} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial (\overrightarrow{\text{grad}} T)} \\ \dot{D} = \text{fonction}(Y) \\ -\dot{r} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial R} \end{cases} \quad [\text{V-9}]$$

Le second principe de la thermodynamique est toujours satisfait par construction. En remplaçant $\dot{\psi}$ par son expression dans l'équation [V-4], le premier terme Φ de l'inégalité fondamentale devient (équation [V-10]) :

$$\Phi = \underline{\sigma} : \dot{\underline{\varepsilon}}^p - R\dot{r} + Y\dot{D} - \frac{\bar{q}}{T} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T \quad [\text{V-10}]$$

En substituant les variables flux par leurs expressions données à l'équation [V-9], Φ devient (équation [V-11]):

$$\Phi = \underline{\sigma} : \frac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{\sigma}} + R \frac{\partial \varphi^*}{\partial R} + Y\dot{D} + \frac{\partial \varphi^*}{\partial (\overrightarrow{\text{grad}} T)} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T \quad [\text{V-11}]$$

$Y\dot{D}$ est toujours positive. Etant données les propriétés de convexité et de nullité à l'origine de φ^* , l'inégalité de Clausius Duhem est vérifiée (équation [V-12]):

$$\Phi \geq \varphi^*(\underline{\sigma}, R, Y, \overrightarrow{\text{grad}} T) - \varphi^*(0,0,0,0) \geq 0 \quad [\text{V-12}]$$

La donnée des expressions analytiques des potentiels $\rho\psi$ et φ ou φ^* permet de particulariser la loi de comportement et d'en délimiter le cadre physique. Ce sera l'objet des paragraphes V.2 et V.3.

V.2. COMPORTEMENT ELASTIQUE ENDOMMAGEABLE

L'analyse des propriétés mécaniques à faibles déformations (DMA) a démontré l'existence de phénomènes viscoélastiques. Cependant, la contribution des phénomènes visqueux reste relativement faible et se traduit par un module visqueux G'' respectivement 10 fois et 50 fois, plus petit que le module élastique G' pour le matériau chargé et le matériau non chargé. L'hypothèse d'un comportement élastique linéaire pourrait donc être acceptable.

Nous avons également démontré que les phénomènes d'endommagement sont amorcés dès les faibles déformations. La modélisation mécanique du comportement de nos matériaux va donc reposer sur un formalisme thermodynamique élastique isotherme et endommageable.

Les essais DMA menés aux faibles déformations dans deux directions perpendiculaires des plaques injectées ont montré l'isotropie initiale du matériau chargé. La réponse de nos matériaux est toutefois sensible au mode de chargement. Dans un premier temps, et par souci de simplification, nous supposons que le comportement élastique de nos matériaux est isotrope initialement et reste isotrope au cours du chargement.

V.2.A. POTENTIEL D'ENERGIE LIBRE

Les hypothèses d'isotropie et de linéarité du comportement élastique de nos matériaux imposent au potentiel $\rho\psi$ d'être un invariant quadratique du tenseur des déformations (équation [V-13]). ψ est alors une combinaison linéaire du carré du premier invariant $(\varepsilon_I^e)^2 = (Tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e))^2$ et du second invariant $\varepsilon_{II}^e = \frac{1}{2} Tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e)^2$.

$$\rho\psi = \frac{1}{2} \left(\lambda (\varepsilon_I^e)^2 + 4\mu \varepsilon_{II}^e \right) \quad [\text{V-13}]$$

λ et μ sont les coefficients de Lamé.

La propriété d'isotropie de la déformation élastique nous amène à introduire le module de cisaillement élastique G et le module de compression hydrostatique élastique K . L'expression du potentiel d'énergie libre s'écrit (équation [V-14]) :

$$\begin{aligned}\rho\psi &= \frac{1}{2} \left(\frac{3K-2G}{3} (\underline{\underline{\varepsilon}}_I^e)^2 + 4G \underline{\underline{\varepsilon}}_{II}^e \right) \\ &= \frac{1}{2} \left(K (\underline{\underline{\varepsilon}}_I^e)^2 + 4G \underline{\underline{\varepsilon}}_{II}^e \right)\end{aligned}\quad [V-14]$$

Dans cette équation $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ représente la déformation déviatorique élastique.

En faisant intervenir le module d'Young E et le coefficient de poisson ν , le potentiel thermodynamique prend l'expression donnée à l'équation [V-15].

$$\rho\psi = \frac{1}{2} \left(\frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\underline{\underline{\varepsilon}}_I^e)^2 + 2 \frac{E}{(1+\nu)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{II}^e \right) \quad [V-15]$$

V.2.B. LOI DE COMPORTEMENT

La loi d'état s'obtient par (équation [V-16]) :

$$\underline{\underline{\sigma}}^e = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = K Tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e) \underline{\underline{1}} + 2G \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad [V-16]$$

Le couplage de l'élasticité avec l'endommagement implique que les contraintes et déformations dépendent de l'état de l'endommagement. La contrainte effective prend alors l'expression équation [V-17] :

$$\begin{aligned}\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}^e &= \frac{K Tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e) \underline{\underline{1}} + 2G \underline{\underline{\varepsilon}}^e}{1-D} \\ &= \frac{E_0}{3(1-2\nu)} Tr(\underline{\underline{\varepsilon}}^e) \underline{\underline{1}} + \frac{E_0}{2(1+\nu)} \underline{\underline{\varepsilon}}^e\end{aligned}\quad [V-17]$$

où E_0 est le module d'Young initial avant l'amorçage de l'endommagement.

V.3. COMPORTEMENT VISCOPLASTIQUE ENDOMMAGEABLE

L'analyse qualitative des essais de traction, compression et cisaillement mettent en évidence l'influence de la vitesse de sollicitation et de l'endommagement sur le comportement de nos matériaux d'où le choix du formalisme viscoplastique endommageable.

Nous continuerons d'appliquer les hypothèses d'isothermie et d'isotropie, dont nous mesurerons l'impact dans les paragraphes suivants.

La loi de comportement, au cours de la déformation viscoplastique, découle de la particularisation du potentiel d'énergie libre et du potentiel de dissipation ainsi que du choix du critère de plasticité.

V.3.A. POTENTIEL D'ENERGIE LIBRE

Les résultats obtenus en traction cyclique montre que la variable d'endommagement atteint un plateau de saturation en grandes déformations alors qu'un phénomène d'écrouissage sa manifeste par un durcissement. Les variables d'écrouissage et d'endommagement peuvent donc être dissociées.

De plus, le comportement élastique et l'écrouissage sont de natures physiques différentes et peuvent exister séparément. En effet, l'écrouissage peut faire intervenir des glissements au niveau des chaînes contrairement à la déformation élastique. Ainsi, le découplage entre ces deux phénomènes est légitime. Le phénomène d'écrouissage

peut également être associé à des processus sensibles à la température. Ces considérations permettent d'écrire l'énergie libre sous la forme d'une partition d'une énergie liée à la déformation élastique endommageable ψ^e et une énergie d'écroutissage ψ^r (équation [V-18]).

$$\rho\psi = \rho\psi^e(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, D) + \rho\psi^r(r) \quad [V-18]$$

L'expression de la force d'écroutissage découle des observations phénoménologiques du comportement de nos matériaux. Elle permet de reproduire les courbes contrainte - déformation des trois sollicitations simples (traction - compression - cisaillement). Ainsi, cette expression permet de prendre en compte l'existence d'un seuil (Q_3), le crochet observé à l'amorçage de la plasticité ($Q_2 \times (1 - \exp(-b_2 r))$), le plateau de contrainte ($Q_1 r \exp(-b_1 r)$) ainsi que le durcissement en grandes déformations ($b_3 r^3 + b_4 r^2 + b_5 r$) (Fig. V-2). Ces expressions se rapprochent de celles utilisées par Tillier et al. [5] dans un modèle multiplicatif de loi de comportement viscoplastique de type G'Sell-Jonas [6,7] reliant la contrainte à la déformation plastique.

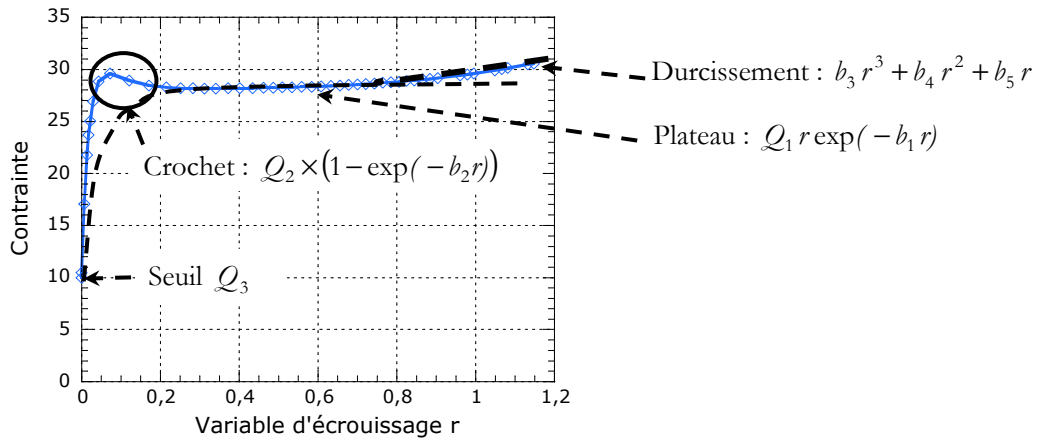


Fig. V-2 Schématisation des paramètres de la loi d'écroutissage.

Nous choisissons donc l'expression générale de l'équation [V-19] pour $\rho\psi^r$:

$$\begin{cases} \rho\psi^r = h(r) \\ h(r) = -\frac{Q_1}{b_1} \left(r + \frac{1}{b_1} \right) \exp(-b_1 r) + Q_2 \left(r + \frac{\exp(-b_2 r)}{b_2} \right) + \left(\frac{b_3}{4} r^4 + \frac{b_4}{3} r^3 + \frac{b_5}{2} r^2 \right) \end{cases} \quad [V-19]$$

La force thermodynamique R associée à r peut être calculée en appliquant la loi d'état [V-5]. On obtient alors :

$$\begin{aligned} R &= \rho \frac{\partial \psi}{\partial r} = \rho \frac{\partial \psi^r}{\partial r} = h'(r) \\ &= (Q_1 r \exp(-b_1 r)) + (Q_2 \times (1 - \exp(-b_2 r))) + (b_3 r^3 + b_4 r^2 + b_5 r) + Q_3 \end{aligned} \quad [V-20]$$

Nous serons amené à simplifier cette forme en tenant compte de nos observations dans la phase de validation.

V.3.B. POTENTIEL DE DISSIPATION

Suivant le formalisme général du paragraphe V.1.C, on définit un potentiel de dissipation ϕ^* (équation [V-21]), dans lequel r ou D interviennent uniquement en tant que variables de paramétrage.

$$\phi^* = \Omega = \Omega(\underline{\underline{\sigma}}, R, Y; r, D) \quad [V-21]$$

Les phénomènes liés à la déformation viscoplastique peuvent intervenir sans endommagement, de même les phénomènes d'endommagement peuvent avoir lieu sans écoulement plastique macroscopique significatif dans le

matériau. Pour traduire ce découplage, on fait intervenir deux composantes dans le potentiel de dissipation (équation [V-22]) :

$$\begin{cases} \Omega = \Omega_p + \Omega_D \\ \Omega_p = \Omega_p(\underline{\tilde{\sigma}}, R) \\ \Omega_D = \Omega_D(Y) \end{cases} \quad [V-22]$$

Ω_p donne l'expression des surfaces équipotentielles dans l'espace des contraintes. Ω_D est le potentiel d'endommagement.

La contrainte apparaît dans le potentiel de dissipation au travers de l'expression de la surface de charge $f(\underline{\tilde{\sigma}})$, la variable d'écroutissage r à travers la force d'écroutissage R . L'expression donnée au potentiel de dissipation viscoplastique est la suivante (équation [V-23]) :

$$\Omega_p = \zeta(f(\underline{\tilde{\sigma}}) - R) \quad [V-23]$$

ζ est une fonction mathématique adoptant le plus souvent la forme de puissance (équation [V-24])[1,2] :

$$\Omega_p = \frac{K}{N+1} \left\langle \frac{f(\underline{\tilde{\sigma}}) - R}{K} \right\rangle^{N+1} \quad [V-24]$$

où K et N sont des paramètres à ajuster. L'opérateur $\langle \rangle$ appliqué à un scalaire X renvoie 0 si $X < 0$ et $\langle X \rangle = X$ si $X > 0$.

En appliquant les lois complémentaires de l'équation [V-9], on obtient (équation [V-25]):

$$\dot{r} = -\frac{\partial \Omega}{\partial R} = -\frac{\partial \Omega_p}{\partial R} = \left\langle \frac{f(\underline{\tilde{\sigma}}) - R}{K} \right\rangle^N \quad [V-25]$$

La vitesse de déformation viscoplastique découle du potentiel par dérivation. En appliquant la loi de normalité, l'expression suivante de la loi de comportement est obtenue (équation [V-26]) :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \frac{\partial \Omega_p}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} = \frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} \left\langle \frac{f(\underline{\tilde{\sigma}}) - R}{K} \right\rangle^N \quad [V-26]$$

Ainsi, la vitesse de déformation plastique est reliée à \dot{r} par l'expression donnée à l'équation [V-27].

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^p = \dot{r} \frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} \quad [V-27]$$

Le choix de l'expression de la surface de charge $f(\underline{\tilde{\sigma}})$ définit complètement la loi de comportement viscoplastique endommageable.

Relation entre la variable d'écroutissage et la déformation plastique cumulée :

En écrivant la vitesse de déformation plastique cumulée, il est possible de relier la variable d'écroutissage à la déformation viscoplastique cumulée (équation [V-28]) .

$$\begin{aligned} \left(\underline{\dot{\varepsilon}}^p \right)^2 &= \frac{2}{3} \underline{\dot{\varepsilon}}^p : \underline{\dot{\varepsilon}}^p \\ &= \frac{2}{3} \dot{r}^2 \left(\frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} : \frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} \right) \end{aligned} \quad [V-28]$$

Ainsi, la variable d'écroutissage dépend à la fois de la vitesse de déformation plastique cumulée et de la dérivée du critère de plasticité (équation [V-29]).

$$\dot{r} = \underline{\dot{\varepsilon}}^p \sqrt{\frac{2}{3} \left(\frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} : \frac{\partial f(\underline{\tilde{\sigma}})}{\partial \underline{\tilde{\sigma}}} \right)} \quad [V-29]$$

V.3.C. SURFACE DE CHARGE D'UN MATERIAU INCOMPRESSIBLE

La frontière entre domaine élastique et viscoplastique est le lieu des points qui satisfont un critère f (équation [V-30]). L'équation de la frontière du domaine élastique f est une fonction de l'état de contrainte, de l'endommagement ainsi que de la variable d'érouissage.

$$f = f(\underline{\sigma}, R, D) \text{ avec } \begin{cases} f \leq 0 \Leftrightarrow \text{élasticité} \\ f > 0 \Leftrightarrow \text{viscoplasticité} \end{cases} \quad [\text{V-30}]$$

L'expression du critère de plasticité fait intervenir a priori toutes les composantes du tenseur des contraintes. L'hypothèse d'isotropie du comportement impose que le critère soit invariant par changement de repère. f est donc une fonction des invariants du tenseur des contraintes (J_1, J_2, J_3) .

Les résultats expérimentaux de traction uniaxiale ont souligné la sensibilité du comportement mécanique de nos polypropylènes à la pression hydrostatique. Nous éliminons donc a priori tous les critères isochores comme celui de von Mises.

V.3.D. SURFACES DE CHARGE IMPLIQUANT LA PRESSION HYDROSTATIQUE

Il existe deux classes de critères : linéaires en pression et non-linéaires dans l'espace des invariants du tenseur des contraintes (équation Fig. V-3). Nous donnerons ici quelques exemples de ces critères comparés au tableau V-2.

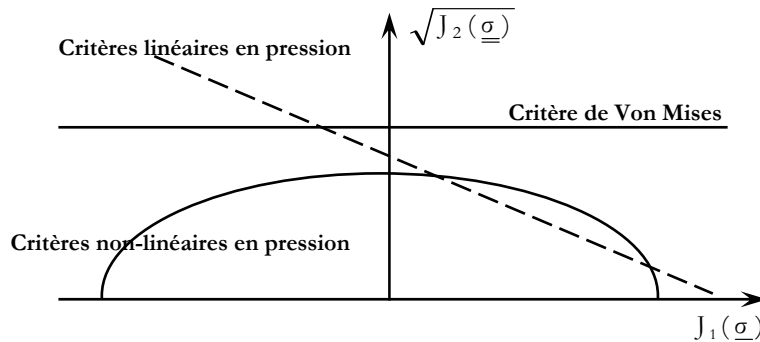


Fig. V-3 Schéma des classes de critères dépendants de la pression hydrostatique.

V.3.D.1. CRITERES LINEAIRES EN PRESSION

L'expression de la surface de charge f découle de celle de von Mises ou de Tresca mais dépend aussi linéairement de la pression hydrostatique.

- Critère de Sternstein & Ongchin

Sternstein & Ongchin [8] ont proposé de faire intervenir la pression dans l'expression du critère de von Mises par formulation additive (équation [V-31]).

$$f(\underline{\sigma}) = \sqrt{J_2(\underline{\sigma})} - \mu_m J_1(\underline{\sigma}) - \sigma_0 \quad [\text{V-31}]$$

J_1 et J_2 sont les premier et deuxième invariants du tenseur des contraintes ; μ_m et σ_0 sont des caractéristiques du matériau.

- Critère de Drucker Prager

Un des critères que l'on retrouve de manière récurrente dans les codes de calcul usuels est celui de Drucker Prager [9] (équation [V-32]). Il est notamment très utilisé dans les problèmes tribologiques de contact. Les paramètres du critère sont alors reliés aux paramètres de frottement de Coulomb.

$$f(\underline{\sigma}) = \alpha J_1(\underline{\sigma}) + \sqrt{J_2(\underline{\sigma})} + p \quad [V-32]$$

α et p sont des caractéristiques du matériau reliées aux paramètres de frottement de Coulomb.

Le principal inconvénient de ces critères est l'absence de borne à la contrainte d'écoulement pour un chargement en compression.

- Critère de Smith & Sidebottom

Le critère de Smith & Sidebottom présente l'avantage d'exprimer de manière explicite la différence entre un chargement en traction et en compression dans les matériaux endommageables (d'après [10]) (équation [V-33]). Dans l'expression du critère, les auteurs font intervenir le rapport δ entre la contrainte en compression et celle en traction à taux de déformation identique. Le deuxième avantage de ce critère réside en la dépendance des paramètres du critère à la déformation, ils sont donc écrouissables par construction.

$$f(\underline{\sigma}) = -3C_s J_1(\underline{\sigma}) + \frac{C_D}{\sqrt{3}} \sqrt{J_2(\underline{\sigma})} + p \quad [V-33]$$

C_s et C_D sont des fonctions de la déformation (équation [V-35]).

$$\begin{aligned} C_s &= \frac{\delta - 1}{2\delta} \\ C_D &= \frac{\sqrt{3}}{2\delta} (\delta + 1) \end{aligned} \quad [V-34]$$

Dans ces expressions, δ est le rapport entre la contrainte en compression et la contrainte en traction.

V.3.D.2. CRITERES NON-LINEAIRES EN PRESSION

- Critère de Cam Clay

Le critère de Cam Clay (d'après [11]) (équation [V-35]) est couramment employé dans le domaine de la mécanique des sols.

$$f(\underline{\sigma}) = \alpha \left(J_1(\underline{\sigma}) \right)^2 + \sqrt{J_2(\underline{\sigma})} + p \quad [V-35]$$

α et p sont des caractéristiques du matériau. Ils sont souvent reliées à des modèles de frottement interne.

- Critère de Raghava et al.

Raghava et al. [12] ont proposé une écriture prenant en compte la différence entre les contraintes d'écoulement en traction et en compression et la dépendance à la pression hydrostatique (équation [V-36]).

$$f(\underline{\sigma}) = 6(\sigma_c - \sigma_T) J_1(\underline{\sigma}) + J_2(\underline{\sigma}) - 2\sigma_c \sigma_T \quad [V-36]$$

où : σ_c est la contrainte d'écoulement en compression et σ_T est la contrainte d'écoulement en traction.

- Critère d'Ehlers

L'étude de matériaux fragiles, a conduit Ehlers [13] à proposer un critère de plasticité piézo-dépendant faisant intervenir 7 paramètres (équation [V-37]).

$$f(\underline{\sigma}) = \sqrt{\frac{\alpha}{2} \left(J_1(\underline{\sigma}) \right)^2 + \delta^2 \left(J_1(\underline{\sigma}) \right)^4 + J_2(\underline{\sigma}) \left(1 - \frac{2}{3\sqrt{3}} \gamma \sin(3\theta) \right)^m} - \beta J_1(\underline{\sigma}) + \varepsilon \left(J_1(\underline{\sigma}) \right)^2 - \sigma_Y \quad [V-37]$$

où: $\alpha, \delta, \gamma, m, \beta, \varepsilon$ et σ_Y sont des caractéristiques du matériau ; $\theta = \frac{1}{3} \sin^{-1} \left(\frac{3\sqrt{3} J_3(\underline{\underline{\sigma}})}{2\sqrt{(J_2(\underline{\underline{\sigma}}))^3}} \right)$ est l'angle de Lode indiquant la position des contraintes dans le plan du déviateur π .

- Critère d'Aubertin & Li

Le critère d'Aubertin & Li [14] (équation [V-38]) a été développé pour la description de la plasticité des roches et des matériaux fragiles faiblement poreux. Dans le plan des invariants du tenseur des contraintes, ce critère admet comme asymptote le critère de Drucker Prager à contraintes principales élevées et à faible porosité. Le critère pourrait adopter une allure elliptique pour certains jeux de paramètres.

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{J_2(\underline{\underline{\sigma}})} - F_0 F_\pi \quad \text{avec} \quad \begin{cases} F_0 = \sqrt{\alpha^2 \left((J_1(\underline{\underline{\sigma}}))^2 - 2a_1 J_1(\underline{\underline{\sigma}}) \right) + a_2^2 - a_3 \left(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) - J_c \right)^2} \\ F_\pi = \left(\frac{b}{\sqrt{b^2 + (1-b^2) \sin^2(45^\circ - 1,5\theta)}} \right)^v \end{cases} \quad [\text{V-38}]$$

Dans cette équation : $\alpha, a_1, a_2, a_3, v, b$ et J_c sont des caractéristiques du matériau ;

$$\alpha = \frac{2 \sin \phi}{\sqrt{3}(3 - \sin \phi)} \quad \text{où } \phi \text{ est l'angle de friction selon le modèle de Coulomb ;}$$

$$a_1 = \left(\frac{\sigma_c - \sigma_T}{2} \right) - \left(\frac{\sigma_c^2 - (\sigma_T/b)^2}{6\alpha^2(\sigma_c + \sigma_T)} \right) ;$$

$$a_2 = \sqrt{\sigma_c \sigma_T \left(\frac{\sigma_c + (\sigma_T/b^2)}{3(\sigma_c + \sigma_T)} - \alpha^2 \right)} ;$$

σ_c, σ_T sont les contraintes d'écoulement en compression et en traction ;

$$v = \exp(-v_1 J_1(\underline{\underline{\sigma}})) ;$$

$$\theta = \frac{1}{3} \sin^{-1} \left(\frac{3\sqrt{3} J_3(\underline{\underline{\sigma}})}{2\sqrt{(J_2(\underline{\underline{\sigma}}))^3}} \right).$$

- Critère de Hu & Pae

Le critère de Hu & Pae (d'après [15], équation [V-39]) a été employé dans le domaine des mousses polymères pour rendre compte de l'importance des contraintes principales sur leur comportement plastique.

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J'_2(\underline{\underline{\sigma}}) - \sum_{i=0}^n \alpha_i \left(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) \right)^i \quad [\text{V-39}]$$

α_i sont des constantes caractéristiques du matériau ; $J'_2(\underline{\underline{\sigma}})$ est le second invariant du déviateur du tenseur des contraintes.

Le paramètre n est souvent pris égal à 2 [15,16]. Le critère prend alors la forme donnée à l'équation [V-40].

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J'_2(\underline{\underline{\sigma}}) - \alpha_1 J_1(\underline{\underline{\sigma}}) - \alpha_2 \left(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) \right)^2 - \alpha_0 \quad [\text{V-40}]$$

Lyon [16] a proposé une interprétation physique des paramètres de ce critère (équation [V-41]).

$$\begin{cases} \alpha_1 = G\beta(T + T_0) \\ \alpha_2 = \frac{G}{9K} \\ \alpha_0 = K^2 \end{cases} \quad [V-41]$$

où : G est le module de cisaillement élastique ; T est la température et T_0 est la température de référence ; β est le coefficient d'expansion thermique ; K est le module de compression hydrostatique élastique.

- Critère de Gurson

L'expression du critère de Gurson [17] (équation [V-42]) fait intervenir la fraction volumique de porosité, f . Lorsque celle-ci est nulle, le critère de Gurson dégénère en celui de von Mises. Rappelons qu'au delà d'une certaine pression hydrostatique le modèle n'autorise pas la fermeture de cavités.

$$\left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^2 + 2f \cosh\left(\frac{3\sigma_m}{2\sigma_0}\right) - (1 + f^2) = 0 \quad [V-42]$$

où : σ_{eq} est la contrainte équivalente au sens de von Mises ; σ_0 est la contrainte d'écoulement de la matrice ; σ_m est la contrainte moyenne ; f est la fraction volumique de cavités.

Les critères linéaires en pression ne bornent pas la contrainte au seuil de plasticité pour une pression hydrostatique compressive, nous privilégierons donc les critères de forme conique. Certains critères non linéaires développés dans le cadre de la mécanique des roches font intervenir des paramètres de frottement interne difficiles à justifier pour la description de la plasticité de nos polymères (Tableau V-2). Nous avons également pris le parti de garder une description macroscopique du problème en éliminant les critères dont les paramètres nécessitent une identification microscopique tel que celui de Gurson ou qui font intervenir un grand nombre de paramètres tels que les critères d'Ehlers et d'Aubertin & Li.

Eléments pris en compte	<i>Pression hydrostatique</i>	<i>Frottement</i>	<i>Paramètres liés à l'écoulement en traction / compression</i>	<i>Densité de cavités</i>	<i>Forme conique (à l'exclusion des droites)</i>	<i>Nombre de paramètres</i>
Critères de plasticité						
<i>Critère de Sternstein & Ongchin</i>	×					2
<i>Critère de Drucker Prager</i>	×	×				2
<i>Critère de Smith & Sidebottom</i>	×		×			3
<i>Critère de Cam Clay</i>	×	×			×	2
<i>Critère de Raghava et al.</i>	×		×		×	2
<i>Critère d'Ehlers</i>	×				×	8
<i>Critère d'Aubertin & Li</i>	×	×			×	7
<i>Critère de Hu & Pae</i>	×				×	3
<i>Critère de Gurson</i>	×			×	×	2

Tableau V-2 Tableau comparatif des critères de plasticité.

V.3.E. SURFACE DE CHARGE CHOISIE

Nous avons opté pour un critère à trois paramètres ajustables qui présente un bon compromis entre les points exposés plus haut. Ce critère est de forme elliptique dans l'espace plan des invariants du tenseur des contraintes (équation [V-43]). Il présente l'avantage d'allier une certaine aisance d'identification (faible nombre de paramètres) à une allure convexe à dérivées verticales à $J_2 = 0$. Cette allure elliptique permet d'éviter les singularités lors des calculs numériques.

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{a(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) + J_{1C})^2 + J_2(\underline{\underline{\sigma}})} - \sigma_Y \tag{V-43}$$

a, J_{1C} et σ_Y sont des caractéristiques du matériau.

J_{1C} correspond à l'abscisse du centre de l'ellipse. Il est non nul et traduit la dissymétrie traction/compression. σ_Y correspond à un seuil de plasticité. a gouverne l'allongement de l'ellipse (Fig. V-4). Si $a = 0$, l'expression du critère elliptique devient celle du critère de von Mises.

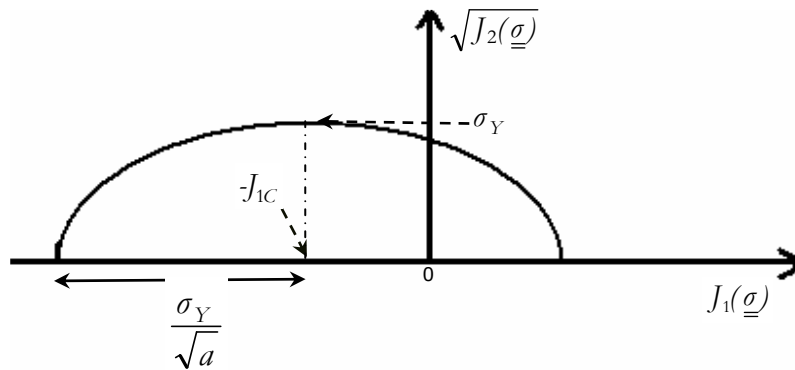


Fig. V-4 Schématisation des paramètres du critère de plasticité.

V.4. LOI DE COMPORTEMENT

Les évolutions de la vitesse de déformation plastique et de \dot{r} sont à présent totalement données (équation [V-44]).

$$\begin{cases} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^p = \left(3\underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \frac{a}{3} J_1(\underline{\underline{\dot{\sigma}}}) \underline{\underline{1}} \right) \left\langle \frac{\sqrt{a(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) + J_{1C})^2 + J_2(\underline{\underline{\sigma}})} - \sigma_Y - R}{K} \right\rangle^N \\ \dot{r} = \left\langle \frac{\sqrt{a(J_1(\underline{\underline{\sigma}}) + J_{1C})^2 + J_2(\underline{\underline{\sigma}})} - \sigma_Y - R}{K} \right\rangle^N \end{cases} \tag{V-44}$$

La loi de comportement va par la suite découler de l'application de l'hypothèse de partition de la déformation ($\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p$).

Pour valider ce formalisme il nous faut l'implémenter dans un code de calcul et utiliser l'ensemble de notre base de données. En comparant les résultats expérimentaux à ceux de la modélisation numérique du comportement de nos matériaux sous différents types de chargement, nous serons à même d'estimer les apports et limitations de cette écriture. C'est l'objet de la partie suivante.

V.5. VALIDATION NUMERIQUE

Notre formalise a été implémenté sous forme de routine utilisateur (UMAT) dans Abaqus 6.3 au centre de mise en forme des matériaux [18] rendant ainsi possible la modélisation par éléments finis du comportement de structures.

Nous disposons d'une base de données expérimentales comprenant des sollicitations simples (traction uniforme et cyclée sur éprouvettes lisses, compression et cisaillement) et complexes (traction sur éprouvettes entaillées, impact sur plaques et gouttières). Les essais simples sont suffisamment bien instrumentés pour servir de base d'identification des paramètres de la loi de comportement. Cependant, tous nos paramètres sont identifiables à partir des trois premiers types d'essais. Les essais de cisaillement, ainsi que les sollicitations complexes, serviront donc de cas de validation des paramètres identifiés.

Nous présenterons ici successivement le protocole d'identification des paramètres de notre modèle puis les essais de validation. Nous considérerons d'abord les essais les plus simples (traction monotone puis cyclée, compression et cisaillement). Compte tenu des imperfections du modèle nous justifierons malgré tout ses apports en décrivant l'apport de ses composantes : piézo-dépendance du critère de plasticité et endommagement. Les essais de traction sur éprouvette entaillée seront alors utilisés pour une validation en situation complexe. Enfin, nous utiliserons des données issues d'un test plus complexe que nos essais : essais d'Arcan.

V.5.A. IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LA LOI DE COMPORTEMENT

Le cadre général que nous avons adopté pour la loi de comportement endommageable ne tient pas compte du couplage thermomécanique. Or, nous avons souligné l'importance de la dissipation intrinsèque et son influence sur le comportement mécanique de nos polypropylènes. Pour être en accord avec ces observations, l'identification des paramètres de la loi de comportement est entreprise à partir des contraintes de traction isothermes, c'est-à-dire la contrainte corrigée des effets de la dissipation intrinsèque (telle que définie au chapitre III), en fonction des déformations et vitesses de déformation longitudinales locales. Nous jugerons de la validité de nos identifications en utilisant nos mesures de déformations et de vitesses locales longitudinales et transverses. Un premier jeu de paramètres est estimé d'après le protocole suivant (Fig. V-5) :

- L'évolution de la déformation transverse en fonction de la déformation longitudinale en traction permet de calculer le coefficient de Poisson ;
- La contrainte corrigée des effets de la dissipation intrinsèque et la déformation longitudinale en traction permettent d'accéder au module d'Young ;
- Les paramètres d'endommagement (Y_{th} , Y_0 , s et D_c) sont estimés sur les essais de traction cyclique en fonction de la déformation plastique ;
- Les contraintes au seuil de plasticité portées dans l'espace des invariants du tenseur des contraintes donnent accès aux paramètres du critère de plasticité : σ_Y , J_{1c} et a .

Tous les paramètres sont ensuite ajustés sur l'ensemble des essais de traction uniforme sur éprouvettes lisses, traction cyclique et compression sur la plage de vitesses $1 - 10 \text{ mm/s}$.

									<i>Essais nécessaires à l'identification des paramètres</i>	
Elasticité	E	ν							⇒	Traction
Endommagement	Y_{th}	Y_0	s	D_c					⇒	Traction cyclique
Viscoplasticité	σ_Y	K	N	J_{1c}	a				⇒	} Traction (\neq vitesses) - Compression
Ecrouissage	Q_1	b_1	Q_2	b_2	b_3	b_4	b_5	Q_3	⇒	

Fig. V-5 Récapitulatif des paramètres de la loi de comportement et des essais utilisés pour les identifier.

Notre loi complète comporte donc 19 paramètres. De fait nous pouvons réduire ce nombre à 12 sans dégrader la solution compte tenu des incertitudes de mesures. Les paramètres qui se sont pas révélés nécessaires sont ceux de l'écroutissement : Q_2, b_2, b_3, b_4, b_5 et Q_3 . En effet :

- Q_2 et b_2 visent à reproduire un crochet de traction. Il s'est avéré que nos paramètres d'endommagement suffisent à décrire celui que nous observons;
- b_3, b_4 et b_5 sont les paramètres du durcissement structural, phénomène de faible ampleur au sein de nos polymères même s'il est significatif. Ils peuvent donc être négligés sans incidence majeure sur la qualité de la modélisation numérique dans la majorité des cas ;
- Q_3 traduit l'existence d'un seuil de plasticité. Il est redondant avec le seuil σ_Y inhérent à l'expression du critère de plasticité.

Pour juger de l'importance des termes d'endommagement, nous identifions systématiquement deux fois nos paramètres : d'abord en tenant compte de l'endommagement puis en le négligeant. Les valeurs adoptées pour les polypropylènes de l'étude dans chacune de ces configurations sont récapitulées de Tableau V-3 à Tableau V-6.

Elasticité	E (MPa)	ν			
	2000	0,4			
Endommagement	Y_{th} (MPa)	Y_0 (MPa)	s	D_c	
	-	0,35	0,5	0,76	
Viscoplasticité	σ_Y (MPa)	K (MPa.s)	N	J_{1c} (MPa)	a
	20	20	4	2	0,09
Ecroutissage	Q_1 (MPa)	b_1			
	500	100			

Tableau V-3 Jeu de paramètres de la loi de comportement endommageable pour le matériau BMT222.

Elasticité	E (MPa)	ν			
	2000	0,4			
Endommagement	Y_{th} (MPa)	Y_0 (MPa)	s	D_c	
	1000	-	-	-	
Viscoplasticité	σ_Y (MPa)	K (MPa.s)	N	J_{1c} (MPa)	a
	5	8	8	18	0,05
Ecroutissage	Q_1 (MPa)	b_1			
	500	100			

Tableau V-4 Jeu de paramètres de la loi de comportement sans la prise en compte de l'endommagement pour le matériau BMT222.

Elasticité	E (MPa)	ν			
	1800	0,4			
Endommagement	Y_{th} (MPa)	Y_0 (MPa)	s	D_c	
	-	0,35	0,4	0,76	
Viscoplasticité	σ_Y (MPa)	K (MPa.s)	N	J_{1c} (MPa)	a
	15	14	6	18	0,07
Ecrouissage	Q_1 (MPa)	b_1			
	500	100			

Tableau V-5 Jeu de paramètres de la loi de comportement endommageable pour le matériau BA238G9.

Elasticité	E (MPa)	ν			
	1800	0,4			
Endommagement	Y_{th} (MPa)	Y_0 (MPa)	s	D_c	
	1000	-	-	-	
Viscoplasticité	σ_Y (MPa)	K (MPa.s)	N	J_{1c} (MPa)	a
	5	8	19	19	0,06
Ecrouissage	Q_1 (MPa)	b_1			
	500	100			

Tableau V-6 Jeu de paramètres de la loi de comportement sans la prise en compte de l'endommagement pour le matériau BA238G9.

Ces coefficients sont difficilement comparables un à un. On notera toutefois que la « rigidité » plus importante du matériau chargé se retrouve au niveau des modules d'élasticité et des seuils. On peut aussi noter que le fait de négliger les termes d'endommagement force l'expérimentateur à sous estimer les termes viscoplastiques.

V.5.B. VALIDATION LORS DE SOLLICITATIONS SIMPLES

Nous avons identifié nos paramètres sur des courbes contrainte-déformation. La première validation envisageable consiste à reproduire des essais de laboratoire, en termes d'évolutions temporelles des grandeurs intrinsèques et globales. Cela permettra en croisant nos résultats de vérifier que notre loi reproduit les effets de localisation.

Sauf indication contraire, les simulations présentées dans la suite ont été obtenues avec le jeu de paramètres donné au Tableau V-3 en ce qui concerne le matériau chargé et au Tableau V-5 pour le matériau BA238G9. Nous détaillons ici dans l'ordre: les tractions monotones puis cyclées sur éprouvettes lisses, les compressions et les cisaillements.

En effet, la validation du modèle d'endommagement implique la simulation des essais de traction cyclique de charges-décharges partielles qui nous ont permis de mesurer expérimentalement l'évolution de la variable d'endommagement D .

Enfin, les essais de cisaillement Iosipescu n'ont pas été inclus dans notre base d'identification et sont donc des cas tests intéressants.

V.5.B.1. TRACTION UNIFORME SUR EPROUVETTES LISSES

Maillage

Pour raison de symétries, $1/8$ de l'éprouvette de traction est maillé (Fig. V-6). Un déplacement est imposé aux nœuds de tête avec une vitesse constante de $0,08 \text{ mm/s}$ (BMT222) ou $0,008 \text{ mm/s}$ (BA238G9) et de 20 mm/s de sorte à reproduire des essais de vitesses de sollicitation avoisinant $0,005$ et 4 s^{-1} pour le BMT222 (vitesses maximales atteintes telles que définie au chapitre III) et avoisinant $0,0005$ et 3 s^{-1} pour le BA238G9. A ce stade, il est important de préciser que les essais conduits à ces vitesses n'ont pas été employés au cours de l'identification et d'optimisation des paramètres de la loi de comportement. Les résultats présentés correspondent aux moyennes des valeurs nodales au niveau de la section médiane et nous utiliserons la déformation axiale nominale sur nos courbes (équation [V-45]).

$$\left(\varepsilon_{yy} \right)_{relative} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad [V-45]$$

où L est la longueur de l'élément solide considéré.

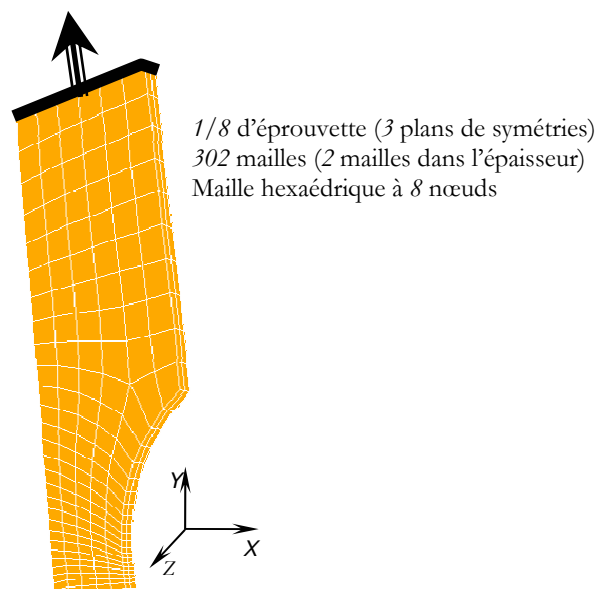


Fig. V-6 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais de traction sur éprouvettes lisses.

Validation à partir des grandeurs intrinsèques

La localisation de la déformation (Fig. V-7) dans la zone utile et son homogénéité transverse numériques sont conformes à ce que nous avons observé sur les champs expérimentaux (chapitre III) :

- La zone déformée est plus petite que la zone utile conformément aux mesures de champs par corrélation d'images ;
- La déformation est homogène dans une section transverse.

Par contre, le calcul indique que la déformation est homogène dans l'épaisseur contrairement à nos observations. On ne peut pas exclure que notre maillage soit trop fin pour saisir un gradient cœur/peau mais il est plus vraisemblable que les hétérogénéités expérimentales résultent d'un effet de microstructure, donc d'hétérogénéité du matériau non prise en compte dans le calcul numérique.

On notera sur le calcul, l'existence d'une « langue » de déformation sur le congé de raccordement que nous n'avons pas mis en évidence sur nos essais. Toutefois, l'usinage n'est pas assez précis pour assurer que les rayons de courbure numériques et expérimentaux soient parfaitement identiques. De plus, la déformation en cette zone est toujours très inférieure à celle du ligament central et il est possible que notre dépouillement expérimental manque de précision pour mettre en évidence cette zone.

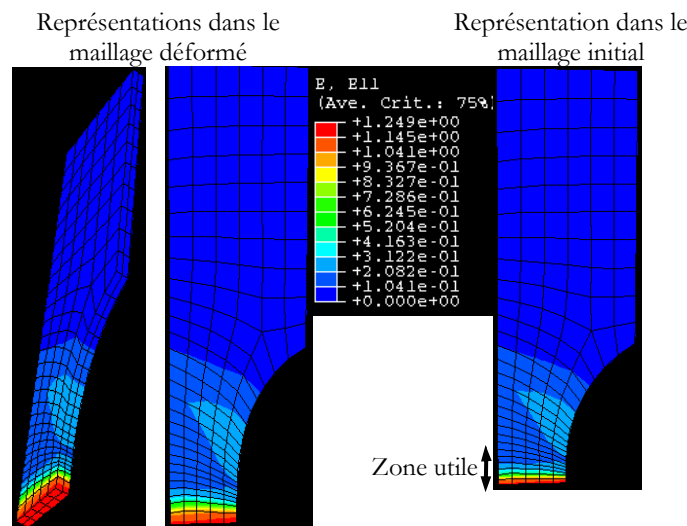


Fig. V-7 Champ de déformation longitudinale simulé. Traction sur éprouvettes lisses en BMT222. Essai à $4 s^{-1}$, $\left(\varepsilon_{yy} \right)_{relative} = 1,2$.

Les évolutions de la déformation longitudinale sur le ligament sont comparées aux mesures expérimentales aux figures Fig. V-8 à Fig. V-11.

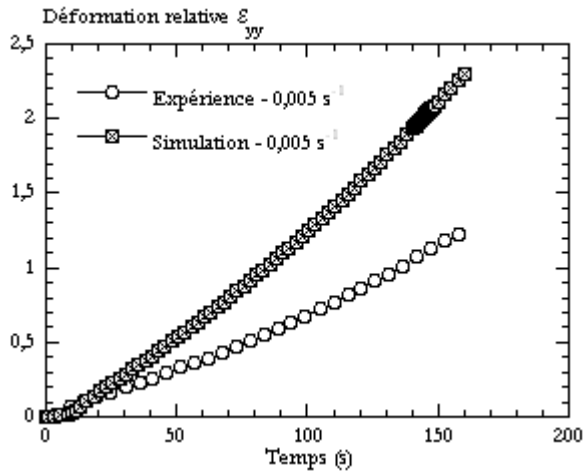


Fig. V-8 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction à $0,005 \text{ s}^{-1}$ du BMT222.

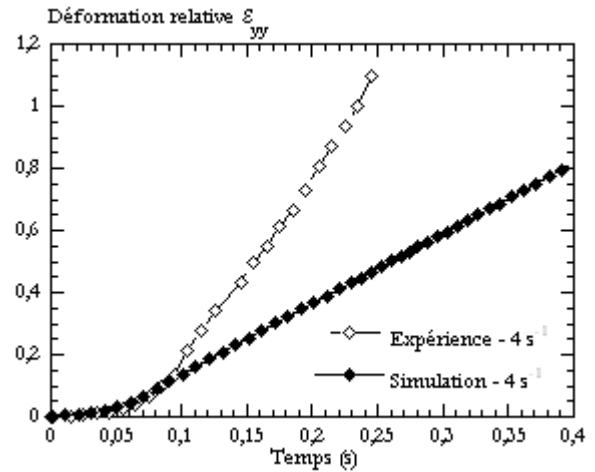


Fig. V-9 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction à 4 s^{-1} du BMT222.

La reproduction de la vitesse de sollicitation est satisfaisante en début d'essais. Un écart significatif est observé par la suite. La transition apparaît toujours un peu après que le seuil de plasticité apparent soit atteint, c'est-à-dire après localisation (Fig. V-12 et Fig. V-14). L'écart est très vite supérieur à notre dispersion expérimentale (inférieure à 10 %).

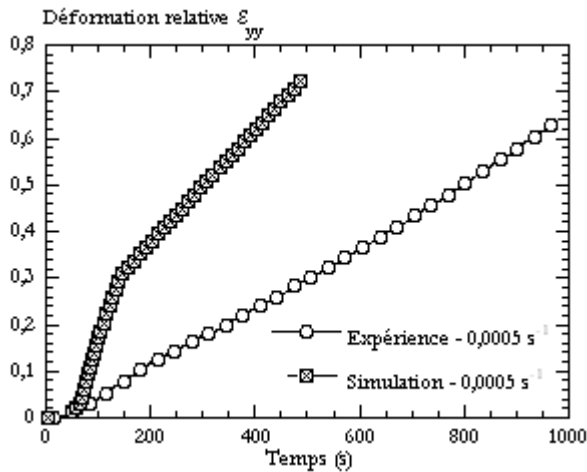


Fig. V-10 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction à $0,0005 \text{ s}^{-1}$ du BA238G9.

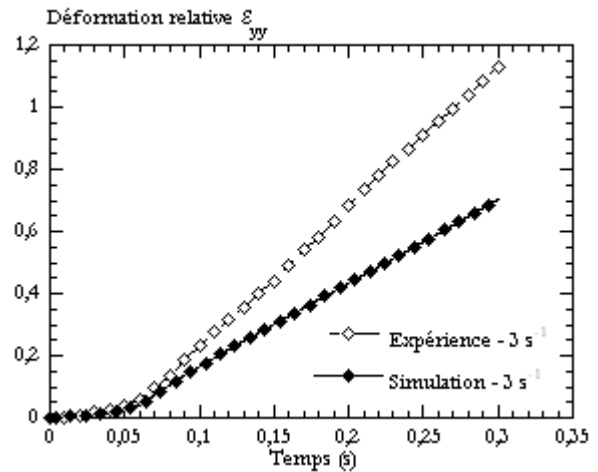


Fig. V-11 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction à 3 s^{-1} du BA238G9.

Peut-être notre prise en compte de la sensibilité à la vitesse de sollicitation, bien que satisfaisante au regard des courbes contrainte – déformation et de la précision expérimentale de $1,5 \text{ MPa}$ (Fig. V-12 et Fig. V-14), est-elle insuffisante pour reproduire le détail de la localisation des déformations (non prise en compte de la viscoélasticité).

Retenons malgré tout que notre modèle permet de reproduire les courbes contrainte-déformation pour nos deux matériaux et sur toute la gamme de mesure. Plus intéressant encore est sa capacité à reproduire le faible niveau de la déformation transverse (Fig. V-13 et Fig. V-15). Les erreurs relatives peuvent sembler parfois importantes mais il convient de rappeler qu'il s'agit d'une déformation faible inférieure à 5 % et donc très sensible aux incertitudes de calcul et de mesure.

La déformation transverse est toutefois sous estimée dans la plupart des cas. Peut être peut-on remettre en cause l'hypothèse d'isotropie de l'endommagement. Ainsi, la dilatation, surestimée dans le sens transverse s'oppose à la réduction de section entraînant une moindre déformation transverse dans la simulation numérique. Cette explication pourrait aussi s'appliquer à nos erreurs sur la déformation longitudinale : un modèle isotrope peut conduire à surestimer ε_{yy} pour compenser la sous estimation de ε_{xx} et respecter les variations de volume. Car, en effet, la variation de volume est bien reproduite (Fig. V-16 et Fig. V-18).

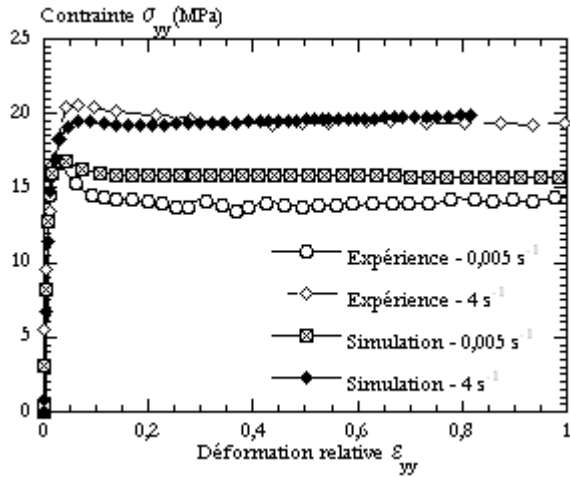


Fig. V-12 Reproduction du comportement intrinsèque en traction uniaxiale du BMT222.

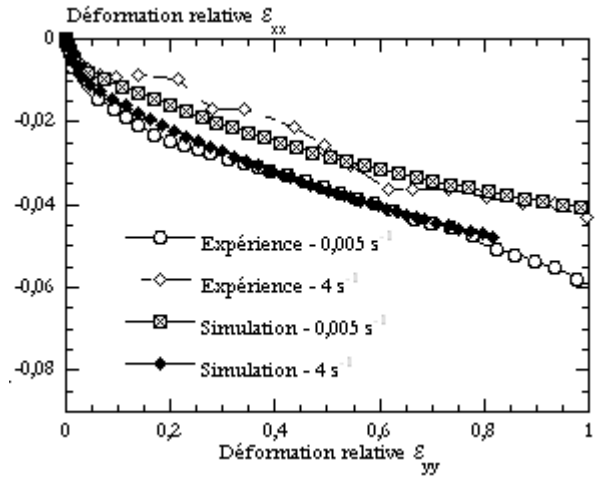


Fig. V-13 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,005 s^{-1}$ et à $4 s^{-1}$ du BMT222.

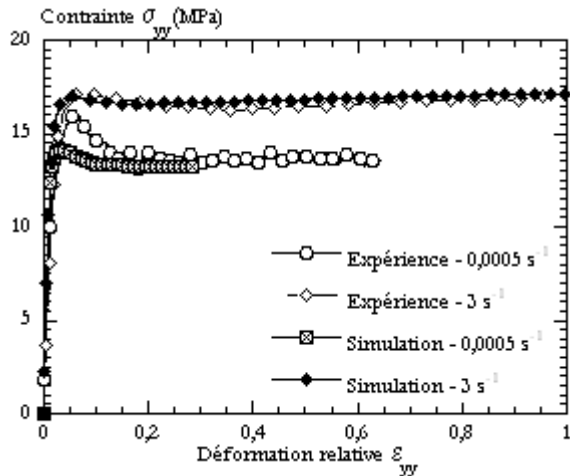


Fig. V-14 Reproduction du comportement intrinsèque en traction uniaxiale du BA238G9.

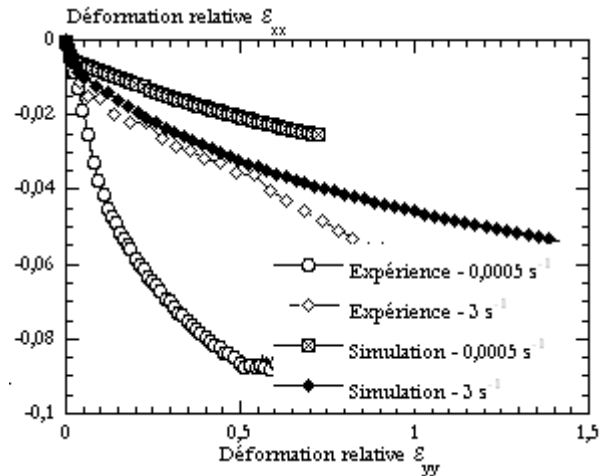


Fig. V-15 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,0005 s^{-1}$ et à $3 s^{-1}$ du BA238G9.

La cinétique d'endommagement est bien reproduite par le calcul mais le seuil théorique de saturation de D n'est pas atteint principalement à basse vitesse et pour le matériau non chargé (Fig. V-17 et Fig. V-19). Deux raisons peuvent être avancées pour expliquer cet écart :

- La variable d'endommagement D est liée au taux de restitution de l'énergie élastique Y directement proportionnel à la déformation élastique. Or à basse vitesse la ductilité est plus précoce et donc Y diminue et D diminue par conséquent ;
- Nous avons observé expérimentalement que le seuil de saturation est plus faible à plus basse vitesse mais ces mesures ont été conduites sur une plage restreinte de vitesses de déformation ($0,1$ à $0,01 s^{-1}$), l'extrapolation à une gamme de vitesses plus large peut conduire à une erreur sur le niveau du seuil d'endommagement.

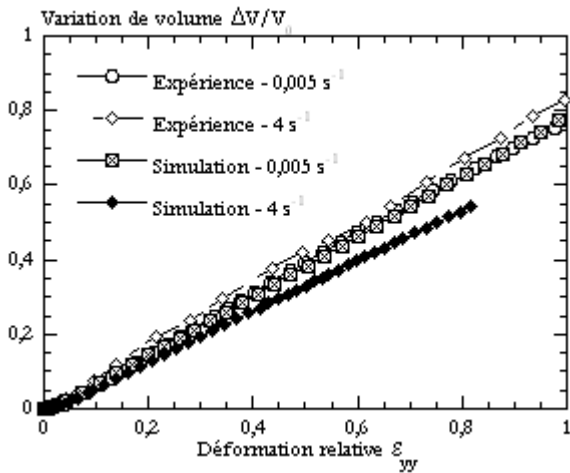


Fig. V-16 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,005 s^{-1}$ et à $4 s^{-1}$ du BMT222.

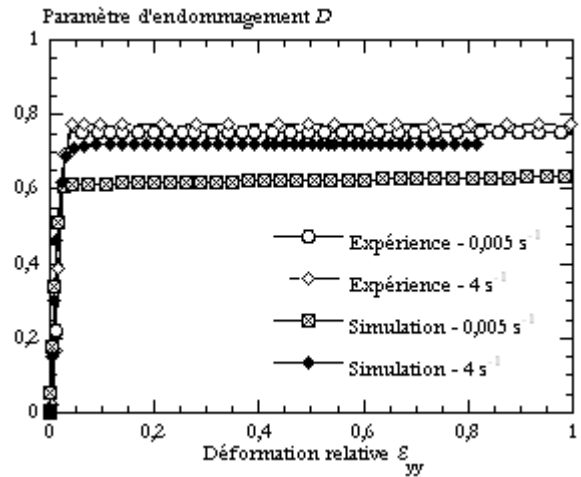


Fig. V-17 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,005 s^{-1}$ et à $4 s^{-1}$ du BMT222.

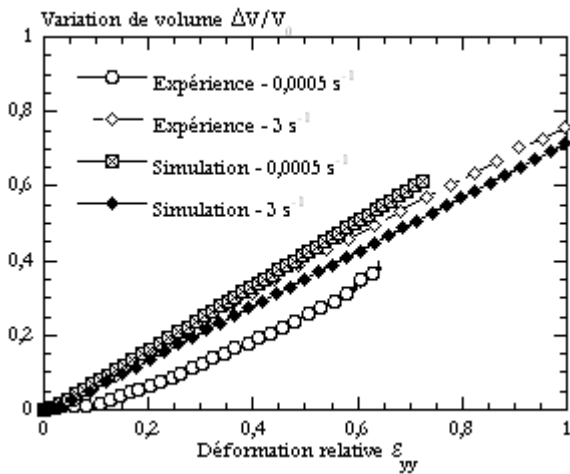


Fig. V-18 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,0005 s^{-1}$ et à $3 s^{-1}$ du BA238G9.

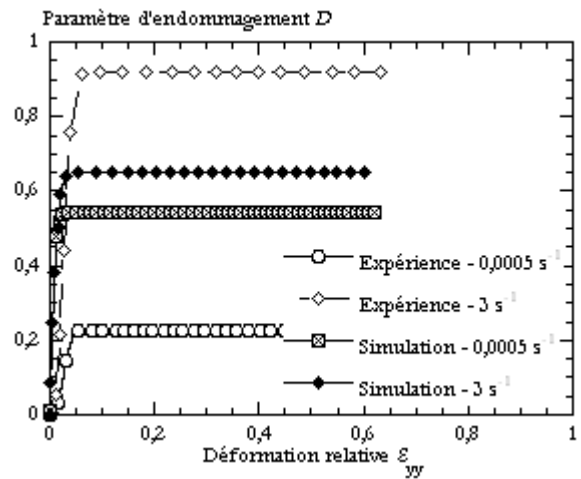


Fig. V-19 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,0005 s^{-1}$ et à $3 s^{-1}$ du BA238G9.

Validation à partir des grandeurs globales

Le modèle numérique reproduit à moins de 13 % près l'évolution de la force jusqu'à l'apparition de la plasticité pour le matériau non chargé (Fig. V-20) alors que l'incertitude expérimentale est de l'ordre de 9%. De ce fait, les forces ainsi que leur sensibilité à la vitesse de déformation sont correctement prédites.

Dans le cas du matériau non chargé, si à la plus grande vitesse les courbes simulées et mesurées sont superposables, un écart de près de 50 N et de 1 mm est observé à basse vitesse au niveau du pic de force (Fig. V-21). Cette erreur peut être imputable à l'hypothèse de l'élasticité qui annihile la dépendance à la vitesse des propriétés à faibles déformations. L'erreur sur la valeur du module d'élasticité peut être suffisante pour entraîner un amorçage 'prématuré' de la plasticité dans le modèle numérique.

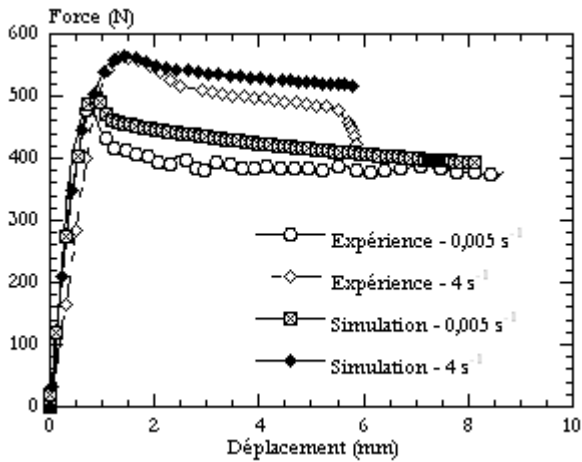


Fig. V-20 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,005 \text{ s}^{-1}$ et à 4 s^{-1} du BMT222. Écart maximum de 13% - Incertitude expérimentale $\pm 9\%$.

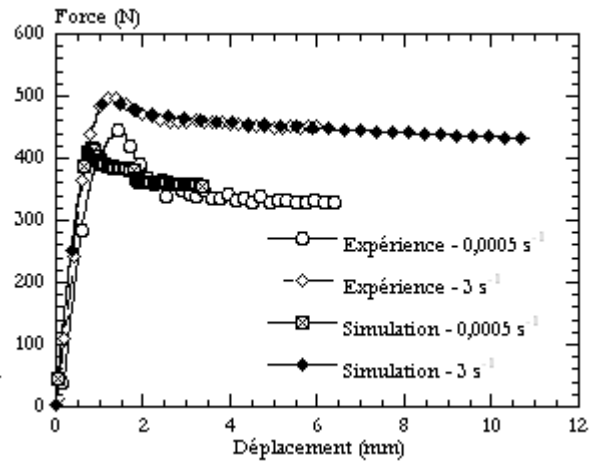


Fig. V-21 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction à $0,0005 \text{ s}^{-1}$ et à 3 s^{-1} du BA238G9. Écart maximum de 12% - Incertitude expérimentale $\pm 9\%$.

V.5.B.2. TRACTION CYCLIQUE

La simulation d'un essai de traction cyclique est effectuée avec le même maillage qu'en traction (Fig. V-6). Un déplacement est imposé aux nœuds de la tête avec une vitesse de 1 mm/s soit une vitesse de déformation de l'ordre de $0,1 \text{ s}^{-1}$ dans la zone utile.

Validation à partir des grandeurs intrinsèques

Les chemins de déformations calculés et mesurés pour les deux polypropylènes sont très proches (Fig. V-22 et Fig. V-23). On notera toutefois que l'ampleur des boucles de décharge semble plus faible dans la simulation numérique.

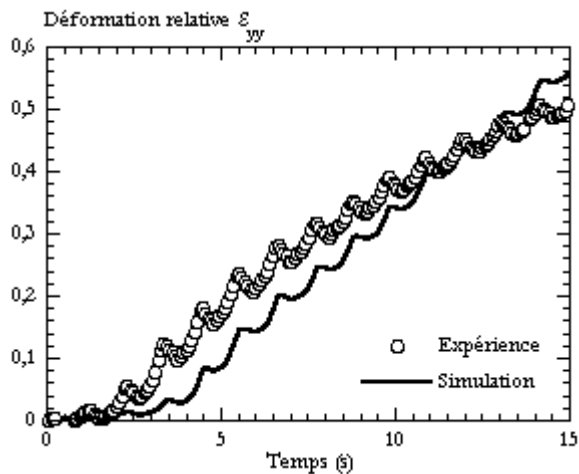


Fig. V-22 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction cyclique du BMT222.

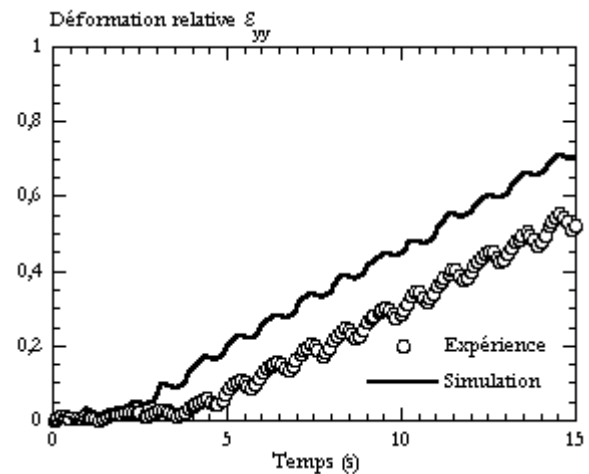


Fig. V-23 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction cyclique du BA238G9.

La déformation transverse et la variation de volume calculées sont satisfaisantes (Fig. V-24 et Fig. V-25) pour le matériau chargé. A contrario, la déformation transverse est sous-estimée et la variation de volume surestimée pour le matériau non chargé (près de 30% en fin d'essai, Fig. V-26 et Fig. V-27).

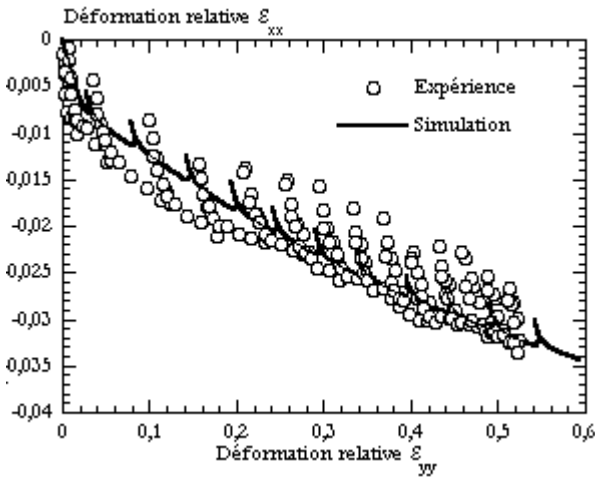


Fig. V-24 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BMT222.

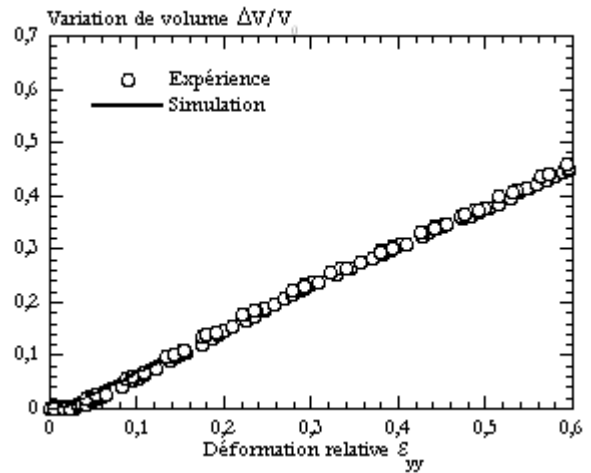


Fig. V-25 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BMT222.

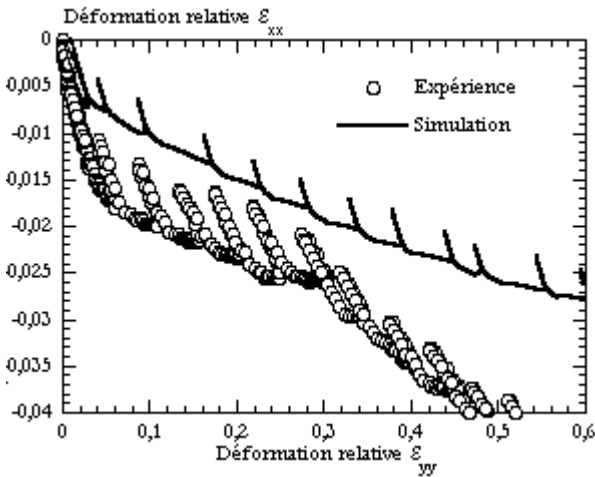


Fig. V-26 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BA238G9.

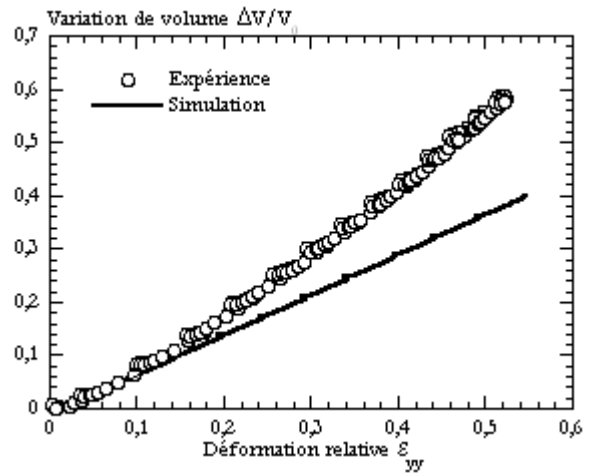


Fig. V-27 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BA238G9.

Les courbes de comportement intrinsèque dénotent une contrainte calculée plus faible que celle mesurée expérimentalement (Fig. V-28 et Fig. V-30). Là encore le matériau non chargé est moins bien représenté par le modèle que le matériau chargé.

La forme de nos cycles contraintes-déformations illustre l'importance des effets viscoélastiques, négligés dans la simulation, par l'existence d'hystérésis expérimentales non reproduites.

Les mêmes conclusions qu'en traction simple peuvent être tirées concernant la variable d'endommagement (Fig. V-29 et Fig. V-31). En effet, le seuil de saturation de D matérialisé par les points expérimentaux n'est pas atteint à cause du couplage viscoplasticité / endommagement comme nous l'avons suggéré précédemment.

Validation à partir des grandeurs globales

Comme on pouvait s'y attendre compte tenu de la reproduction du comportement intrinsèque, les niveaux de force calculés sont en deçà des valeurs mesurées au cours des essais (Fig. V-32 et Fig. V-33).

En conclusion, notre modèle est clairement moins efficace en traction cyclée qu'en traction monotone. Sans doute payons nous là, les hypothèses fortes concernant la viscoélasticité et l'isotropie.

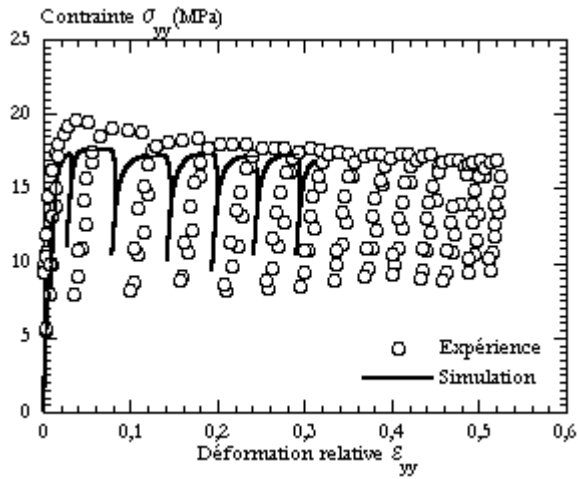


Fig. V-28 Reproduction du comportement intrinsèque en traction cyclique du BMT222.

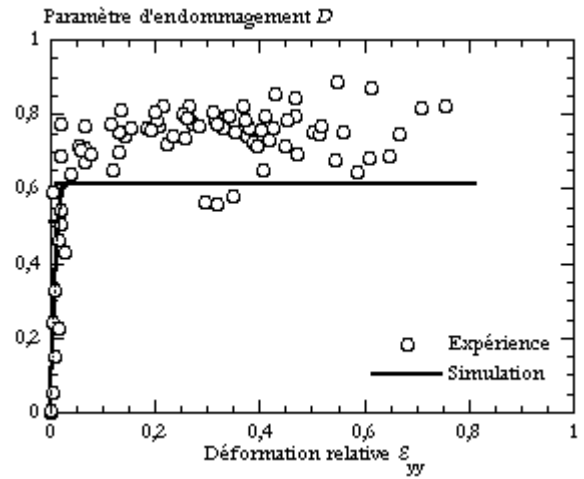


Fig. V-29 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BMT222.

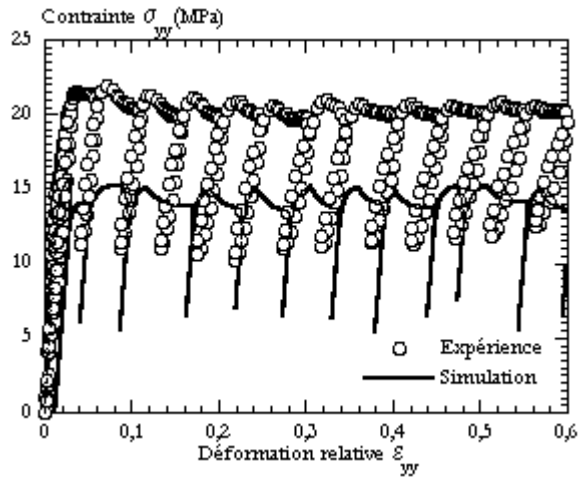


Fig. V-30 Reproduction du comportement intrinsèque en traction cyclique du BA238G9.

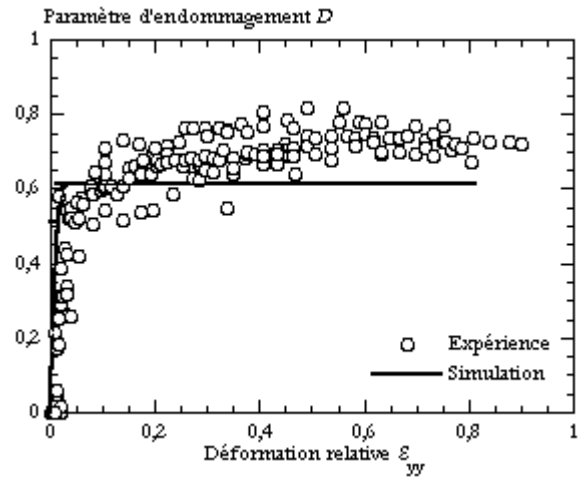


Fig. V-31 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BA238G9.

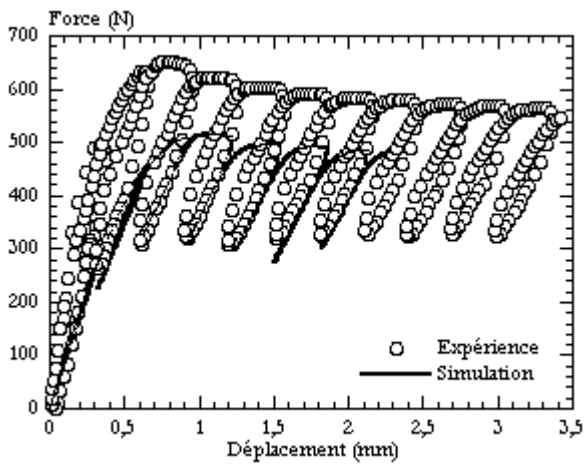


Fig. V-32 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BMT222.

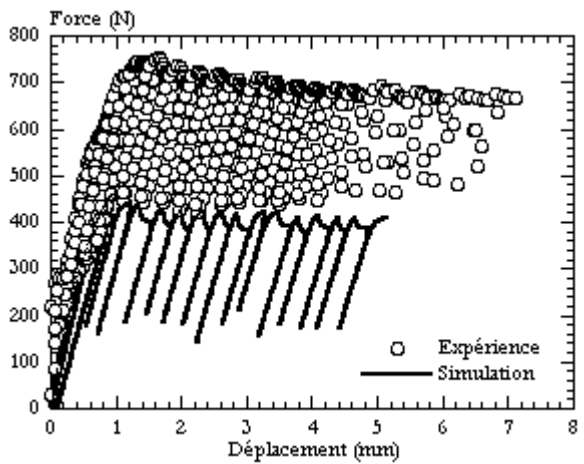


Fig. V-33 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BA238G9.

V.5.B.3. COMPRESSION

Seules les valeurs de la contrainte au seuil de plasticité ont été employées pour l'identification des paramètres de la loi de comportement. L'essai de compression peut donc être considéré comme un cas de validation possible.

La simulation est menée avec une géométrie de plot de rapport de forme $L/\varphi = 1$, L étant la hauteur et φ le diamètre de $11,6 \text{ mm}$ (Fig. V-34). Les calculs sont conduits pour une vitesse de sollicitation constante de 2 mm/s dans des conditions de contact glissant.

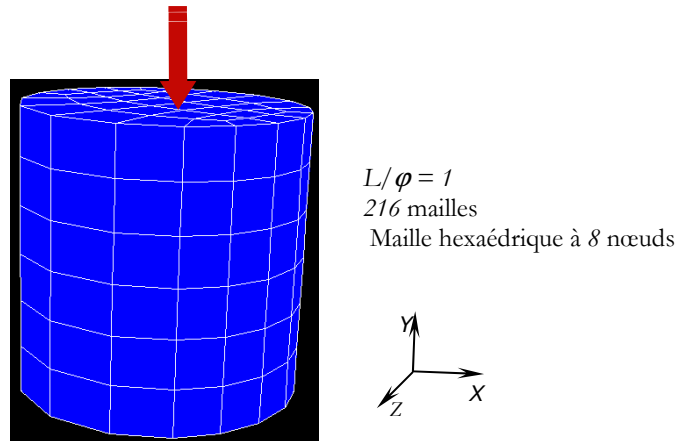


Fig. V-34 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais de compression entre tas plats.

Les chemins de déformation sont reproduits parfaitement (Fig. V-35 et Fig. V-36). A cela rien d'étonnant puisque, à la différence de la traction, la sollicitation et les conditions de contact forcent une déformation homogène.

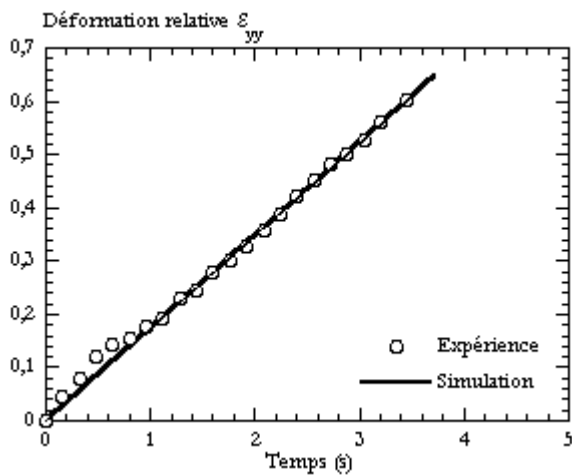


Fig. V-35 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de compression du BMT222.

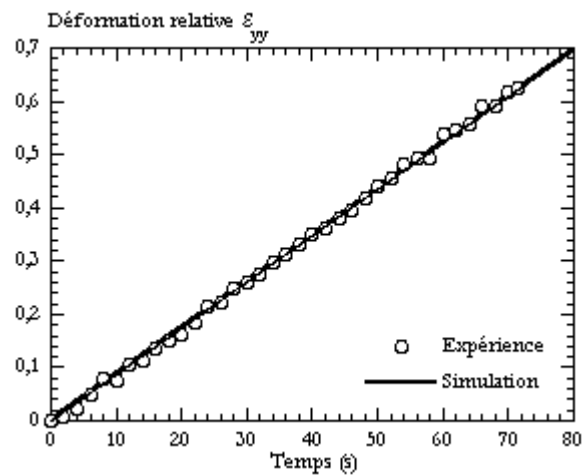


Fig. V-36 Evolution de la déformation longitudinale mesurée ou issue de la simulation d'un essai de compression du BA238G9.

La réponse des matériaux à la sollicitation en compression n'est que partiellement reproduite. Toute la divergence calcul – expérience se retrouve dans les évolutions des contraintes (Fig. V-37 et Fig. V-39). Notre modèle peut traduire la dissymétrie traction-compression mais l'essai de compression reste approché de manière moins satisfaisante que l'essai de traction. L'adoucissement expérimental considérable après le pic de contraintes du matériau chargé, imputable aux charges, n'est pas reproduit. Le niveau de contraintes calculé dans le matériau chargé est par contre sensiblement sous estimé.

L'écart important entre les courbes réelles et simulées est ici imputable à notre hypothèse d'endommagement isotrope. L'impact semble relativement moins grand pour le matériau chargé, sans doute car les charges induisent expérimentalement une cavitation reproduite phénoménologiquement par le modèle.

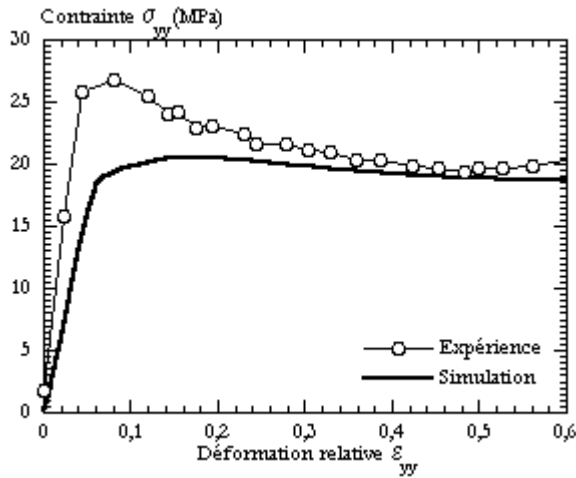


Fig. V-37 Reproduction du comportement intrinsèque en compression du BMT222.

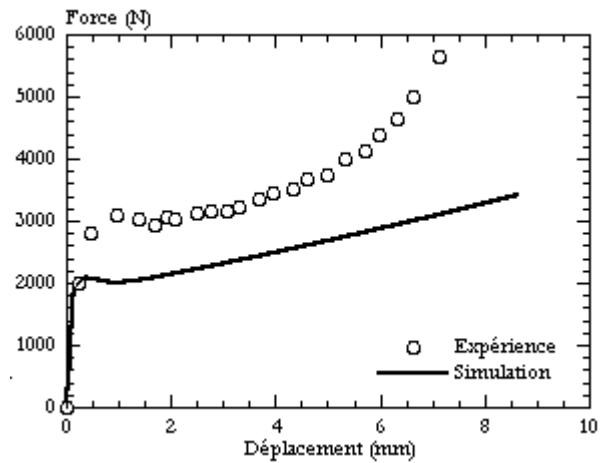


Fig. V-38 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de compression du BMT222.

Le niveau de la contrainte simulée étant inférieur aux valeurs expérimentales, le niveau de force est bien évidemment lui aussi sous estimé (Fig. V-38 et Fig. V-40).

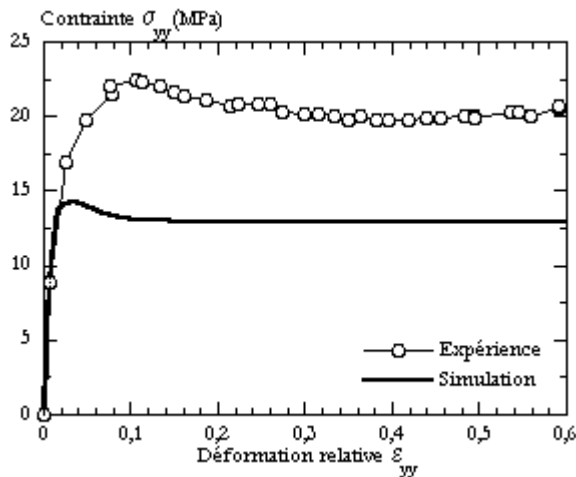


Fig. V-39 Reproduction du comportement intrinsèque en compression du BA238G9.

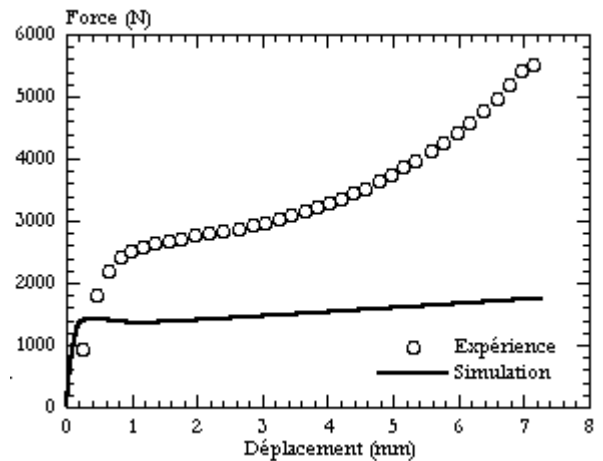


Fig. V-40 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de compression du BA238G9.

V.5.B.4. CISAILLEMENT IOSIPESCU

Une géométrie d'éprouvette présentant une entaille d'angle 90° (telle que détaillée au chapitre III) est choisie. Une des têtes est entièrement fixe et la deuxième mobile avec une vitesse de déplacement des noeuds imposée (Fig. V-41) de 1 mm/s (soit environ $0,1 \text{ s}^{-1}$ pour le matériau BMT222 et environ $0,05 \text{ s}^{-1}$ pour BA238G9) et de $8,5 \text{ mm/s}$ (soit environ $\sim 0,5 \text{ s}^{-1}$ pour BMT222 et environ $0,45 \text{ s}^{-1}$ pour BA238G9). Aux têtes, nous avons associé un comportement de type élastique linéaire de module et de coefficient de Poisson identiques aux paramètres donnés au Tableau V-3 pour le matériau chargé et au Tableau V-5 pour le matériau non chargé.

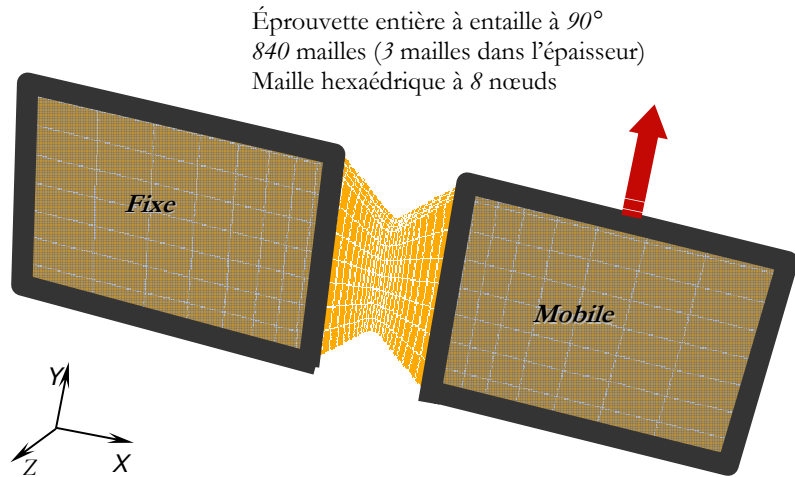


Fig. V-41 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais de cisaillement Iosipescu.

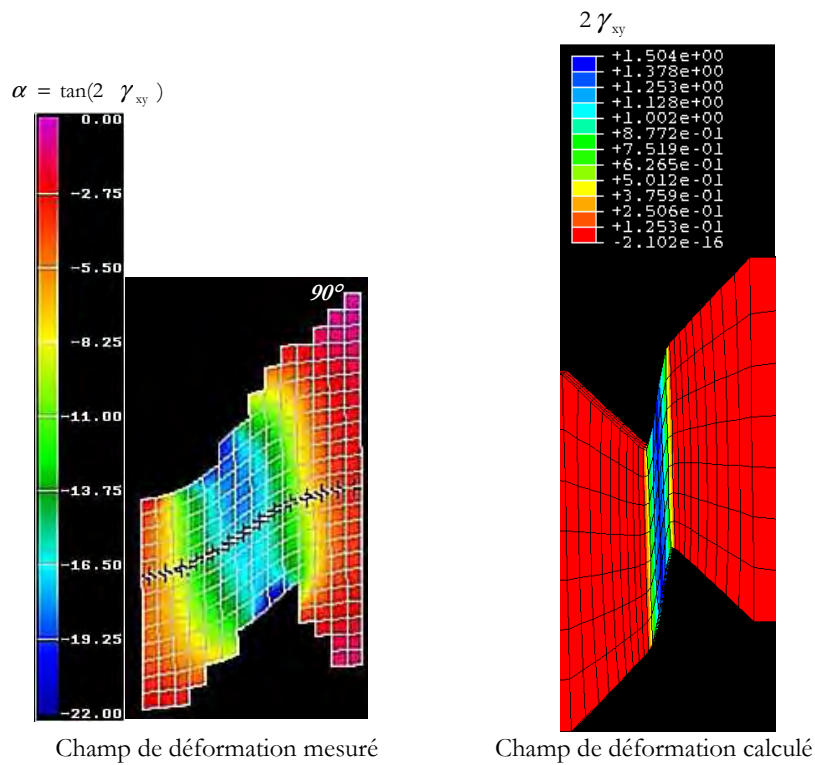


Fig. V-42 Localisation de la déformation en cisaillement mesurée ou calculée au cours de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu du BMT222.

Le champ de déformation en cisaillement calculé est analogue au champ mesuré par corrélation d'images et présente la même hétérogénéité (Fig. V-42). Les taux de déformations calculés sont toutefois nettement supérieurs aux valeurs mesurées et atteignent jusqu'au quintuple en fin d'essai (Fig. V-43 à Fig. V-45).

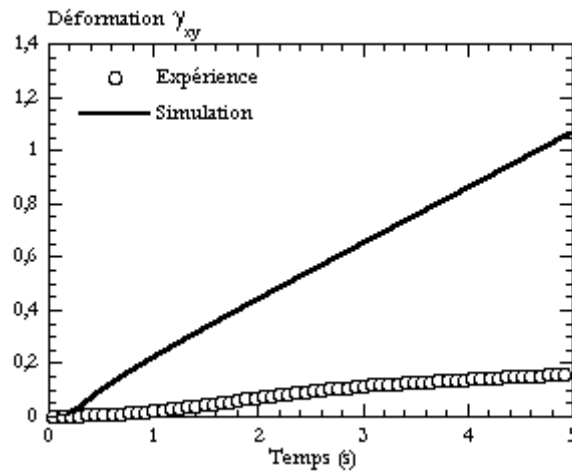


Fig. V-43 Evolution de la déformation en cisaillement mesurée ou issue de la simulation d'un essai de cisaillement Iosipescu à $0,1 \text{ s}^{-1}$ du BMT222.

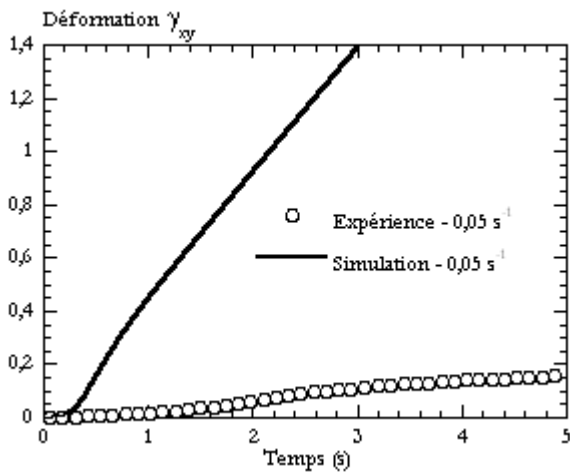


Fig. V-44 Evolution de la déformation en cisaillement mesurée ou issue de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu à $0,05 \text{ s}^{-1}$ du BA238G9.

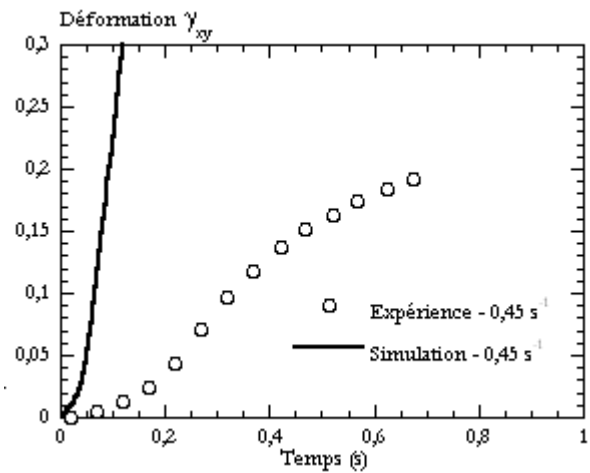


Fig. V-45 Evolution de la déformation en cisaillement mesurée ou issue de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu à $0,45 \text{ s}^{-1}$ du BA238G9.

On retrouve une déformation longitudinale significative sur les lèvres de l'entaille analogue à celle observée expérimentalement (Fig. V-46). Sur la cartographie de la déformation longitudinale issue de la simulation numérique, il est possible de relever une zone de faible étendue sollicitée en compression et située à la pointe des entailles. Cette zone n'est pas observée en corrélation d'images du fait de sa faible dimension par rapport au maillage adopté qui est directement relié à la taille du mouchetis et aux conditions expérimentales de prise de vue.

Les contraintes sont convenablement reproduites dans le cas du matériau chargé (Fig. V-47 et Fig. V-49). Nous avons observé expérimentalement un phénomène d'endommagement du matériau chargé qui a conduit à un gonflement de la zone sollicitée (chapitre III). Cet endommagement pourrait être en partie pris en compte par la considération de la variable d'endommagement D . Cependant l'application de cette variable au matériau non chargé qui semble sain de tout endommagement est probablement à l'origine de la sous estimation de la contrainte. L'évolution de la force calculée dans le cas du matériau chargé reste acceptable (Fig. V-48), mais l'écart est nettement plus important dans le cas du matériau non chargé (Fig. V-50).

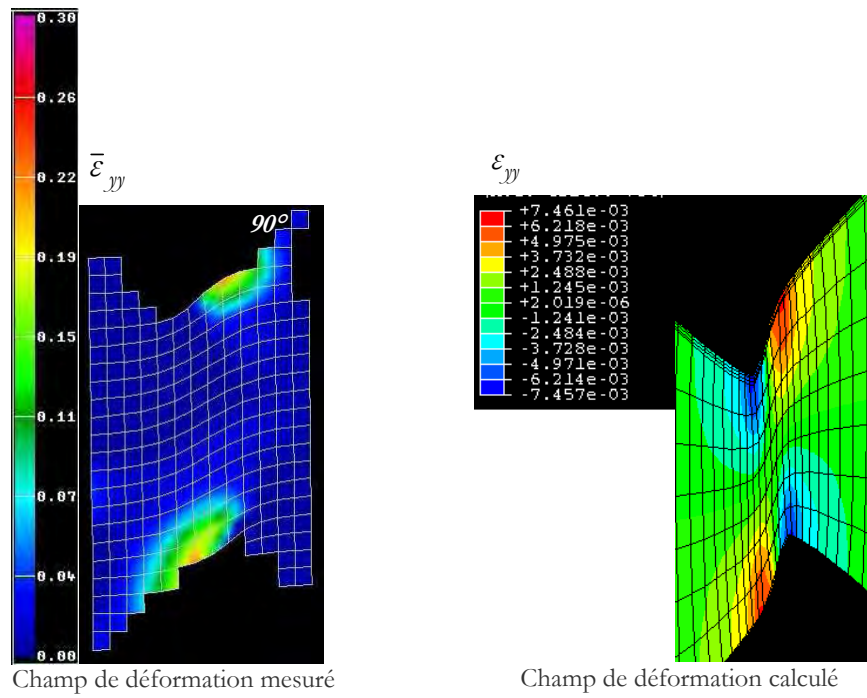


Fig. V-46 Localisation de la déformation longitudinale mesurée ou calculée au cours de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu du matériau BMT222.

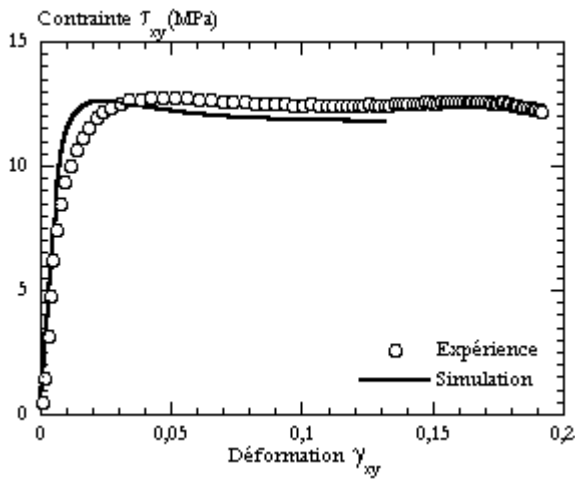


Fig. V-47 Reproduction du comportement intrinsèque en cisaillement Iosipescu à $0,05 \text{ s}^{-1}$ du BMT222.

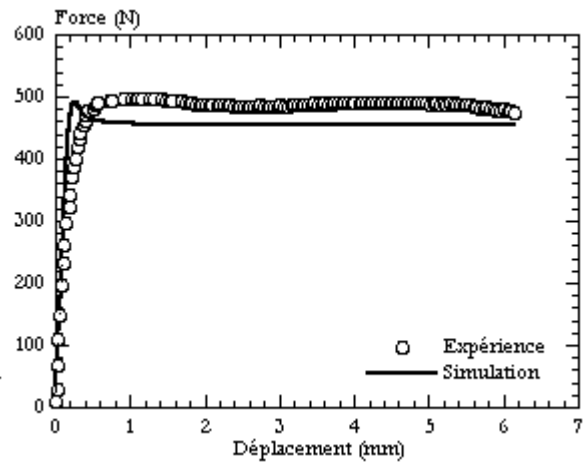


Fig. V-48 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu du BMT222.

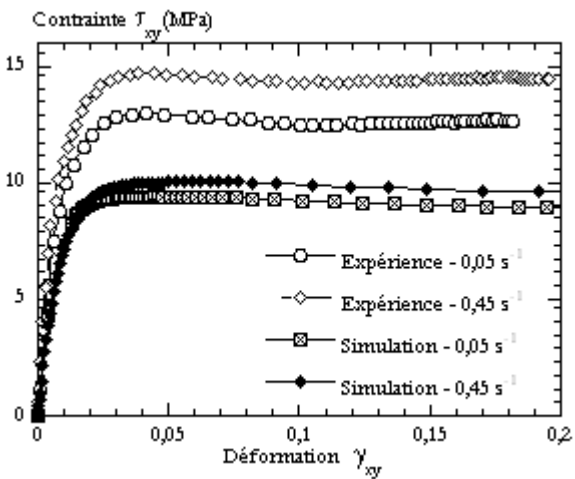


Fig. V-49 Reproduction du comportement intrinsèque en cisaillement Iosipescu du BA238G9.

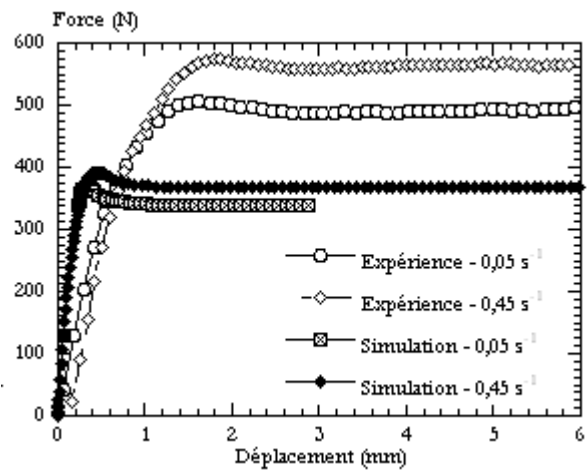


Fig. V-50 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de cisaillement Iosipescu du BA238G9.

V.5.C. DISCUSSION DE L'APPORT DE NOTRE FORMALISME

V.5.C.1. APPORT D'UN CRITERE PIEZO-DEPENDANT

Poser notre coefficient a (Tableau V-3) à 0 revient à admettre un critère de plasticité de von Mises. Mener deux calculs (à $0,005\ s^{-1}$) l'un avec a nul l'autre avec a non nul, toutes choses égales par ailleurs, permet de juger de l'intérêt d'un critère de plasticité piézo-dépendant.

Le réajustement des paramètres de la loi de comportement n'est pas nécessaire. On peut juger à partir de l'évolution de la contrainte (Fig. V-51) que le seuil de plasticité est correctement reproduit avec l'emploi du critère de von Mises. La divergence entre la simulation et l'expérience, qui s'accroît après le seuil, ne peut être réduite par une optimisation des paramètres liés à la viscosité ou à l'écroutissage. Cet écart est directement lié à une surestimation importante de la déformation transverse (Fig. V-52). De plus, la variation de volume dans la simulation numérique avec le critère de von Mises est nulle (Fig. V-53). Ainsi, la prise en compte d'une variable d'endommagement ne suffit pas à la modélisation du comportement de nos matériaux et l'emploi d'un critère de plasticité dépendant de la pression hydrostatique est nécessaire pour autoriser l'estimation de la variation de volume dans le solide sollicité.

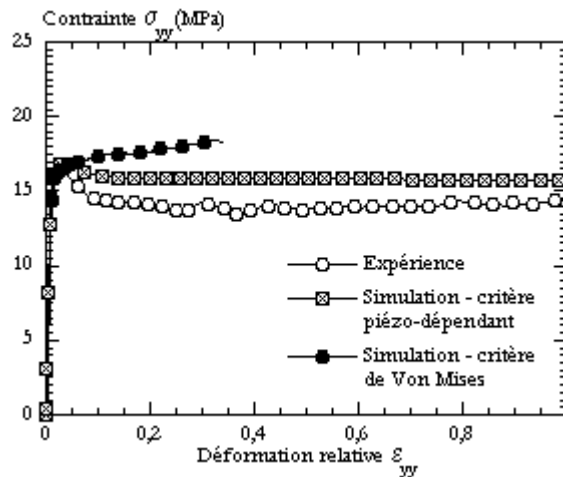


Fig. V-51 Reproduction du comportement intrinsèque du comportement en traction du BMT222. Simulations menées avec un critère de plasticité de von Mises ou piézo-dépendant.

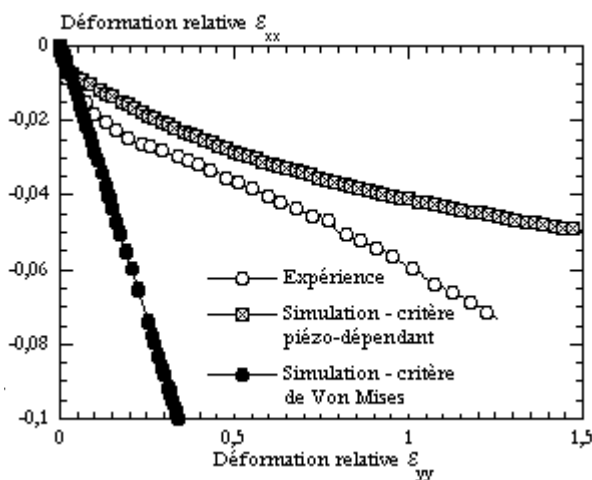


Fig. V-52 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction du BMT222. Simulations menées avec un critère de plasticité de von Mises ou piézo-dépendant.

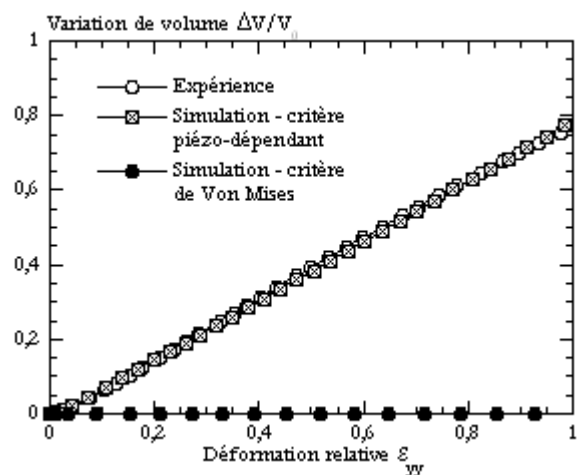


Fig. V-53 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction du BMT222. Simulations menées avec un critère de plasticité de von Mises ou piézo-dépendant.

V.5.C.2. APPORT D'UNE VARIABLE D'ENDOMMAGEMENT

Afin d'étudier l'apport réel de la variable d'endommagement dans le formalisme, des calculs ont été effectués en négligeant ce paramètre et en réajustant les autres variables (valeurs données au Tableau V-6).

La simulation des essais de traction avec ce jeu de paramètres conduit à la sous-estimation des niveaux de déformations transverses (Fig. V-54) et à la surestimation de la variation de volume (Fig. V-55).

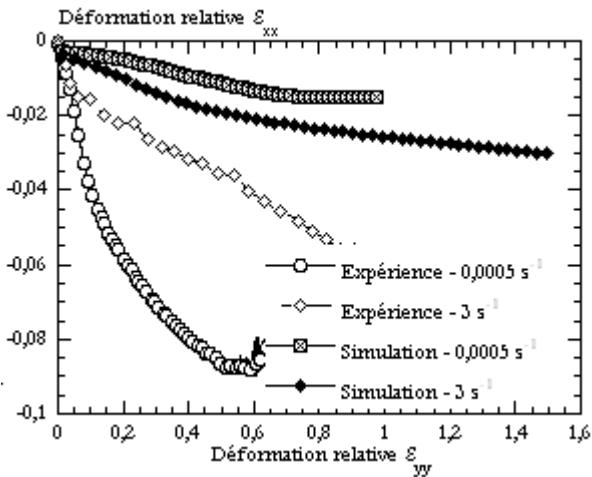


Fig. V-54 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction du BA238G9. Simulation menée sans la prise en compte de la variable d'endommagement.

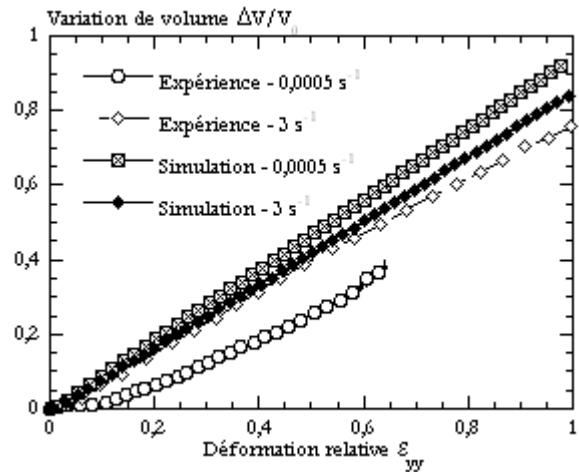


Fig. V-55 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction cyclique du BA238G9. Simulation menée sans la prise en compte de la variable d'endommagement

L'évolution de la contrainte axiale démontre que pour la vitesse de sollicitation avoisinant $0,0005\ s^{-1}$ les valeurs calculées sont en parfaite adéquation avec les mesures expérimentales. Par contre, à plus grande vitesse, la simulation avec ce jeu de paramètres conduit à une surestimation du niveau de contraintes entraînant une erreur de l'ordre de 15% alors que l'incertitude expérimentale n'est que de 10%. Il est également possible de relever que le module élastique initial est surestimé à cause de la non prise en compte de l'endommagement. Ainsi, la non prise en compte de l'endommagement conduit à une détérioration de la qualité de reproduction de nos résultats expérimentaux en traction.

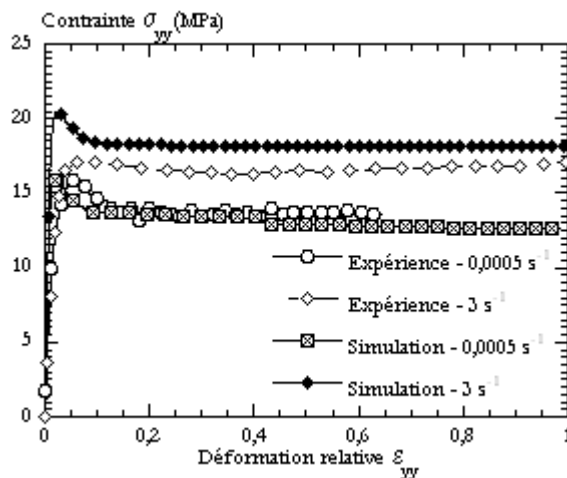


Fig. V-56 Reproduction du comportement intrinsèque du comportement en traction du BA238G9. Simulation menée sans la prise en compte de la variable d'endommagement.

Les simulations d'essais de compression et de cisaillement (Fig. V-57 et Fig. V-58) conduisent à un faible écart entre les valeurs de contraintes calculées et les valeurs mesurées expérimentalement. Cet écart est nettement plus faible que celui observé au cours des simulations avec la variable d'endommagement D . La valeur du seuil apparent de plasticité en compression est reproduite correctement traduisant la capacité du modèle à reproduire la dissymétrie traction – compression.

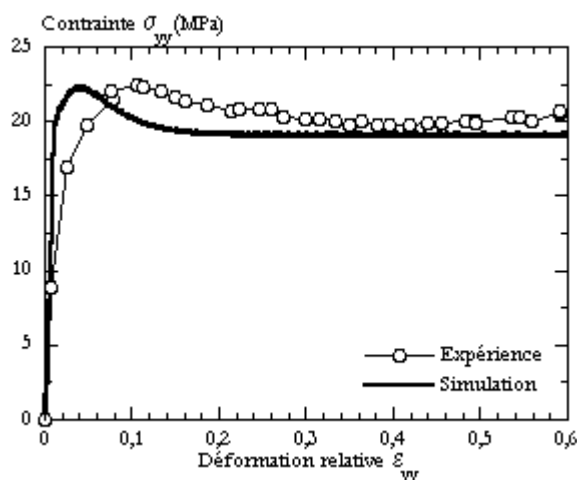


Fig. V-57 Reproduction du comportement intrinsèque du comportement en compression à $0,1 \text{ mm/s}$ du BA238G9. Simulation menée sans la prise en compte de la variable d'endommagement.

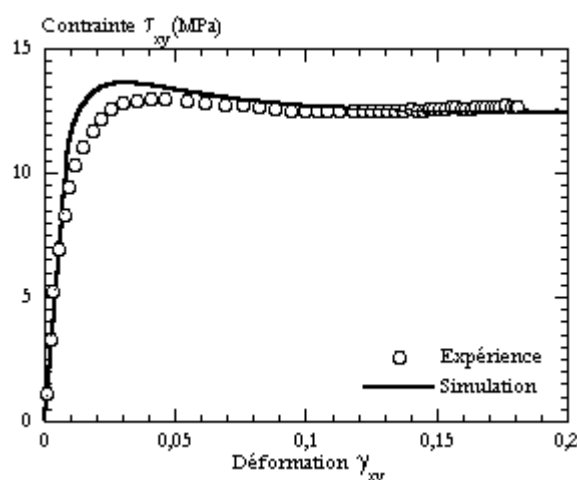


Fig. V-58 Reproduction du comportement intrinsèque du comportement en cisaillement à $0,05 \text{ s}^{-1}$ du BA238G9. Simulation menée sans la prise en compte de la variable d'endommagement.

Ainsi, l'élimination de la variable d'endommagement du formalisme permet de mieux représenter les grandeurs intrinsèques en cisaillement et en compression mais augmente l'écart à l'expérience en traction.

De fait, la prise en compte de l'endommagement est clairement utile dans les cas où la sollicitation favorise la cavitation (traction pour les deux polymères, compression et cisaillement dans le cas du matériau chargé) mais notre hypothèse d'endommagement isotrope reste grossière dans les autres cas.

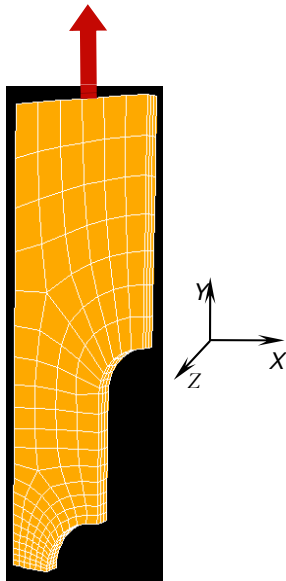
En conclusion, notre modèle avec le critère de plasticité piézo-dépendant suffit à reproduire la dissymétrie du comportement et l'ordre de grandeur des variations de volume en traction. L'endommagement doit être pris en compte mais il paraît nécessaire de considérer un endommagement anisotrope pour une meilleure simulation de tous les types de chargement.

V.5.D. APPLICATION AUX SOLLICITATIONS COMPLEXES

L'aspect prédictif du modèle de loi de comportement a été examiné dans le cas des chargements simples dans le paragraphe précédent. L'accord entre simulation et expérience devrait également être vérifié pour des sollicitations complexes plus proches de l'application industrielle.

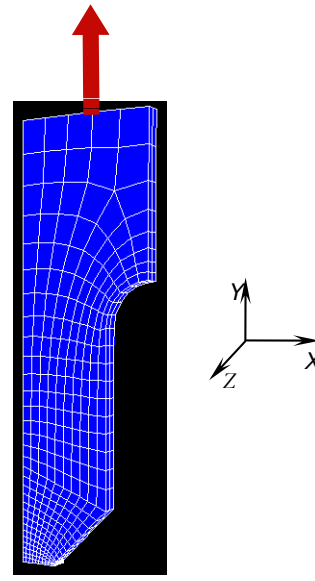
Les essais de traction sur éprouvettes entaillées n'ont pas été utilisés en identification et sont donc des cas de validation intéressants de part la complexité du chargement en pointe d'entaille.

Deux géométries d'éprouvettes ont été retenues pour la simulation des essais de traction sur éprouvettes entaillées: *RC5L8* et *RV1L8* (cf. chapitre III). $1/8$ d'éprouvette est maillé (Fig. V-59 et Fig. V-60) et un déplacement à la tête de 10 mm/s , soit une vitesse de déformation de l'ordre de 5 s^{-1} , est imposé.



$1/8$ d'éprouvette (3 plans de symétries)
444 mailles (3 mailles dans l'épaisseur)
Maille hexaédrique à 8 nœuds

Fig. V-59 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais de traction sur éprouvette entaillée à entaille circulaire *RC5L8*.



$1/8$ d'éprouvette (3 plans de symétries)
846 mailles (3 mailles dans l'épaisseur)
Maille hexaédrique à 8 nœuds

Fig. V-60 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais de traction sur éprouvette entaillée à entaille en V *RV1L8*.

Le calcul reproduit parfaitement les champs de déformations sur l'éprouvette à entaille circulaire (Fig. V-61). De plus, la déformation longitudinale en pointe d'entaille est bien reproduite au cours du temps (Fig. V-62). Cette constatation laisse imaginer qu'une partie de la divergence observée sur les essais de traction sur éprouvettes lisses pourrait être extrinsèque au modèle.

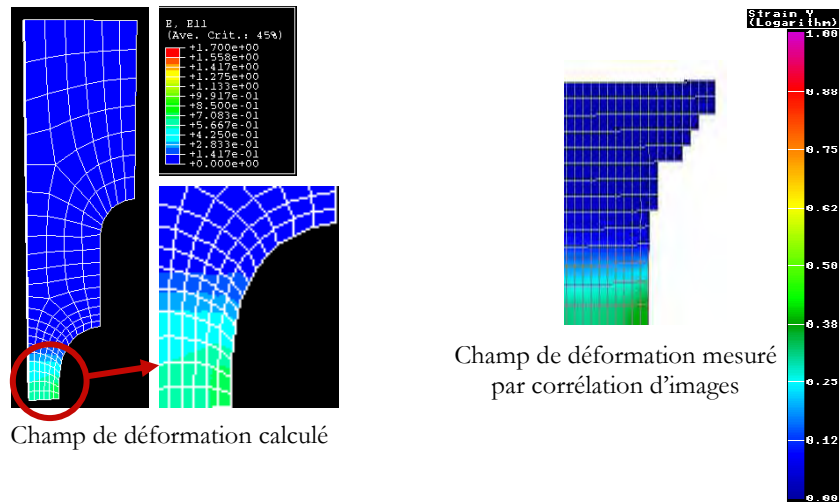


Fig. V-61 Localisation de la déformation longitudinale au cours de la simulation d'essais de traction sur éprouvettes à entaille circulaire du BMT222. $\left(\varepsilon_{yy}\right)_{relative} = 0,8 \Rightarrow \left(\bar{\varepsilon}_{yy}\right)_{cumulée} = 0,4$.

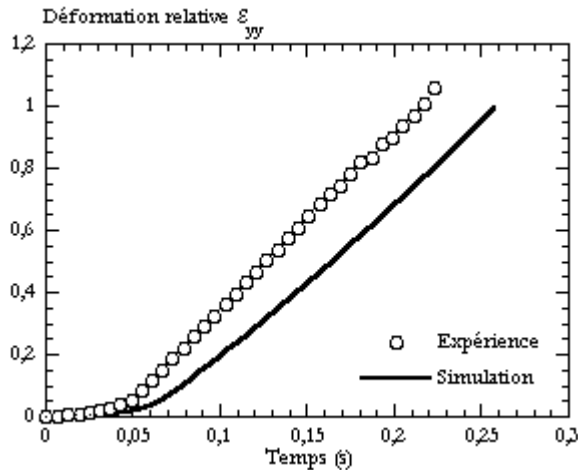


Fig. V-62 Evolution de la déformation longitudinale en point d'entaille mesurée ou issue de la simulation d'un essai de traction sur une éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

Les résultats sont légèrement moins satisfaisants pour l'entaille en V. Le champ obtenu par la simulation numérique présente une double localisation de la déformation : en point d'entaille et au niveau du raccord entre le flanc et le fond d'entaille (Fig. V-63). Ce phénomène n'est pas observé sur le champ de déformation mesuré. Il n'est pas exclu que cet écart soit lié au maillage grossier en simulation numérique mais aussi en corrélation d'image qui pourrait dans le premier cas exacerber l'importance de ce phénomène et dans l'autre interdire son repérage. Dans ce cas, la simulation sous estime d'une manière significative la déformation longitudinale en point d'entaille et par conséquent la vitesse de sollicitation (Fig. V-64).

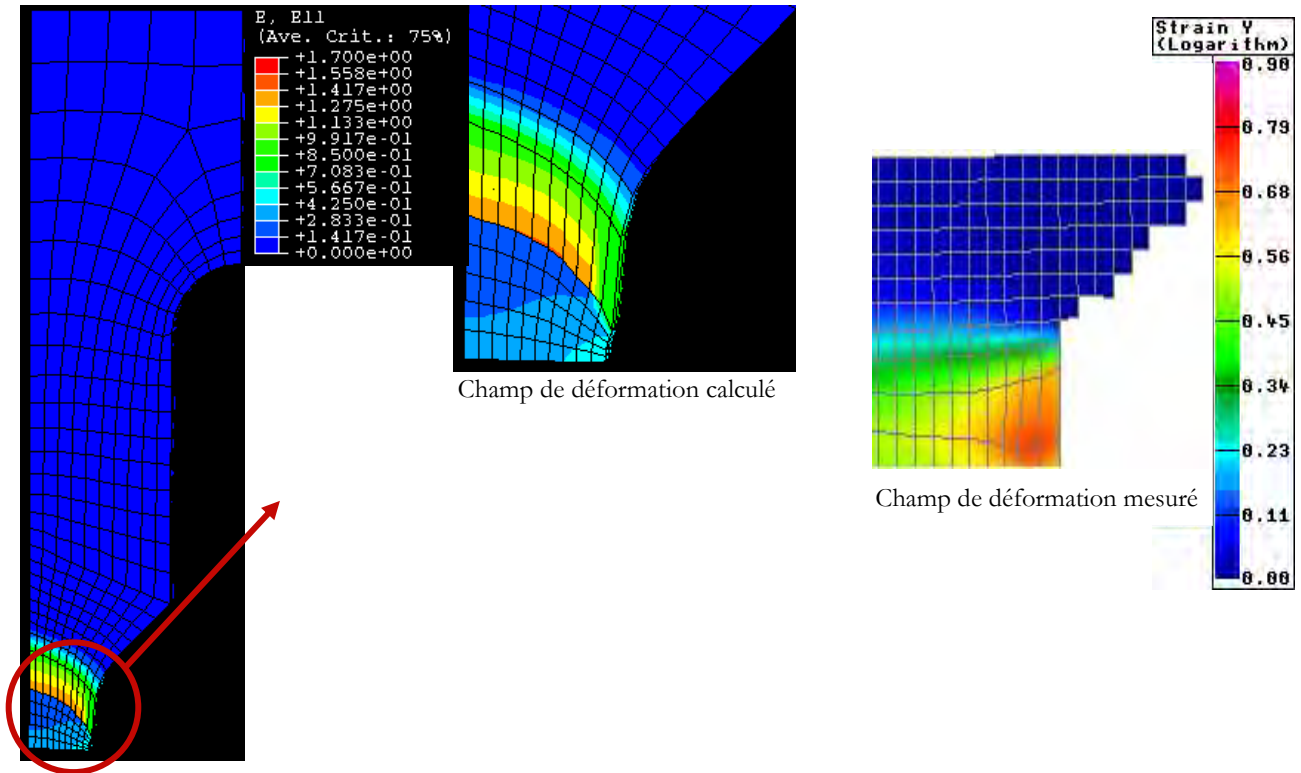


Fig. V-63 Localisation de la déformation longitudinale au cours de la simulation d’essais de traction sur éprouvettes à entaille en V du BMT222. $(\epsilon_{yy})_{relative} = 0,8 \Rightarrow (\bar{\epsilon}_{yy})_{cumulée} = 0,4$.

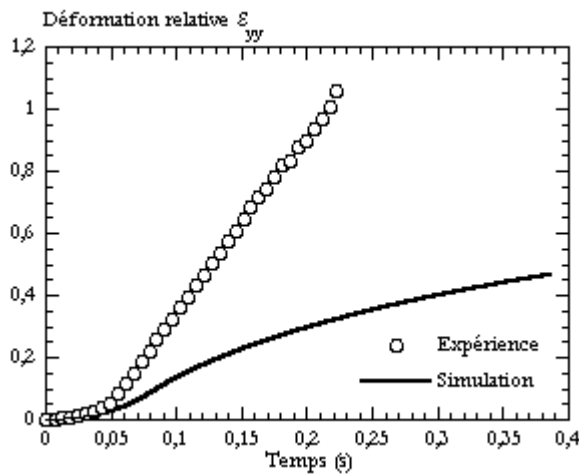


Fig. V-64 Evolution de la déformation longitudinale en point d’entaille mesurée ou issue de la simulation d’un essai de traction sur une éprouvette à entaille en V du BMT222.

Pour les deux géométries, la déformation transverse calculée est en accord avec les valeurs mesurées malgré des erreurs significatives, si l’on tient compte du fait que les valeurs atteintes restent faibles ($\leq 3\%$) (Fig. V-65 et Fig. V-67).

L’évolution de la variation de volume est quant à elle légèrement sous-évaluée (Fig. V-66 et Fig. V-68) mais reste tout à fait satisfaisante.

Les évolutions de l’endommagement sont portées aux graphes Fig. V-70 et Fig. V-72 à titre indicatif. Les valeurs expérimentales sont en réalité le résultat d’un calcul effectué avec la loi phénoménologique d’évolution de l’endommagement obtenue sur éprouvettes lisses et ne tenant pas compte des effets de localisation.

Il est plus difficile de comparer le comportement intrinsèque des matériaux, n’ayant pas accès aux valeurs expérimentales de la contrainte locale du fait de la triaxialité des contraintes en pointe d’entaille et de l’hétérogénéité transverse. Ainsi, nous discuterons à partir des contraintes moyennées sur une section, grandeur technologique.

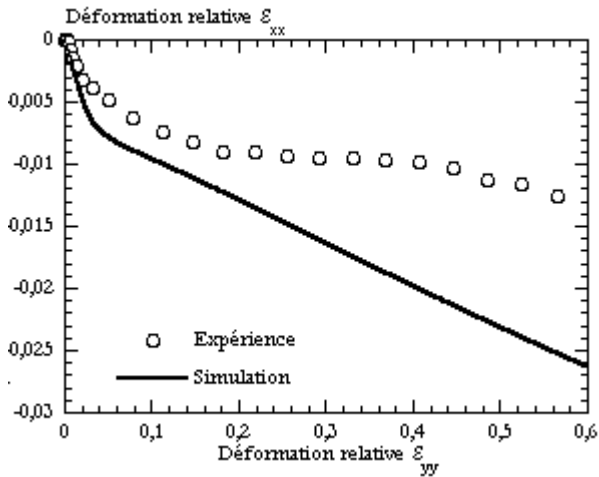


Fig. V-65 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

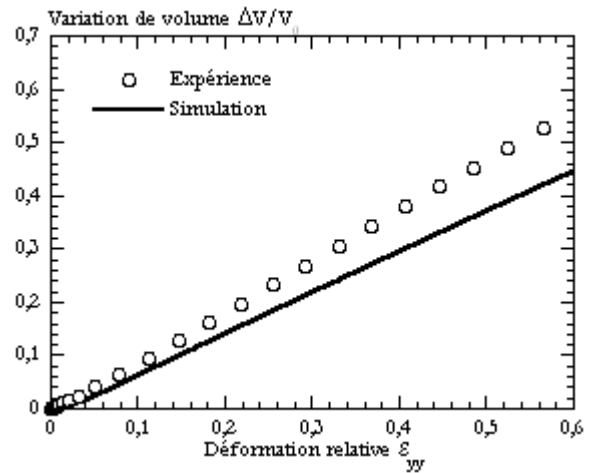


Fig. V-66 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

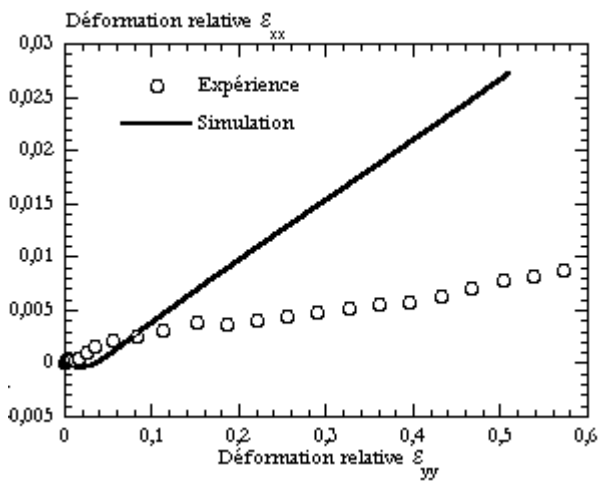


Fig. V-67 Evolution de la déformation transverse mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille en V du BMT222.

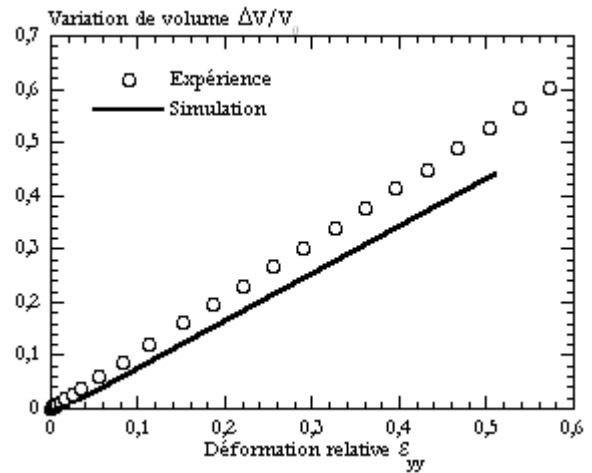


Fig. V-68 Evolution de la variation de volume mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille en V du BMT222.

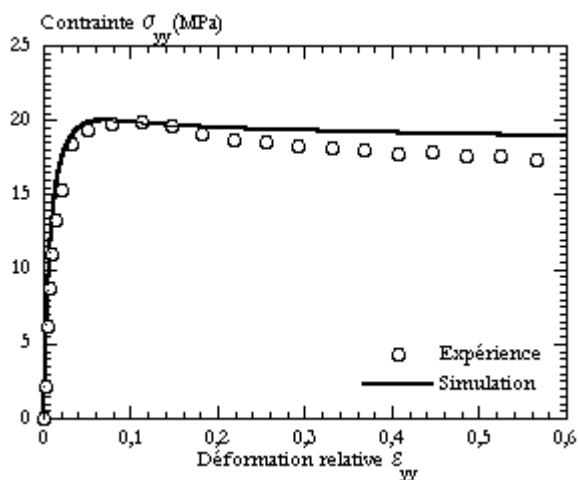


Fig. V-69 Reproduction de la contrainte moyenne en traction sur éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

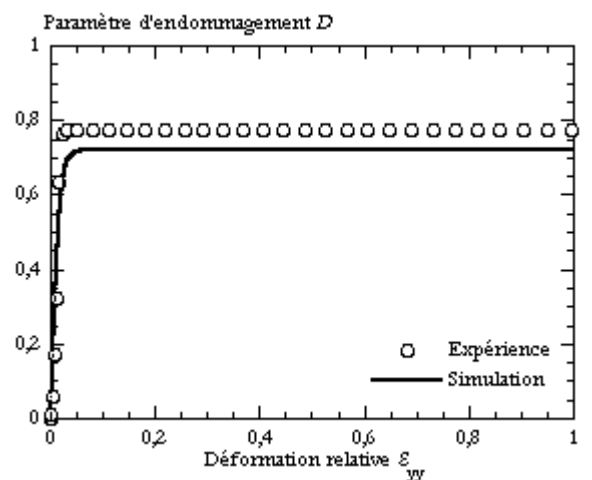


Fig. V-70 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

La reproduction de l'évolution de la contrainte moyenne est très satisfaisante pour les deux géométries d'entaille (Fig. V-69 et Fig. V-71). Par voie de conséquence, la force (Fig. V-73 et Fig. V-74) est reproduite à moins de 5 % près, c'est-à-dire dans la fourchette de l'incertitude expérimentale qui est de l'ordre de $\pm 10\%$.

Il est toutefois important de noter que l'adoucissement de la courbe expérimentale aux déplacements supérieurs à 1,5 mm est perturbé par l'apparition de fissures macroscopiques à cœur des éprouvettes (chapitre III), phénomène non reproduit par le modèle numérique.

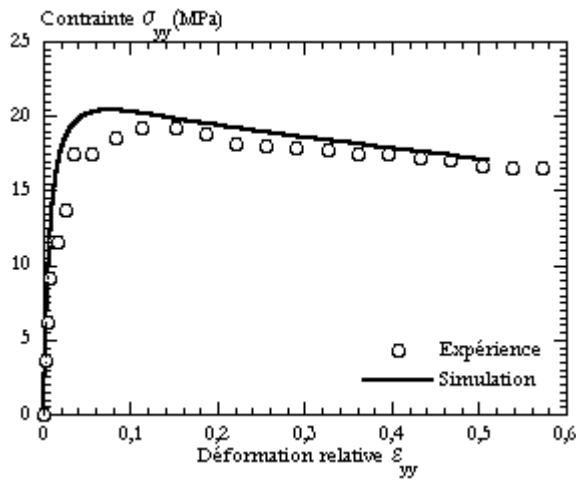


Fig. V-71 Reproduction de la contrainte moyenne en traction sur éprouvette à entaille en V du BMT222.

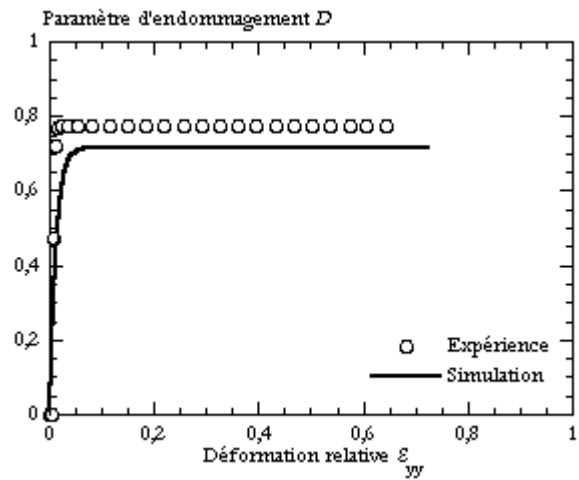


Fig. V-72 Evolution de la variable d'endommagement mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille en V du BMT222.

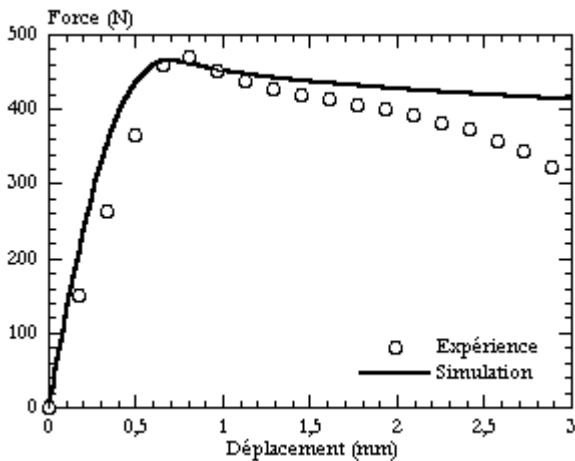


Fig. V-73 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille circulaire du BMT222.

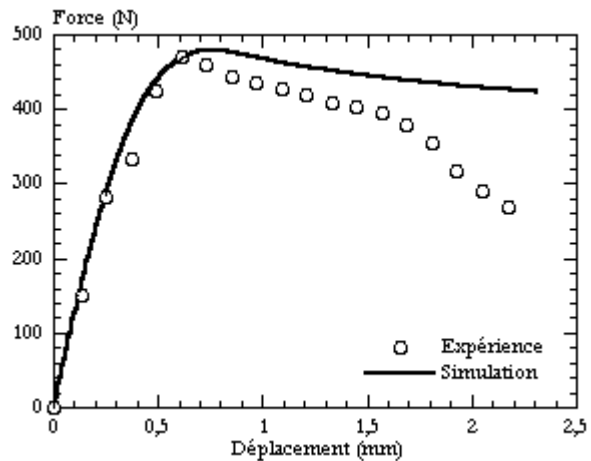


Fig. V-74 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais de traction sur éprouvette à entaille en V du BMT222.

V.5.E. CONCLUSION

Notre modèle fait intervenir des paramètres identifiables sur la base d'essais simples décomposée en traction monotone, compression et traction cyclique.

Il reproduit correctement l'ensemble de nos essais de laboratoire en terme de grandeurs globales (force, déplacement). Cet accord s'accompagne d'une représentation des grandeurs locales acceptables même dans le cas de fortes localisations. Ainsi, le modèle numérique reproduit partiellement la dissymétrie traction-compression et permet de prévoir les variations de volume observées lors de traction ainsi que les localisations de déformations en présence d'entailles.

Négliger la viscoélasticité est pénalisant lors de sollicitations non monotones, mais reste admissible dans les autres cas. Par contre, le choix d'un endommagement isotrope conduit à des erreurs significatives sur certains types de chargement du matériau non chargé. Par contre, la prise en compte d'une plasticité piézo-dépendante est globalement satisfaisante.

Pour aller plus loin dans notre validation, nous allons tenter de reproduire un essai plus complexe (de type Arcan) et réalisé sur un matériau proche de celui de notre étude mais de formulation différente. Afin de juger de l'apport dans un contexte industriel de la loi de comportement thermodynamique endommageable proposée dans ce travail, nos résultats seront comparés à ceux obtenus par la simulation des essais d'Arcan avec le logiciel PamCrash™ en employant une loi viscoplastique de type G'Sell-Jonas [6,7] à laquelle une modification du terme de durcissement a été apportée.

V.6. EXTRAPOLATION AUX ESSAIS D'ARCAN

V.6.A. PRESENTATION DES ESSAIS

Le montage Arcan est constitué de deux disques métalliques symétriques présentant chacun une série de points de fixation angulairement répartis sur leur périphérie (Fig. V-75) et qui permettent de fixer le montage sur les mors d'une machine de traction standard. C'est en changeant la position des points de fixation des disques que différentes combinaisons de chargement en traction/cisaillement peuvent être obtenues et appliquées aux éprouvettes placées au centre du montage. Les essais ont été conduits à une vitesse de traverse constante de 10 mm/min à température ambiante. Quatre angles différents ont été testés :

- 0° : correspond à une configuration de traction ;
- 90° : correspond à un chargement en cisaillement ;
- 30 et 60° : correspondent à des états de chargements combinés.

Cette campagne d'essais et les simulations avec la loi viscoplastique ont été conduites par la société Visteon sur un matériau qui n'est pas un des deux étudiés ici. Il s'agit toutefois d'un mélange voisin de notre matériau chargé, il sera désigné par BMT225. Ce polymère est un polypropylène copolymère pigmenté et chargé minéral à 20 m\% . La principale différence entre le matériau de la thèse (BMT222) et le BMT225 est que ce dernier ne contient pas de nodules d'élastomères. Ses caractéristiques générales fournies par le producteur sont très proches de celles du BMT222.



Fig. V-75 Montage expérimental des essais Arcan [19].

Plutôt que de reproduire toute la campagne de caractérisation mécanique, nous avons pris le parti d'ajuster par essais/erreurs les paramètres du BMT222 pour reproduire un essai de traction sur le BMT225 (paramètres donnés au Tableau V-7). On constatera qu'ils sont différents essentiellement dans la partie viscoplastique du modèle (Tableau V-3 et Tableau V-7). Les paramètres d'endommagement sont ceux du matériau de la thèse. Notons que les paramètres de la loi visco plastique utilisée dans PamCrash® ont aussi été ajustés sur l'essai à 0° .

Les éprouvettes ont été entièrement maillées de mailles hexaédriques à 8 nœuds d'environ 1 mm^3 (Fig. V-76). Les conditions aux limites sont celles appliquées aux éprouvettes au cours des expériences avec une tête entièrement fixe et une tête mobile à une vitesse de déplacement imposée.

Elasticité	E (MPa)	ν			
	2200	0,3			
Endommagement	Y_{th} (MPa)	Y_0 (MPa)	s	D_c	
	-	0,35	0,5	0,76	
Viscoplasticité	σ_Y (MPa)	K (MPa.s)	N	J_{1c} (MPa)	a
	13	20	4	2	0,13
Ecrouissage	Q_1 (MPa)	b_1	b_3 (MPa)	b_4 (MPa)	b_5 (MPa)
	300	100	4,6	-4,5	2

Tableau V-7 Jeu de paramètres de la loi de comportement endommageable pour le matériau BMT225.

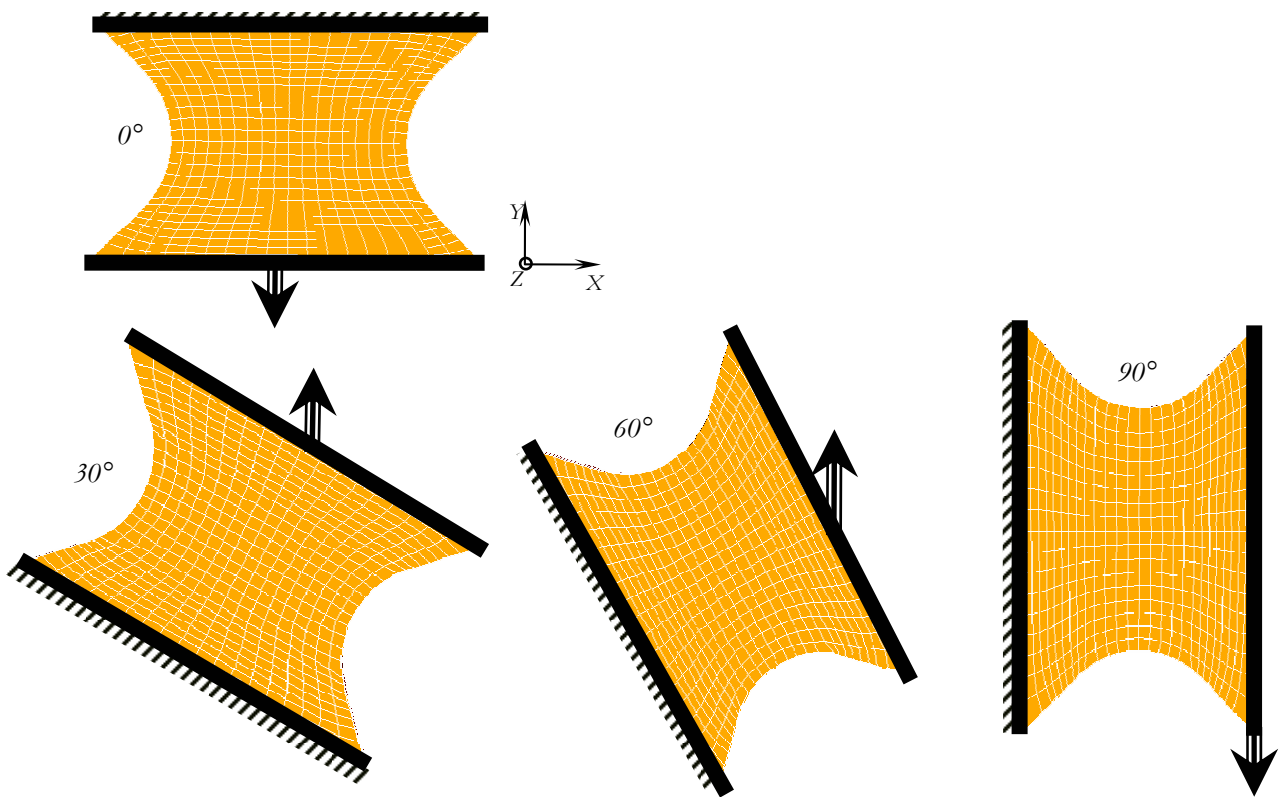


Fig. V-76 Maillage utilisé pour la simulation numérique d'essais d'Arcan.

V.6.B. VALIDATION A PARTIR DES GRANDEURS GLOBALES

Les mesures expérimentales sont comparées aux valeurs issues de la simulation numérique avec notre loi de comportement (Fig. V-77) et avec la loi viscoplastique (Fig. V-78).

Le modèle numérique que nous avons développé reproduit les valeurs expérimentales aussi bien pour un chargement en traction (0°) qu'en cisaillement (90°) et ceci jusqu'à l'apparition de l'adoucissement lié probablement à l'amorçage de fissures. Par contre, la force est surévaluée pour les chargements mixtes à 30 et 60° mais l'allure des courbes est respectée. Il convient de se rappeler que nous extrapolons des résultats d'un matériau à un autre, or les phénomènes liés notamment à la plasticité ou l'endommagement peuvent être différents du fait de l'absence des nodules d'élastomères et nécessiter un traitement différent au niveau de la loi de comportement.

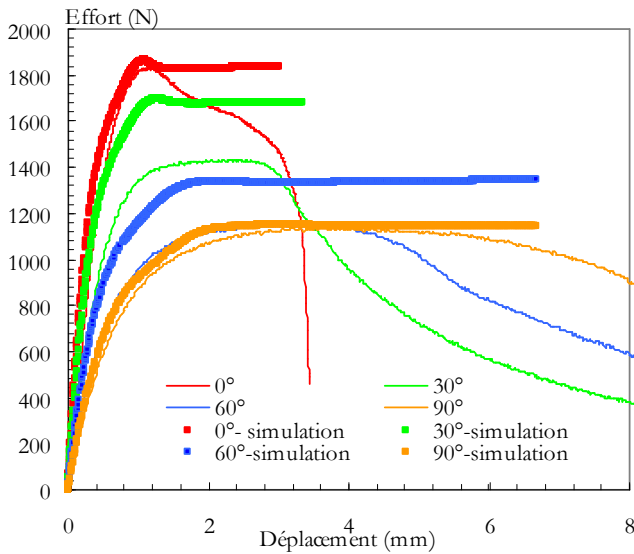


Fig. V-77 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais d'Arcan du BMT225. Simulation menée avec notre loi thermodynamique endommageable.

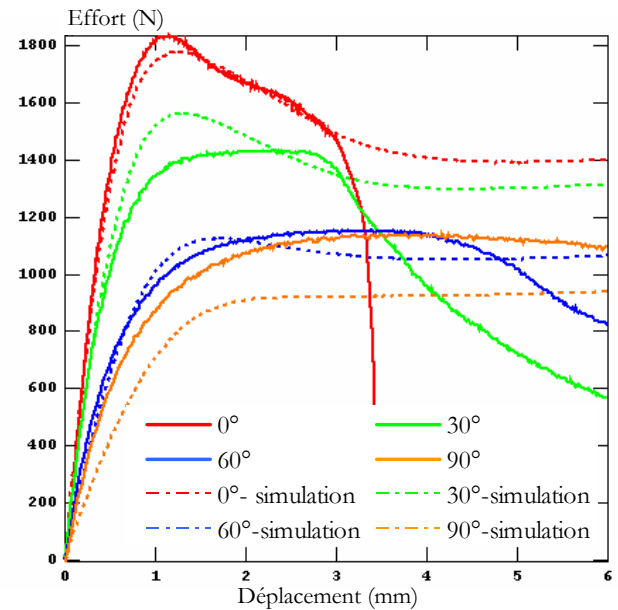


Fig. V-78 Evolution de la force mesurée ou issue de la simulation d'essais d'Arcan du BMT225. Simulation menée avec une loi viscoplastique de type G'Sell-Jonas.

La loi viscoplastique permet de reproduire le niveau de la force mais pas l'allure de la courbe force-déplacement à 30° et 60° . En effet, le calcul exacerbe l'importance du crochet et de l'adoucissement qui s'en suit. La loi viscoplastique est par contre moins efficace pour l'essai de cisaillement que la loi thermodynamique.

Il est difficile à la seule vue de ces courbes de conclure quant à une réelle meilleure modélisation d'une des deux approches. Rappelons ici que nous n'avons pas caractérisé le matériau BMT225. Peut être aurions-nous obtenu de meilleurs résultats si nous avions pu le caractériser plus complètement. L'accord sur la force avec la loi de G'Sell-Jonas ne garantit pas une bonne reproduction des contraintes et déformations. Sur ces points là, notre modèle, quoiqu' imparfait, a été validé.

L'intérêt de notre modèle apparaîtra sur l'analyse des déformées et des lieux de rupture car il tient compte des phénomènes physiques de cavitation et d'endommagement.

V.6.C. RUPTURE

A partir des champs d'iso-valeurs de différentes grandeurs intrinsèques au moment de la rupture et en comparaison au faciès de rupture des éprouvettes, nous allons nous employer à vérifier les conditions favorables à l'amorçage de la rupture. Ces comparaisons peuvent également nous renseigner sur la qualité prédictive de notre modèle des phénomènes de localisation. Notons que l'instant de la rupture est considéré comme étant celui de l'amorçage de l'adoucissement final sur les courbes force-déplacement.

Essai à 0° :

Les champs de pression hydrostatique, déformation longitudinale et contrainte de von Mises calculés soulignent une double localisation de la déformation au centre et au niveau du raccord entre le flanc et l'arrondi de l'entaille. La rupture a lieu dans la zone du ligament où deux effets se conjuguent : une concentration d'une pression hydrostatique dilatationnelle et une déformation en traction maximale (Fig. V-79), mais pas sur les lieux de contrainte de von Mises maximale.

Essai à 30° :

Nous pouvons tirer les mêmes conclusions pour les essais à 30° . En effet, la photo de l'éprouvette rompue montre que deux fissures sont amorcées de chaque côté de l'éprouvette au niveau du raccord entre le plat et

l'arrondi de l'entaille. Ces zones voient se développer une déformation élongationnelle selon un plan incliné par rapport à une ligne horizontale ainsi qu'une pression dilatante (Fig. V-80).

Essai à 60° :

Les conditions d'amorçage de la rupture formulées précédemment sont également vérifiées pour le chargement à 60° (Fig. V-81). Le champ de déformation transverse montre clairement le phénomène de localisation d'une déformation élongationnelle dans les zones d'apparition des fissures telles qu'elles sont visibles sur l'image de l'éprouvette rompue.

Essai à 90° :

Conformément à ce que nous avons relevé au cours des essais Iosipescu (chapitre III), les essais d'Arcan à 90° donnent naissance à des fissures sur les flancs d'entailles où se développent à la fois un chargement en traction et donc de l'endommagement et une pression dilatationnelle (Fig. V-82).

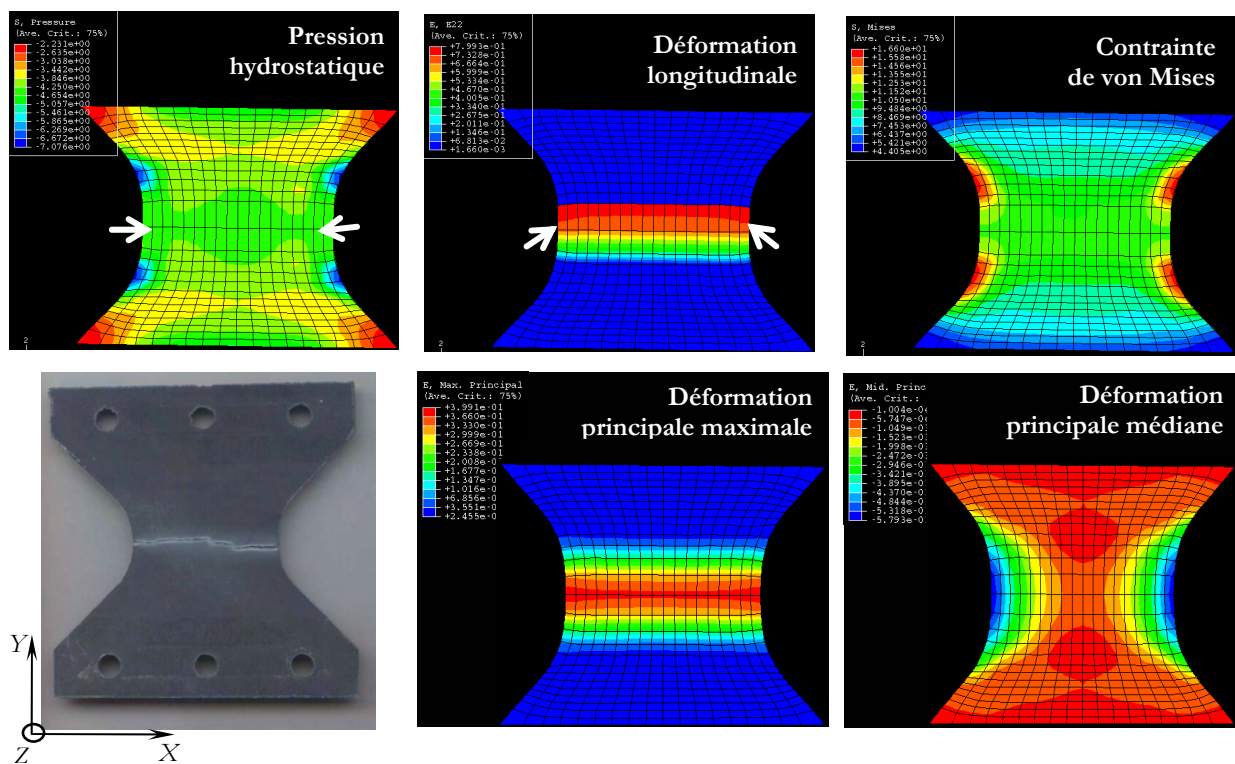


Fig. V-79 Champs d'iso-valeurs de différentes grandeurs intrinsèques à l'instant présumé précédant la rupture. Simulation d'un essai d'Arcan à 0° . Les déformations principales classées par ordre de valeurs croissantes sont désignées : minimale, médiane et maximale

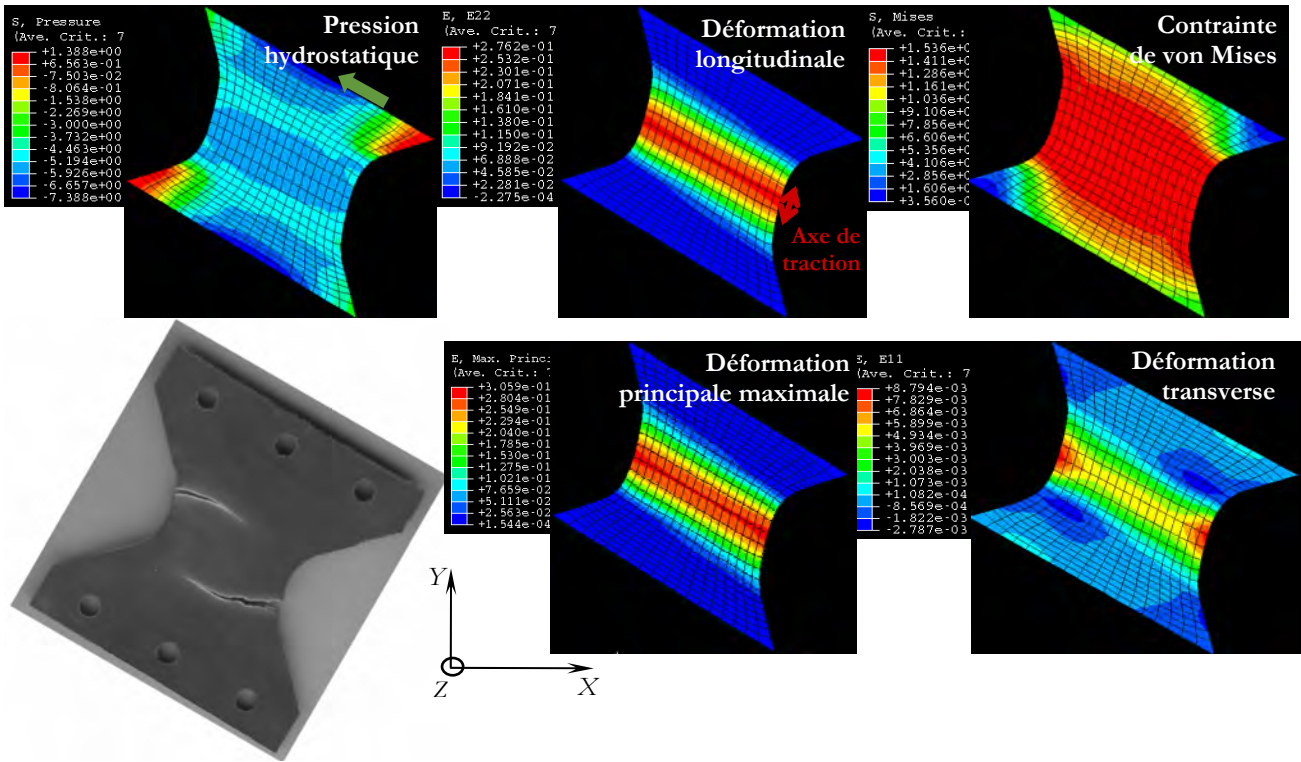


Fig. V-80 Champs d'iso-valeurs de différentes grandeurs intrinsèques à l'instant présumé précédant la rupture. Simulation d'un essai d'Arcan à 30° .

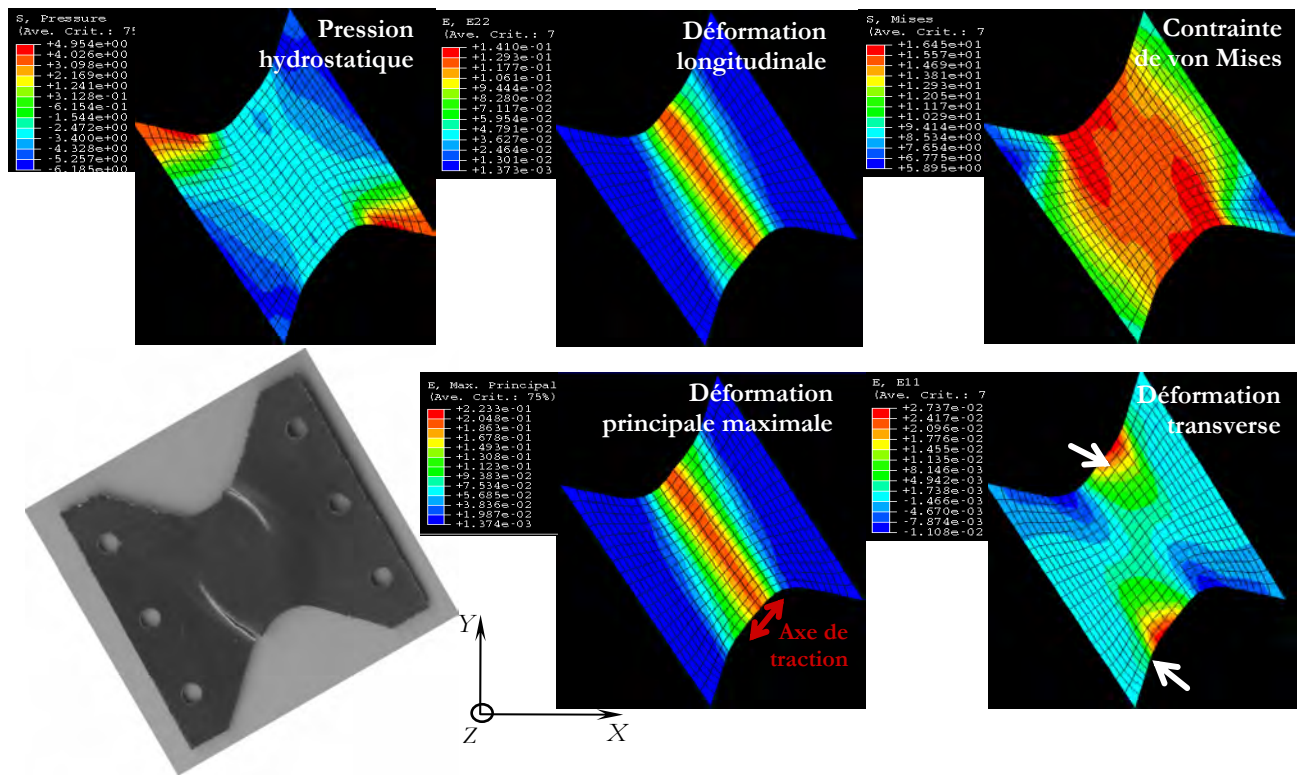


Fig. V-81 Champs d'iso-valeurs de différentes grandeurs intrinsèques à l'instant présumé précédant la rupture. Simulation d'un essai d'Arcan à 60° .

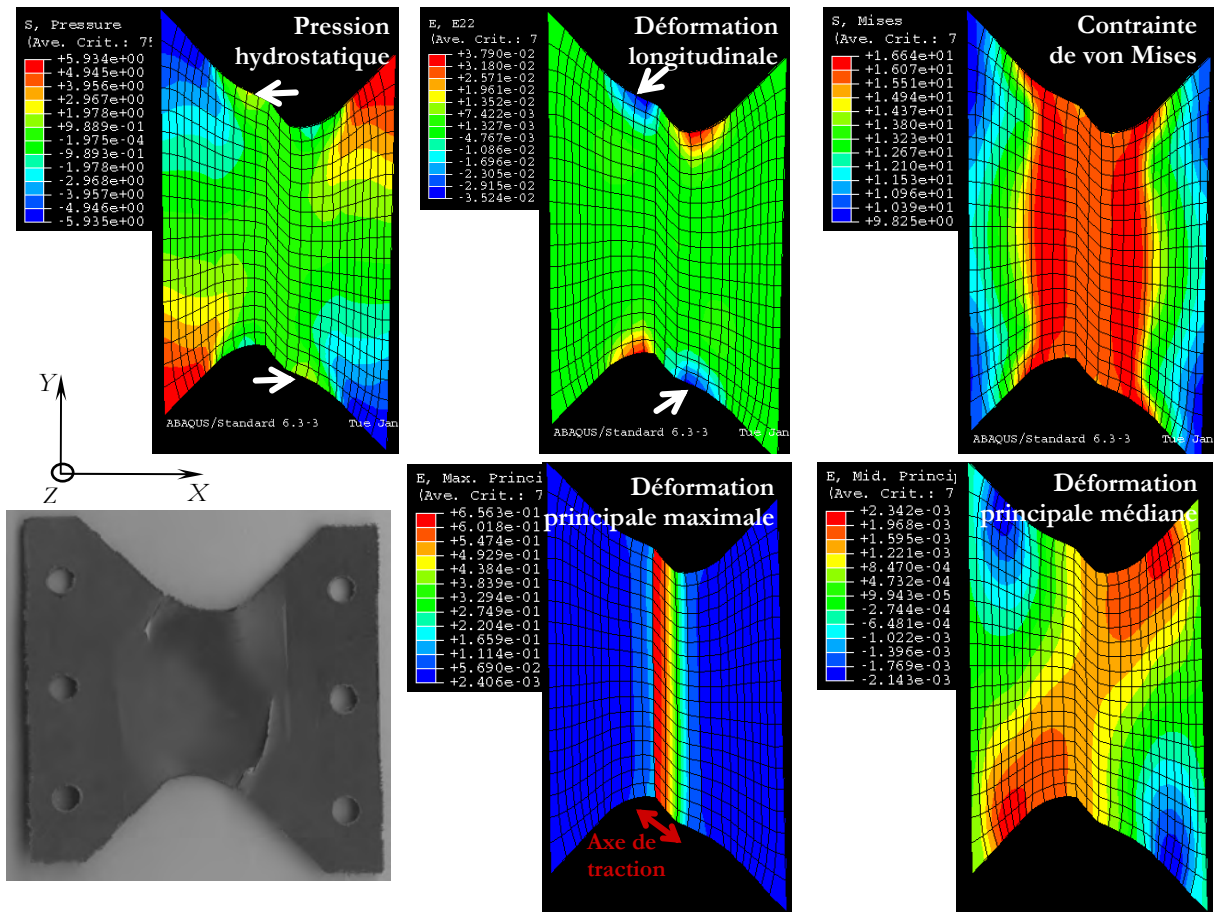


Fig. V-82 Champs d'iso-valeurs de différentes grandeurs intrinsèques à l'instant présumé précédant la rupture. Simulation d'un essai d'Arcan à 90° .

V.6.D. CONCLUSION

La comparaison de la localisation des grandeurs mécaniques caractéristiques du matériau et des images des éprouvettes rompues a permis de souligner l'amorçage des fissures dans les zones impliquant une pression hydrostatique dilatationnelle et une déformation élongationnelle maximale à l'échelle de la matière, confirmant nos mesures de laboratoire et justifiant l'effort de prise en compte des effets de pression et d'endommagement.

V.7. SYNTHÈSE

La description du comportement mécanique et de l'endommagement de polypropylènes destinés à l'industrie automobile, développée dans le cadre de cette étude, est basée sur une écriture thermodynamique.

Le modèle envisage un comportement isotrope, élastique endommageable en petites déformations, viscoplastique isotherme avec endommagement et écrouissage au-delà du seuil de plasticité.

Les hypothèses d'isotropie et d'isothermie, vérifiées à en petites déformations, sont appliquées également au cours de la phase plastique. L'erreur inhérente à l'approximation est minimisée dans le cas de l'hypothèse d'isothermie par la restriction de la démarche d'identification et de validation en traction aux données corrigées des effets de l'autoéchauffement. Dans les autres cas, ces hypothèses impliquent quelques réserves et constituent une des limites de notre loi de comportement.

Un modèle d'élasticité linéaire est adopté à petites déformations. Il est acceptable pour les chargements monotones comme l'a souligné l'analyse dynamique mécanique.

La prise en compte de l'endommagement est possible en faisant intervenir une variable interne scalaire dans la formulation de la loi de comportement. La loi d'évolution de cette variable est une extrapolation du modèle phénoménologique exposé au chapitre III et issu de nos mesures.

Le potentiel viscoplastique est une puissance du critère de plasticité. Ce dernier fait intervenir les deux premiers invariants du tenseur des contraintes et autorise donc de prendre en compte une sensibilité à la pression hydrostatique. La forme de ce critère est elliptique dans l'espace plan des invariants. Le centre de l'ellipse peut être déplacé de sorte à prendre en compte une dissymétrie traction/compression.

Le potentiel d'écrouissage a été formulé afin d'ajuster la force d'écrouissage à la forme générale des courbes contraintes-déformation.

Notre modèle fait intervenir 12 paramètres identifiables sur la base d'essais décomposée en traction monotone, compression et traction cyclique. Un seul jeu de paramètres a été identifié pour chacun des matériaux. Nous avons mené cette démarche jusqu'au stade de la validation numérique via une implémentation dans ABAQUS.

Le modèle numérique reproduit correctement les grandeurs globales (force, déplacement) au cours des essais de laboratoire. Nous avons noté également une bonne représentation des grandeurs locales même dans le cas de fortes localisations. Ainsi, le modèle numérique reproduit la dissymétrie traction - compression et permet de prévoir les variations de volume observées sous chargement en traction ainsi que les localisations de déformations en présence d'entailles.

La modélisation de sollicitation non monotone de traction a montré les limites de l'hypothèse d'élasticité linéaire et pose une prise en compte de la viscoélasticité de nos matériaux comme une perspective sur laquelle il faudra s'attarder.

L'hypothèse d'un endommagement isotrope a conduit à des erreurs significatives, principalement lors de simulations de cisaillement et compression du matériau non chargé en surestimant l'influence des processus cavitationnels.

Afin de juger de l'apport dans un contexte industriel de la loi de comportement thermodynamique endommageable proposée dans ce travail, nous avons comparé les résultats de simulation numérique d'un essai plus complexe (de type Arcan) à ceux obtenus par logiciel PamCrashTM en employant une loi viscoplastique de type G'Sell-Jonas. Le matériau objet de cette campagne est proche de ceux de l'étude. Les simulations sont conduites sans caractérisation complète du matériau ni identification directe, les paramètres étant ajustés par une méthode essai/erreur. L'allure des courbes et les niveaux de force sont tout de même reproduits avec une bonne adéquation pour les chargements simples de traction et de cisaillement. A contrario, la loi viscoplastique échoue à prédire le comportement en cisaillement du matériau. L'écart enregistré entre notre modèle numérique et la mesure expérimentale pour les chargements combinés peut être diminué par une meilleure identification des paramètres de la loi de comportement basée sur une caractérisation rhéologique complète du matériau.

Références bibliographiques du chapitre V

- [1] Lemaitre J., Chaboche J.L. ; "*Mécanique des matériaux solides*", Greco – Dunod, Paris, 2^{ème} édition, 2001.
- [2] Lemaitre J. ; "*A course on damage mechanics*", Springer-Verlag, Berlin, 1^{ère} édition, 1992.
- [3] Salençon J. ; "*Mécanique des milieux continus. Tome I : Concepts généraux*", Editions de l'école polytechnique, 2001.
- [4] Germain P., Muller P. ; "*Introduction à la mécanique des matériaux solides*", Masson, Paris, 2^{ème} édition, 1995.
- [5] Tillier Y. ; "*Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides ; applications aux sollicitations multiaxiales et rapides*", Thèse de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris, 1998.
- [6] G'Sell C., Jonas J.J. ; J. Mat. Sci. **14** (1979) 583-591.
- [7] G'Sell C. ; Rev. Phys. Appl. **23** (1988) 1085-1101.
- [8] Sternstein S.S., Ongchin L; American Chemistry Society Polymers **10** (1969) 1117-1124.
- [9] Drucker D.C., Prager W.; Quat. Appl. Meth **10-2** (1952) 157-165.
- [10] Schmit F. ; "*Approches mécaniques globale et locale de la rupture de polycarbonate*", Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris, 1989.
- [11] Renon N. ; "*Simulation numérique par éléments finis des grandes déformations des sols. Application à la Scarification*", Thèse de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris, 2002.
- [12] Raghava R., Caddel R.M., Yeh G.S.Y. ; J. Mat. Sci. **8** (1973) 225-232.
- [13] Ehlers W. ; Arch. Appl. Mech **65** (1995) 246-259.
- [14] Aubertin M., Li L.; International Journal of Plasticity **20** (2004) 2179-2208.
- [15] Kim Y., Kang S.; Polymer Testing **22** (2003) 197-202.
- [16] Lyon R. E. ; Polymer engineering and Science **26** (1989) 769-772.
- [17] Gurson A.L. ; Journal of Engineering Materials ans Technology **January** (1977) 1-15.
- [18] Burr A. ; Communication interne, Centre de mise en forme des matériaux, Ecole des mines de Paris.
- [19] Croix P. ; "*Endommagement et rupture des métaux anisotropes pour la dynamique de le crash de véhicules*", Thèse de Doctorat de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, 2002.

CONCLUSIONS &PERSPECTIVES

L'objectif de l'étude que nous venons de présenter a été de proposer une caractérisation mécanique complète de polypropylènes destinés à la mise en œuvre d'éléments de l'intérieur automobile. Nous nous sommes également intéressés à l'élaboration d'un modèle apte à décrire le comportement de cette classe de matériaux. Le volet numérique est alors une exploration du potentiel d'une loi de comportement endommageable, basée sur une approche thermodynamique peu employée dans les codes de calcul usuels.

L'application à laquelle nos matériaux sont destinés exige des propriétés spécifiques en conditions de choc. L'étude du comportement en impact multiaxial de plaques planes et d'une pièce jugée représentative des éléments de l'habitacle (de part sa géométrie) nous a permis de cerner la complexité et les vitesses de sollicitations à reproduire. Ainsi, même si le matériau composant la structure reste majoritairement dans sa zone élastique, il peut localement subir de fortes déformations plastiques à grandes vitesses (60 s^{-1} dans notre cas). Nos essais ont été donc menés jusqu'à plasticité et sur une large gamme de vitesse et de température (au-dessus de l'ambiante). La complexité de la sollicitation nous a, de plus, orienté vers une exploration de tous les chargements simples pour ne négliger aucune contribution mécanique à la tenue en impact.

Nous avons mis en place une méthodologie expérimentale originale et performante, adaptée aux basses et aux hautes vitesses de sollicitation. Le recours aux techniques photomécaniques de mesure de champs couplées à une acquisition vidéo adaptée a permis d'atteindre ce premier objectif. Nous avons alors pu relever sans ambiguïté les particularités physiques de nos polymères, déterminantes pour une simulation physiquement motivée de leur comportement. Des essais de traction uniaxiale, monotones et cyclées, de compression et de cisaillement ont alors été entrepris jusqu'à rupture.

Aux faibles déformations, nous avons constaté que le comportement de nos matériaux est viscoélastique, même si la contribution de la partie visqueuse reste limitée. De plus, une thermodépendance importante des propriétés élastiques de nos polypropylènes a été mise en évidence.

Les contraintes au seuil de plasticité démontrent que la sensibilité à la vitesse de déformation s'accompagne d'une dilatation des frontières de l'écoulement. Le comportement de nos matériaux est sensiblement différent entre un chargement en traction ou en compression. Cette dissymétrie se traduit par une valeur absolue de la contrainte hydrostatique au seuil plus élevée en compression qu'en traction pour une vitesse de sollicitation donnée.

L'utilisation d'un pyromètre infrarouge et d'une caméra thermographique couplés aux essais de traction nous a permis d'appréhender les phénomènes thermiques associés à la déformation de nos polymères. Ainsi, nous avons souligné l'existence d'un phénomène de refroidissement suivi d'une dissipation thermique dans la zone de localisation de la déformation. Les valeurs d'échauffement atteintes sont significatives. La correction apportée à la contrainte pour compenser l'effet de l'autoéchauffement, selon un modèle d'Arrhenius adiabatique, est notable, attestant de l'importance d'un couplage thermomécanique. L'exploitation des courbes de comportement intrinsèque souligne, de plus, une compétition entre les phénomènes de durcissement structural et d'adoucissement d'origine thermique.

La cavitation apparaît comme le processus pilotant l'endommagement de nos polypropylènes en traction. Un phénomène de même nature a été révélé en cisaillement au sein du matériau chargé et a été relié à la présence de charges qui modifient localement les conditions de chargement. Cette cavitation, mise en évidence par analyse fractographique et observation de coupes des matériaux, a été quantifiée par le calcul de la variation de volume au cours des essais de traction grâce à la mesure des trois déformations. Il est désormais avéré qu'une augmentation de volume importante a lieu et est de l'ordre de 200% à la fin de l'essai pour chacun de nos polypropylènes.

Afin de suivre le développement des phénomènes cavitationnels dans nos matériaux, une variable d'endommagement macroscopique a été définie et mesurée grâce au suivi de l'évolution des propriétés élastiques

au cours des boucles de charges-décharges d'essais de traction cyclique. Une loi d'évolution phénoménologique de la variable d'endommagement a été proposée. Nous avons montré que cette description est apte à reproduire la cinétique d'endommagement de chacun des polypropylènes qui est notable : perte de module d'un facteur 5 à 6 sur les premiers pourcents de déformation.

L'existence de processus cavitationnels est susceptible d'être la trace d'une sensibilité à la pression hydrostatique au sein de nos matériaux. Nous avons étudié ce point à travers les résultats des essais de traction et de cisaillement sur éprouvettes entaillées. Nous avons établi l'existence de fortes hétérogénéités de déformation au sein de nos matériaux en pointes d'entailles, qui s'accroissent avec l'état de triaxialité des contraintes, et donc avec la pression hydrostatique.

La rupture de nos matériaux est amorcée dans les zones impliquant une sollicitation favorisant les processus de cavitation. Ce résultat légitime l'analyse des grandeurs locales mesurées en traction afin d'en déduire un critère de rupture. Il a été démontré que les contraintes et variations de volume à la rupture suivent une loi statistique de type Weibull. Il est donc possible de prédire le risque encouru durant une sollicitation en déterminant la probabilité de rupture. Un critère est proposé s'appuyant soit sur la plus grande contrainte principale, soit sur la variation de volume. La généralisation de ce critère aux sollicitations complexes suppose le recours au calcul numérique des grandeurs qu'il implique.

Les caractéristiques du comportement des deux polypropylènes nous ont amené à proposer une loi de comportement basée sur la thermodynamique des processus irréversibles. Le choix des variables internes ainsi que les expressions des énergies découle de nos observations phénoménologiques. Ainsi, le comportement de nos polymères est approché avec une loi de comportement élastique linéaire endommageable à faibles déformations, et viscoplastique écrouissable et endommageable en grandes déformations. L'identification des paramètres de la loi de comportement nécessite des essais relativement simples à mettre en œuvre : traction uniaxiale, traction cyclique à décharges partielles et des essais de compression.

Malgré les réserves inhérentes à l'utilisation d'hypothèses simplificatrices (isotropie, élasticité...), les modélisations proposées ont permis d'éprouver l'apport de cette approche. La simulation numérique de différents cas de chargement simple et complexe autorise une reproduction satisfaisante des chemins de déformation, de la sensibilité à la vitesse de sollicitation, de l'allure et du niveau des contraintes, de la variation de volume ainsi que de la force globale. La prédiction du comportement du matériau chargé est plus conforme aux observations expérimentales que son homologue non chargé. En effet, l'hypothèse d'isotropie de l'endommagement engendre des erreurs importantes dans les simulations des essais de compression et de cisaillement du matériau non chargé. Ce résultat tient au développement de mécanismes d'endommagement dans le matériau chargé pour les chargements de cisaillement et de compression, en plus de la traction, contrairement au polypropylène non chargé.

Il est clair à l'issue de ce travail que la modélisation du comportement des polymères nécessite un effort expérimental pour se débarrasser des hypothèses certes usuelles mais non justifiées et pouvant masquer la réalité des phénomènes mis en jeu. Or, une réflexion sur les processus de déformation permet de guider le choix d'une approche théorique adéquate. Le formalisme thermodynamique offre alors un cadre ouvert à la prise en compte phénoménologique de nos observations physiques. Notre approche, qui s'inscrit dans ce schéma, est certes imparfaite mais nous connaissons les hypothèses posées et avons pu en estimer l'impact.

Les perspectives apparaissent donc évidentes. L'implémentation du critère de rupture proposé dans la simulation numérique du comportement de nos matériaux, permettrait de tester sa portée prédictive pour les chargements de cisaillement et complexe.

La prise en compte d'un endommagement anisotrope s'impose comme une perspective immédiate à notre étude et pourrait contribuer à l'amélioration de la qualité de la prédiction du comportement de nos polymères. Le formalisme de la loi de comportement pourrait également être amélioré par une meilleure prise en compte des

couplages thermomécaniques. Cet effort est pleinement justifié par la perspective d'étendre l'identification des paramètres de la loi de comportement aux hautes vitesses de sollicitation. Enfin, la prise en compte des effets viscoélastiques à faible déformation devrait améliorer le modèle et la qualité de la reproduction des chargements non monotones.

Il serait également intéressant d'envisager une caractérisation plus fine des phénomènes d'endommagement accompagnant la déformation de nos polymères. Cet effort expérimental pourrait faire la lumière sur la nature des micro-mécanismes conduisant à la cavitation et les différences entre les deux polypropylènes à cette échelle d'investigation. Ces renseignements permettraient d'affiner la prise en compte de l'endommagement dans le modèle numérique. Cette caractérisation pourrait également porter sur l'anisotropie initiale de l'endommagement et son évolution au cours du chargement et pourrait ainsi fournir des modèles d'orientation des cavités à reproduire en modélisation numérique.

Annexe I :

Influence de la géométrie des éprouvettes
de cisaillement Iosipescu

L'angle d'ouverture de l'entaille contrôle l'homogénéité transverse des champs de déformation qui est d'autant meilleure que l'angle est grand et l'étendue de zone cisailée qui plus grande quand l'entaille est plus ouverte (Fig. A-I. 1).

Par contre, la zone de déformation en traction, observée sur les flancs d'entaille, se résorbe à faible angle d'entaille (Fig. A-I.2). Il paraît donc que plus l'angle d'entaille est faible, plus la déformation en cisaillement est localisée et plus elle est pure.

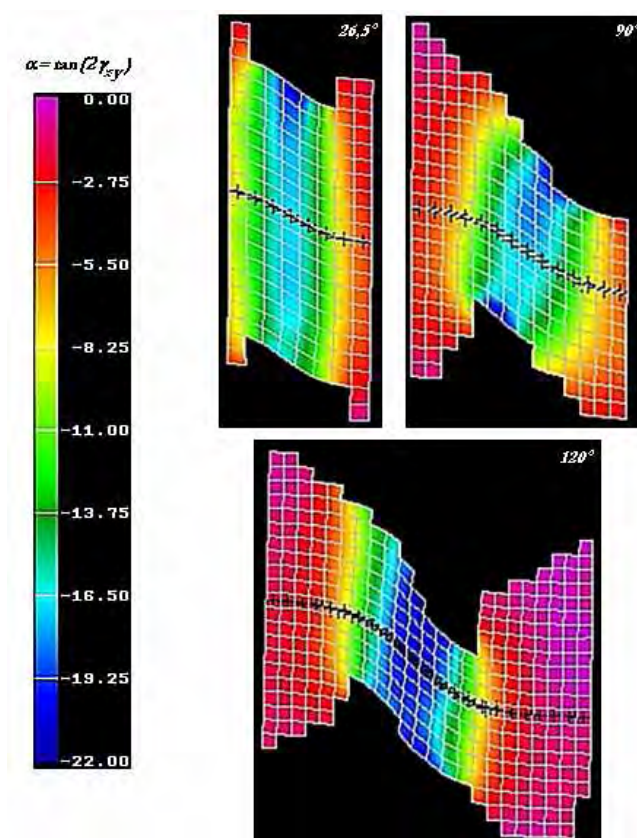


Fig. A-I. 1 Cartographie de l'angle de cisaillement au cours d'essais Iosipescu à 1 mm/s. Matériau BMT222. $\beta = 26,5^\circ ; 90^\circ$ ou 120° .

En parallèle, plus l'angle d'entaille est sévère plus le niveau de contraintes est élevé (Fig. A-I.3). L'effet, bien que significatif reste faible. L'éprouvette ayant un angle d'ouverture d'entaille de 90° semble un bon compromis entre la localisation du cisaillement et le développement de perturbations du champ de contraintes. En effet, il n'est pas exclu que des effets de triaxialité des contraintes puissent apparaître à faible angle d'entaille comme nous l'avons souligné précédemment (chapitre III). C'est donc des éprouvettes avec un angle de 90° que nous utiliserons préférentiellement.

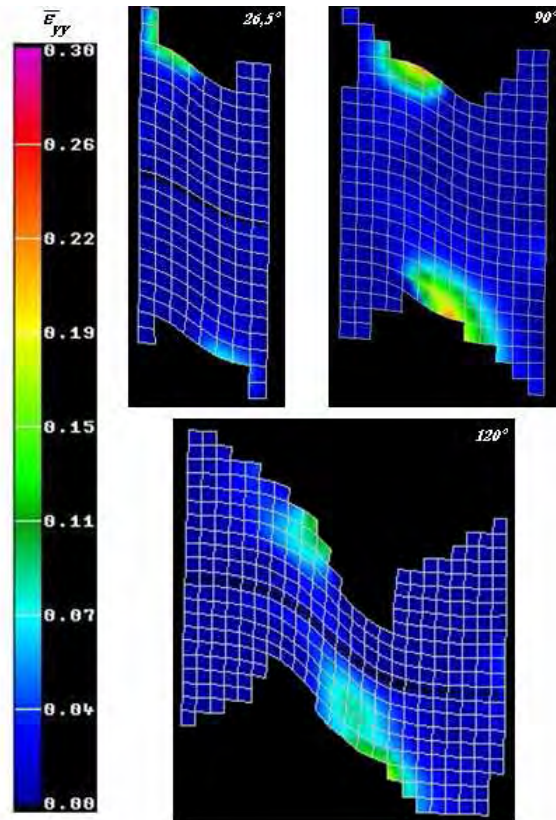


Fig. A-I.2 Cartographie de la déformation longitudinale au cours d'essais Iosipescu à 1 mm/s . Matériau BMT222. $\beta = 26,5^\circ ; 90^\circ \text{ ou } 120^\circ$.

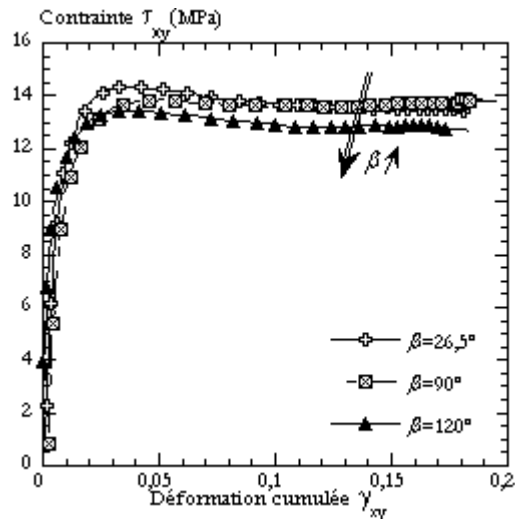


Fig. A-I.3 Réponse du polypropylène BMT222 au chargement en cisaillement Iosipescu à $0,5 \text{ s}^{-1}$. Influence de la géométrie d'entaille. Sollicitation parallèle (sens longitudinal) à la direction d'injection.

Résumé

Les exigences sécuritaires dans le domaine automobile incitent à une connaissance toujours plus approfondie du comportement et de la rupture des polymères utilisés en tant que pièces de structure de l'habitacle. Nous étudions deux polypropylènes couramment utilisés dans ce domaine dans le but de dégager les processus physiques responsables de leur tenue mécanique en vue de la construction d'une loi de comportement pertinente. La caractérisation mécanique de la réponse de ces polymères sous divers types de sollicitations simples et complexes s'appuie sur une méthodologie expérimentale originale et performante alliant des techniques de mesure de champs de déformations et de température.

Le comportement des deux polypropylènes en grandes déformations implique plusieurs processus dissipatifs. Un phénomène d'autoéchauffement a ainsi été mis en évidence. Ses conséquences sur les propriétés mécaniques des matériaux sont significatives. Nous avons également observé le développement d'un endommagement se manifestant par la nucléation et la croissance de cavités. Une variable scalaire lui a été associée et mesurée au cours d'un chargement cyclique. L'analyse de ces résultats permet de souligner que la plasticité nos polymères implique une dépendance à la vitesse des propriétés mécaniques ainsi qu'une sensibilité à la pression hydrostatique.

L'ensemble de ces observations permet de poser les bases d'une modélisation thermodynamique du comportement et de l'endommagement de cette classe de polymères. L'apport de cette approche a été démontré par la confrontation des résultats expérimentaux à la simulation numérique de la réponse de nos matériaux sous différents modes de chargement.

Mots clés :

Endommagement, rupture, polypropylène, comportement mécanique, essais mécaniques, mesure de champs de déformation

Abstract

Engineering plastics are used in a variety of applications such as automotive systems. Among the materials used today for these applications, polypropylene is one of the most attractive. Knowledge of the behaviour of such material is then of prime importance when designing polymer-components.

One important mechanism, which can lead to plastic deformation, is shear banding often associated with simplistic assumption of isochoric deformation. However several damage processes such as voiding or crazing can play a significant role in the deformation of polymers. Recently experimental evidence has proved the important role of non-cohesive mechanisms in the deformation of semicrystalline polymers and blends, making it necessary to revisit usual experimental protocols.

In this study a commercial polypropylene compounds were analysed over a wide range of strain rate in tension. Hourglass shaped specimens were machined out from 3 mm-thick injection-moulded plates. The strain and stress were deduced from local 3D-measurement in the smallest section. This geometry included a small rectilinear zone aiming at localising the deformation in the zone where all the parameters were determined while the triaxial effects, which could result from a small radius of curvature, were limited. A high-speed video camera combined with image analysis and image correlation systems made it possible measuring the 3D-strain field as a function of time. Experiments were run at room temperature but the temperature of the sample was measured using a high sampling rate infrared pyrometer. Resulting from the measurement of the three components of strain, the volume change during tensile test can be calculated. It could be concluded that dilatation phenomenon was significant even for low strains and that volume change mechanism was not sensitive to strain rate. As a consequence isochoric assumption appeared to be totally invalid. In order to reveal the mechanisms of plastic damage, series of observations using a scanning electron microscope were performed on transversal surfaces of samples at different strain levels. Nucleation of voids took place in the early stage of deformation. As the strain increased the number and size of voids increased significantly.

In parallel, tension with partial unloadings allowed to quantify damaging through the decrease of elastic modulus. Compression and shearing were also characterised.

Finally a constitutive model including damaging, volume change and strain rate effects can be proposed and was first validated using ABAQUS Code.

Key words :

Constitutive equation, Continuum Mechanics, Damage, semicrystalline polymers, volume change, strain field measurement, viscoplasticity, strain-hardening.