



**HAL**  
open science

# Fatigue de matériaux hétérogènes et à gradients induits par le procédé ou l'environnement : Caractérisation rapide et dimensionnement des élastomères et thermoplastiques chargés

Yann Marco

## ► To cite this version:

Yann Marco. Fatigue de matériaux hétérogènes et à gradients induits par le procédé ou l'environnement : Caractérisation rapide et dimensionnement des élastomères et thermoplastiques chargés. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2012. tel-00852582

**HAL Id: tel-00852582**

**<https://theses.hal.science/tel-00852582>**

Submitted on 21 Aug 2013

**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.



---

**Fatigue de matériaux  
hétérogènes et à gradients  
induits par le procédé ou  
l'environnement :**

**Caractérisation rapide et  
dimensionnement des  
élastomères et  
thermoplastiques chargés**

---

**Yann MARCO**

**Habilitation à Diriger les Recherches**

---

Soutenue le 3 Décembre 2012  
devant le jury composé de :

J-C. Grandidier	(rapporteur)
L. Laiarinandrasana	(rapporteur)
P. Pilvin	(rapporteur)
R. Billardon	(examineur)
S. Calloch	(examineur)
S. Castagnet	(examinatrice)
B. Nsom	(examineur)
A. Poitou	(examineur)

[Yann.Marco@ensta-bretagne.fr](mailto:Yann.Marco@ensta-bretagne.fr)



# Préambule

Avant de vous proposer de « déambuler » au fil de ce manuscrit, je souhaite donner quelques éléments sur mes choix de rédaction en termes de thématiques et de format.

Mon parcours professionnel se compose de trois étapes majeures, qui sont ma thèse de doctorat au sein du LMT-Cachan, 18 mois en tant que professeur agrégé à l'IUT Science et Génie des Matériaux de Saint-Brieuc et enfin mon poste actuel de Maître de Conférences. Les deux premiers volets ont été complémentaires et très formateurs tant humainement que scientifiquement et les compétences acquises m'ont permis de développer des travaux de recherche personnels depuis mon arrivée en février 2005 à l'ENSIETA (désormais ENSTA Bretagne), au sein du laboratoire MSN (désormais LBMS). Je me focaliserai dans ce manuscrit sur ces activités de recherche, sans aborder celles développées en thèse.

Un manuscrit d'habilitation à diriger les recherches peut prendre des formats très divers : seconde thèse de doctorat, compilation de publications, document de synthèse mêlant état de l'art et contributions personnelles, ... Je me suis ici avant tout posé la question de la vocation de ce document. Il sert bien sûr à la validation par des pairs des compétences scientifiques et d'encadrement, mais c'est aussi avant tout l'occasion de prendre un peu de temps pour discuter autour d'une problématique et un temps de pause (toute relative !) pour prendre un peu de recul sur ses propres activités. C'est également un panorama des activités à destination des collègues de la communauté pour faciliter les discussions et les collaborations futures. Dans cette optique, j'ai cherché à proposer plusieurs niveaux de lecture, avec une vision globale des activités, démarches et outils, et des présentations plus détaillées, basées sur les articles publiés. Enfin, la question se pose de plus en plus souvent aujourd'hui de la langue de rédaction. Le choix d'une rédaction basée sur les articles permet, à mon sens, un compromis intéressant. Les articles choisis permettent de s'adresser aux collègues non-francophones, mais il me paraît également essentiel de continuer à rédiger des documents scientifiques et techniques en Français, pour l'enseignement comme pour la recherche. C'est donc le choix qui est fait pour l'ossature de ce document.

Le manuscrit se compose, de manière assez classique :

- d'un curriculum vitæ détaillé décrivant mon parcours et les grandes lignes de mes activités d'enseignement, d'encadrement et de recherche.
- d'un document scientifique qui synthétise mes activités de recherche. Cette partie se base sur différentes publications, en les intégrant dans un schéma d'étude global.

Bonne lecture !

*Remarque : dans la version PDF disponible en ligne, les articles ne sont pas joints pour des considérations de droits d'édition. Me contacter si vous êtes intéressés.*



# Résumé

La première partie de ce document décrit mon parcours professionnel, la seconde synthétise les activités de recherche menées depuis 2005. Ces activités de recherche portent sur l'étude du comportement des matériaux et sur la caractérisation des interactions « Produit – Procédé – Environnement - Matériau ». Lors de la mise en œuvre ou de l'utilisation d'un produit, des couplages apparaissent entre les sollicitations (thermomécaniques ou d'environnement) et la microstructure, qui influencent fortement la réponse immédiate ou à long terme du matériau et donc de la structure. L'objectif est de pouvoir caractériser ces couplages et de proposer et valider des lois de comportement et des critères de ruine, y compris pour des sollicitations complexes ou de fatigue. L'accent est mis en particulier sur l'accélération des démarches de caractérisation, qu'il s'agisse de fatigue ou d'effets d'environnement. Ces démarches s'appliquent de manière moyenne sur le volume considéré mais permettent également d'investiguer les différentes échelles impliquées, des mécanismes physiques à la réponse de la structure, au travers de la caractérisation des gradients de propriétés microstructurales et thermomécaniques.

Mots-clefs : Fatigue ; Vieillissement ; Elastomères ; Thermoplastiques fibrés ;  
Caractérisation accélérée ; Mesures thermiques.

# Abstract

The first part of this document summarizes my professional activities; the second one describes the research activities lead since 2005, on the basis of articles published in international journals. These research activities deal with the materials behavior and the characterization of the so called « Process-Part-Environment-Material » interactions. During the life cycle of a product (processing and use, mainly), couplings between the service conditions (thermo-mechanical loadings, environment) and the microstructure, influence strongly the short or long term response of the material and, consequently, of the structure. The main objective is to describe these links and to assess constitutive laws and failure criteria, including the cases of complex loadings or fatigue. A focus is especially given on the concern of speeding-up the characterization for both the fatigue and ageing properties. These approaches can be applied considering the mean response of a given volume, but are also suitable to investigate the numerous scales involved, from the basic physical mechanisms to the structure response, thanks to the description of the thermo-mechanical and micro-structural gradients.

Keywords : Fatigue ; Ageing ; Elastomers ; SFRP ; Accelerated tests ;  
Thermal measurements ;



# Remerciements

Merci !



# Sommaire

<b>Partie 1 : notice individuelle</b> .....	<b>13</b>
Notice synthétique.....	15
Etat-civil-coordonnées.....	17
Formation, titres universitaires et concours.....	17
Statut professionnel et activités d'enseignement.....	18
Responsabilités administratives et de recherche (depuis 2005).....	19
Bilan des principales activités d'encadrement.....	20
Résumé des activités de recherche.....	22
Bilan complet des publications.....	24
Collaborations scientifiques et industrielles (depuis 2006).....	31
Compléments à la notice individuelle.....	33
<b>Partie 2 : document scientifique</b> .....	<b>47</b>
<b>A- Introduction et vision globale</b> .....	<b>49</b>
<b>Contextes industriels</b> .....	<b>49</b>
Matériaux élastomères.....	49
Fatigue et vieillissement thermo-oxydatif de pièces antivibratoires automobiles .....	49
Fatigue et vieillissement en milieu marin : tubes offshore et joints portuaires .....	50
Thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes.....	50
<b>Problématiques scientifiques et points abordés</b> .....	<b>51</b>
Mécanismes de comportement des phases et constituants.....	52
Mécanismes de ruine et de dissipation.....	53
Population de sites et scénarii de ruines.....	54
Analyse en moyenne ou avec gradients de comportement.....	55
Pièces industrielles, mini-structures, éprouvettes.....	58
<b>Plan du document</b> .....	<b>60</b>

<b>B- Fatigue de matériaux hétérogènes :</b>	
<b>démarche de dimensionnement et caractérisation rapide .....</b>	<b>61</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>61</b>
<b>Etude des thermoplastiques injectés renforcés de fibres courtes .....</b>	<b>62</b>
Modélisation du comportement et proposition d'un critère de fatigue .....	62
Difficultés et proposition d'un modèle de comportement .....	62
Intégration de l'influence du procédé .....	65
Investigation de critères de fatigue .....	67
Caractérisation rapide des propriétés en fatigue .....	69
1 <sup>ère</sup> approche et caractérisation microstructurale .....	69
Proposition d'une démarche basée sur un critère énergétique .....	71
Validation pour différents facteurs influents .....	73
<b>Etude des élastomères chargés.....</b>	<b>74</b>
Proposition d'une approche macroscopique .....	74
Investigation des mécanismes d'initiation et des scénarii de ruine .....	75
Validation d'une approche mixte .....	77
<b>Etudes en cours et perspectives .....</b>	<b>79</b>
Cadre de l'approche moyenne : comment aller plus loin dans l'exploitation de l'approche et comment la dépasser ? .....	79
Investiguer les mécanismes à une échelle inférieure .....	81
Décrire les scénarii de ruine à une échelle supérieure .....	83
<b>C- Influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine ....</b>	<b>85</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>85</b>
<b>Analyse sans prise en compte des gradients .....</b>	<b>86</b>
Influences de la température et du taux d'humidité sur le comportement des thermoplastiques fibrés .....	6
Influence du vieillissement marin sur le comportement et la tenue statique d'un polychloroprène .....	87
<b>Analyse avec prise en compte des gradients :</b>	
Influence du vieillissement marin sur le comportement et la microstructure d'un polychloroprène .....	89

Influence du vieillissement thermo-oxydatif sur le comportement et la tenue en fatigue d'un caoutchouc naturel chargé .....	91
<b>Identification inverse par micro-dureté instrumentée des lois de comportement locales</b> .....	<b>93</b>
Introduction .....	93
Cas des élastomères chargés .....	94
Cas d'un élastomère non chargé <i>SANS</i> gradient de comportement .....	96
Cas d'un élastomère non chargé <i>AVEC</i> gradient de comportement .....	97
<b>Etudes en cours et perspectives</b> .....	<b>100</b>
Amélioration des modèles cinétiques .....	100
Identification des propriétés mécaniques locales par micro-dureté instrumentée .....	101
<b>D- Synthèse et présentation des projets à 4 ans</b> .....	<b>103</b>
Synthèse .....	103
Présentation des projets à 4 ans .....	106
<b>E- Bibliographie</b> .....	<b>111</b>



# Partie 1 :

## NOTICE INDIVIDUELLE

- Notice synthétique
- Etat civil-Coordonnées
- Formation, titres universitaires et concours
- Statut professionnel et activités d'enseignement
- Responsabilités administratives et de recherches (depuis 2005)
- Bilan des principales activités d'encadrement
- Résumé des activités de recherche
- Bilan complet des publications
- Collaborations scientifiques et industrielles (depuis 2005)
- Compléments à la notice individuelle  
(détails des enseignements et des projets de recherche)



## NOTICE SYNTHETIQUE

Yann MARCO, 37 ans

Maître de conférences (section 60) à l'ENSTA Bretagne.

Chercheur au Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes (LBMS - EA 4325)

Titulaire de la prime d'excellence scientifique depuis janvier 2011.

### FORMATION ET DIPLOMES

**2003** Thèse de doctorat de l'ENS de Cachan

**2000** DEA « Procédés de Fabrication »

**1999** Agrégation de Génie Mécanique

**1996** Admis à l'ENS Cachan comme élève-professeur

### ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

**Depuis 2005** ENSTA Bretagne (Licence, M1 et M2 - 192h/an)

Université de Prague (M1- 40 h/an), depuis 2006

Université de Bretagne Sud (M2 – 15h/an), depuis 2007

**2003-2005** IUT de Saint Briec (L1, L2, L3- 450 h/an)

**2001-2003** ENS Cachan (L3, M1)

Ecole Polytechnique (encadrement de projets)

### ACTIVITES DE RECHERCHE ET D'ENCADREMENT

**Résumé** Mes activités de recherche portent sur l'étude du comportement des matériaux et en particulier sur la caractérisation des interactions « Produit – Procédé – Environnement - Matériau ». Lors de la mise en œuvre ou de l'utilisation d'un produit, des couplages apparaissent entre les sollicitations thermomécaniques ou d'environnement et la microstructure, qui influencent fortement la réponse immédiate ou à long terme du matériau et donc de la structure. L'objectif est de pouvoir caractériser ces couplages, idéalement de manière accélérée, et de proposer et valider des lois de comportement et des critères de ruine, y compris pour des sollicitations complexes ou de fatigue.

**Mots-clefs** Fatigue, Procédé, Vieillessement, Elastomères, Composites thermoplastiques

**Encadrement** Thèses (6), Master 2 (6), Post-doctorat (1)

### RESPONSABILITES COLLECTIVES

Responsable du **Master Européen EMAE**

Responsable des **projets DURAFIP** (FUI, 2012-2016), **PROFEM** (ANR, 2011-2014, coordinateur global) et **FEMEM** (Région Bretagne, 2007-2011, coordinateur global),

Membre élu du **Conseil d'Administration de MECAMAT** (depuis janvier 2011),

Membre élu du **Conseil de laboratoire du LBMS** (depuis mai 2012),

Responsable de contrats industriels et de recherche à hauteur de 500 k€ (hors salaires).

### PUBLICATIONS

Publications dans des revues à comité de lecture : 23

Publications dans des congrès nationaux et internationaux avec actes : 48

Conférences invitées : 5

Chapitres dans des ouvrages internationaux : 1

Brevets : 1



## ETAT CIVIL - COORDONNEES

Nom :	<b>MARCO</b>
Prénom :	<b>Yann</b>
Date et lieu de naissance :	13 juin 1975 à Brest (29)
Nationalité :	Française
Situation de famille :	Marié, 2 enfants (nés en 2005 et 2006)
Téléphone – (Télécopie) :	02 98 34 89 11 (02 98 34 87 30)
E-mail :	<a href="mailto:Yann.Marco@ensta-bretagne.fr">Yann.Marco@ensta-bretagne.fr</a>
Adresse professionnelle :	<b>ENSTA Bretagne – Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes</b> 2, rue François Verny 29806 BREST cedex 09

## FORMATION , TITRES UNIVERSITAIRES ET CONCOURS

- 2005 Classé premier au concours de recrutement de Maître de Conférences de l'Ecole Centrale de Nantes (poste détaché à l'ENSTA Bretagne).
- 2003 Classé premier au concours de recrutement de Professeur Agrégé de l'IUT de Saint-Brieuc.
- 2003 **Thèse de doctorat** de l'ENS de Cachan, mention très honorable avec félicitations.  
  
« Caractérisation multi-axiale du comportement et de la microstructure d'un semi-cristallin : application au cas du P.E.T. » <http://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00005271/>  
  
Soutenue le 27 juin 2003 devant le jury suivant :  
C. G'ssell (président), J.M. Haudin, J.F. Tassin (rapporteurs), A. Chrysochoos, A. Poitou, G. Régnier (Examineurs), L. Chevalier (Directeur de thèse).
- 2000 **D.E.A.** « Procédés de Fabrication » ENS-Cachan /ENSAM Paris. Option "Mise En Forme".  
Mention très bien. Rang 2.  
  
**Magistère** "Sciences Mécaniques et Technologiques pour l'ingénieur". ENS-Cachan.  
Mention Bien.
- 1999 **Agrégation de Génie Mécanique**, concours externe, rang 23.
- 1998 **Maîtrise** de Génie Mécanique. ENS de Cachan-Paris VI. Mention assez bien.
- 1997 **Licence** de technologie mécanique ENS de Cachan-Paris VI. Mention assez bien.
- 1996 Admis à l'**ENS de Cachan** comme élève-professeur (rg 25)  
Admis à l'ENSAM (rg 30), et aux Mines de Douai (rg 7)
- 1993-1996 Classes Préparatoires aux Grandes Ecoles
- 1993 Baccalauréat série C, mention assez bien

## STATUT PROFESSIONNEL ET ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

- Depuis février 2005      **Maître de Conférences à l'ENSTA BRETAGNE de Brest.**  
Enseignements à l'**ENSTA BRETAGNE** (L3, M1 et M2 - 200h/an).  
Enseignements à l'**Université de Prague** (M1- 40 h/an), depuis 2006.  
Enseignements à l'**Université de Bretagne Sud** (M2 – 15h/an), depuis 2007.
- 2003-2005                **PRAG** (Professeur Agrégé détaché dans le supérieur) à l'IUT de Saint-Brieuc (Science et Génie des Matériaux).  
Enseignements en L1, L2 et en Licence Professionnelle « Plastiques et Composites ». 450 h/ an.
- 2000-2003                **Allocataire-Moniteur Normalien** à l'ENS de Cachan  
Enseignements en L3 et M1. (64 h/an)  
Encadrement et évaluation de projets de M1 à l'Ecole Polytechnique (15h/an).

Le détail des enseignements dispensés (matières, répartition horaire, effectifs, ...) est disponible dans la section « Compléments » de cette première partie.

## RESPONSABILITES ADMINISTRATIVES ET DE RECHERCHE (DEPUIS 2005)

- Responsable du **Master Européen EMAE** (European Master for Automotive Engineering, Universités de Prague et d'Arnhem et ENSTA BRETAGNE),
- **Responsable pédagogique** des U.V. « Corrélation essais-Calculs » et « Grandes déformations, élastomères et composites » (60 heures chacune),
- Responsable des **projets DURAFIP** (FUI, 2012-2016), **PROFEM** (ANR, 2011-2014, coordinateur global) et **FEMEM** (Région Bretagne, 2007-2011, coordinateur global),
- Membre élu du **Conseil d'Administration de MECAMAT** (depuis janvier 2011),
- Membre élu du **Conseil de laboratoire du LBMS** (depuis mai 2012),
- **Membre des jurys de 5 thèses** : L. Munoz (novembre 2011), A. Blaise (mai 2011), T. Parenteau (mai 2009) en tant qu'examinateur et de A. Launay (décembre 2011) et V. Le Saux (octobre 2010) en tant que co-directeur de thèse,
- Membre du comité de pilotage de l'axe « Matériaux et architecture véhicules » du Pôle de compétitivité ID4Car,
- Rédacteur du site web du laboratoire LBMS et co-responsable « Communication » depuis 2007,
- **Reviewer** d'articles (12 depuis 2006) pour International Journal of Fatigue, Polymer, Polymer Engineering and Science, C.R.A.S., Composites Science and Technology...
- Membre de commissions de recrutement (ENIB, IUT de Nantes)
- Jury de Master 1 et 2 (UBO) et de PFE (ENSTA Bretagne).
- Responsable de contrats industriels et de recherche à hauteur de 500 k€ (hors salaires des thèses) depuis 2005.
- **Chairman** de sessions en congrès nationaux et internationaux : ECCM15, DEPOS 2010, DEPOS 2012.
- **Expert** pour le programme ANR Blanc (2012).
- **Co-organisateur** du colloque MECAMAT Aussois 2013 : « Effets d'environnement sur le comportement mécanique et la dégradation des matériaux »

## BILAN DES PRINCIPALES ACTIVITES D'ENCADREMENT

### Co-encadrement des thèses de :

- **C. Champy** (50 %, Thèse Cifre Trelleborg-Vibracoustics, début décembre 2012)  
Fatigue des élastomères : intégration des chargements complexes aux échelles locale et globale.  
Soutenance prévue fin 2015. Encadrement effectué avec V. Le Saux.
  
- **L. Serrano Abello** (60 %, Thèse FUI DURAFIP, depuis sept. 2012)  
Caractérisation thermomécanique du comportement à la fatigue des thermoplastiques chargés de fibres courtes.  
Soutenance prévue fin 2015. Encadrement effectué avec V. Le Saux.
  
- **I. Masquelier** (40 %, Thèse ANR PROFEM, depuis nov. 2011)  
Influence du procédé de fabrication sur la tenue en fatigue des pièces élastomères.  
Soutenance prévue fin 2014. Encadrement effectué avec V. Le Saux, S. Calloch, B. Huneau, P. Pilvin.
  
- **L. Jégou** (80 %, contrat Trelleborg, depuis oct. 2008)  
Composites thermoplastiques à fibres courtes pour applications structurales automobiles : de la caractérisation rapide des propriétés en fatigue à l'intégration des effets du procédé de fabrication.  
Soutenance prévue le 22 novembre 2012. Encadrement effectué avec S. Calloch.  
Professeur Agrégé en poste à l'IUT de Saint-Brieuc.
  
- **A. Launay** (33 %, Thèse Cifre PSA, 2008-2011)  
Critère de dimensionnement en fatigue des pièces automobiles en PA66-GF50  
Soutenue le 12 décembre 2011. Encadrement effectué avec H. Maitournam et I. Raoult.  
Recruté depuis novembre 2011 comme ingénieur de recherche par PSA (Direction de la Recherche et de l'Ingénierie Avancée).
  
- **V. Le Saux** (80%, Bourse Région, 2007-2010)  
Fatigue et vieillissement des élastomères (thermique et en environnement marin)  
Soutenue le 23 octobre 2010. Encadrement effectué avec S. Calloch.  
Prix de thèse Jacques Pommey 2009.  
Recruté depuis septembre 2011 comme enseignant-chercheur à l'Ensta-Bretagne.

### **Co-encadrement des stages de Master 2 de :**

- **C. Castro** (40%, 2011-2012)

Contribution de la micro-dureté instrumentée à la caractérisation du comportement local des matériaux élastomères. Encadrement effectué avec V. Le Saux et G. Blès.

- **M. Ding** (50%, 2010-2011)

Vieillissements marin et thermique des élastomères : modèles cinétiques et gradients de lois de comportement. Encadrement effectué avec G. Blès.

- **P. Bidaud** (100%, 2010-2011)

Caractérisation thermomécanique des mécanismes d'endommagement des matériaux élastomères.

- **R. Simon** (30%, 2009-2010)

Evaluation des propriétés visco-hyperélastiques des élastomères par micro-dureté instrumentée. Encadrement effectué avec V. Le Saux et G. Blès.

- **V. Le Saux** (50%, 2006-2007)

Signature thermique des élastomères. Encadrement effectué avec N. Ait Hocine.

- **I. Moro** (50%, 2005-2006).

Cristallisation sous contrainte et tenue à la fatigue des élastomères. Encadrement effectué avec N. Ait Hocine. Prix SF2M-Ouest du meilleur Master 2006.

### **Co-encadrement du stage Post-doctoral de :**

- **V. Le Saux** (20%, 2011).

Caractérisation thermomécanique et modélisation micro-macro des mécanismes d'endommagement des matériaux élastomères. Encadrement effectué avec P. Pilvin.

### **Remarque :**

De nombreux autres stages de L2, L3 et M1 ont également été encadrés mais ne sont pas détaillés ici.

## RESUME DES ACTIVITES DE RECHERCHE

Mes activités de recherche portent sur l'étude du comportement des matériaux et en particulier sur la caractérisation des interactions « Produit – Procédé – Environnement - Matériau ». Lors de la mise en œuvre ou de l'utilisation d'un produit, des couplages apparaissent entre les sollicitations thermomécaniques ou d'environnement et la microstructure, qui influencent fortement la réponse immédiate ou à long terme du matériau et donc de la structure. L'objectif est de pouvoir caractériser ces couplages et de proposer et valider des lois de comportement et des critères de ruine, y compris pour des sollicitations complexes ou de fatigue.

Depuis 2006, ces activités de recherche ont pris place au sein du groupe « Fatigue » du LBMS et se sont développées autour de la caractérisation et de la prédiction de la tenue en fatigue des matériaux élastomères et des thermoplastiques renforcés de fibres courtes. **Ces thématiques de recherche n'existaient pas à mon arrivée au laboratoire en février 2005 et se sont développées en générant des collaborations industrielles et scientifiques fortes au travers de thèses, de projets régionaux (FEMEM) puis nationaux (PROFEM et DURAFIP, projets ANR et FUI).**

**Trois axes principaux** peuvent être dégagés de ces études.

Le premier concerne **le dimensionnement et la caractérisation rapide de la tenue en fatigue** de matériaux hétérogènes (élastomères et thermoplastiques chargés) et présentant éventuellement des gradients de propriétés mécaniques. Il s'agit ici de proposer une démarche associant des outils de caractérisation thermomécanique et microscopique à un cadre de modélisation, pour dégager un critère de fatigue pertinent et permettre de réduire drastiquement les durées de caractérisation en fatigue. L'approche peut être appliquée de manière moyenne sur le volume considéré ou en identifiant les gradients de sources de dissipation, à l'échelle de la microstructure comme à celle de la structure.

Le deuxième axe fort considère **l'influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine**. Cette thématique s'intéresse principalement à la description des gradients de propriétés car l'environnement induit des variations spatiales et temporelles des caractéristiques microstructurales et mécaniques. Les outils développés visent la description de l'évolution des lois de comportement locales et celle des critères de ruine. Là encore le souci d'accélérer les démarches de caractérisation est maintenu, par la proposition et la validation d'essais accélérés et l'unification de l'influence des paramètres au travers de courbes maîtresses.

Le troisième axe concerne **l'influence du procédé de fabrication sur le comportement et les propriétés en fatigue** de ces matériaux. Cette influence se traduit à la fois par une variation des propriétés des phases (types de matrices et de charges, distribution des tailles de particules, ...), par des gradients de propriétés liés aux paramètres thermiques (cuisson, refroidissement) et d'écoulement (orientation des particules), mais également par la génération de zones critiques (seuil d'injection, ligne de recollement de fronts, plan de joint, ...). Ce dernier volet peut nécessiter la mise en place d'une chaîne numérique intégrant les outils de simulation du procédé. Il constitue surtout un passionnant champ d'application et de validation des outils développés pour les 2 premières thématiques.

Le tableau ci-dessous propose une vue d'ensemble des principaux aspects des études menées : objectifs généraux, matériaux et facteurs étudiés, outils spécifiques utilisés.

Matériaux et facteurs variables		Objectifs	
		Comportement global et gradients de comportement	Critères de fatigue et caractérisation rapide
Matériaux étudiés	Polyamides 66 renforcés de fibres de verres courtes	Thèse A. Launay Projet DURAFIP	Thèses A. Launay et L. Jégou, Projet DURAFIP
	Chloroprène renforcé de silice et de noirs de carbone	Projet FEMEM	Projet FEMEM
	Caoutchouc naturel renforcé ou non	Projets FEMEM et PROFEM	Projet PROFEM
	Autres matériaux élastomères	Projet PROFEM	Projet PROFEM
Effets d'environnements	Humidité + Température	Thèse A. Launay	Thèses A. Launay et L. Jégou
	Milieu marin	Projet FEMEM	
	Air + Température	Projet FEMEM	Projet FEMEM
Effets du procédé	Injection thermoplastique	Thèse A. Launay Projet DURAFIP	Thèses A. Launay et L. Jégou, Projet DURAFIP
	Mélangeage et injection des élastomères	Projet PROFEM	Projet PROFEM
		Essais mécaniques simples et complexes	Essais cycliques simples et complexes
		Modélisation phénoménologique	Critère énergétique
		Micro-dureté instrumentée et analyse inverse	Thermographie Infra-rouge
			Micro-tomographie X
<b>Outils principaux</b>			

Tableau 1 : Bilan des principaux aspects abordés et répartition sur les différents projets et thèses

Remarque : les détails des différents projets et thèses sont donnés dans la partie « Compléments » de cette première partie.

## BILAN COMPLET DES PUBLICATIONS

Nombre de publications dans des revues à comité de lecture : **23**

(dont nombre de publications dans des revues référencées Web Of Science : **20**)

Nombre de publications dans des congrès nationaux et internationaux avec actes : **45**

Nombre de publications dans des congrès nationaux et internationaux sans actes : **17**

Nombre de conférences invitées : **5 (+ 3 « keynote lectures »)**

Nombre de chapitres dans des ouvrages internationaux : **1**

Nombre de brevets : **1**

Nombre total de citations : **268**

H index : **8** (d'après les données de *Google Scholar*, [page d'auteur](#) disponible sur le site)

### Articles avec comité de lecture :

1. LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I., Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide. Part II: Fatigue life estimation, **International Journal of Fatigue**, disponible en ligne, **2012**
2. JEGOU L., MARCO Y., LE SAUX V., CALLOCH S., Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic, **International Journal of Fatigue**, International Journal of Fatigue, Volume 47, Pages 259-267, Février **2013**.
3. LAUNAY A., MARCO Y., MAITOURNAM M. H., RAOULT I., Influence of temperature and relative humidity on the cyclic behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide, **Mechanics of Materials**, disponible en ligne, **2012**.
4. LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P., Contribution of accurate thermal measurements to the characterization of the thermomechanical properties of rubber-like materials, **Plastics, Rubber and Composites: Macromolecular Engineering**, Volume 41, Number 7, pp. 277-284(8), **2012**.
5. LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I., Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide. Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behaviour for cyclic response, **International Journal of Fatigue**, disponible en ligne, **2012**
6. LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P., TAVEAU D., Heat build-up of rubber under cyclic loadings: validation of an efficient demarche to predict the temperature fields, **Rubber Chemistry and Technology**, Accepté, **2012**.
7. LE GAC P-Y., LE SAUX V., PARIS M., MARCO Y., Investigation of ageing mechanisms and mechanical consequences for a polychloroprene rubber in marine environment: comparison of accelerated ageing and long term exposure. **Polymer Degradation and Stability**, Volume 97, Issue 3, pp. 288-296, **2012**.
8. LE SAUX V., MARCO Y., BLES G., CALLOCH S., MOYNE S., PLESSIS S., CHARRIER P. Identification of constitutive model for rubber elasticity from micro-indentation tests on natural rubber and validation by macroscopic tests. **Mechanics of Materials**, Volume 43, Issue 12, pp. 755-1014, **2011**.
9. LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I., SZMYTKA F., Cyclic behaviour of short glass fiber reinforced polyamide: experimental study and constitutive equations, **International Journal of Plasticity**, Volume 27, Issue 8, pp. 1267-1293, **2011**.

10. LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P., Evaluation of the fatigue defect population in an elastomer using X-ray computed micro-tomography **Polymer Engineering and Science**, Volume 51, Issue 7, pp. 1253–1263, **2011**.
11. LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., DOUDARD C., CHARRIER P., Fast evaluation of the fatigue lifetime of elastomers based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements, **International Journal of Fatigue**, 32 (10), pp. 1582-1590, **2010**.
12. MARCO Y., CHEVALIER L., Microstructure changes in poly(ethylene terephthalate) in thick specimens under complex biaxial loading, **Polymer Engineering and Science**, 48 (3) pp. 530-542, **2008**.
13. CHEVALIER L., MARCO Y. Identification of a strain induced crystallisation model for PET under uni and Bi-axial loading: influence of temperature dispersion, **Mechanics of Materials**, 39 (6), pp. 596-609, **2007**.
14. CHEVALIER L., MAAMAR S., MARCO Y., RACINEUX G., Simulation of Free Blowing of Polyethylene terephthalate Using a Thermodynamic Induced Crystallisation model, **International Journal of Forming Processes**, 9(1), 29-59, **2006**.
15. CHEVALIER L., MARCO Y., Applications de la mesure de champs à la caractérisation uniaxiale ou multiaxiale des matériaux polymères, **Rhéologie**, 6, 45-53, **2004**.
16. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAOUICHE M., Cristallisation et orientation induites du PET sous sollicitations biaxiales, **Mécanique et industries**, 5, pp. 497-505, Août **2004**.
17. POITOU A., AMMAR A., MARCO Y., CHAOUICHE M., CHEVALIER L., Crystallization of polymers under strain: from molecular properties to macroscopic models, **Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering**, Issues 28-30, Vol. 192, pp. 3245-3264, **2003**.
18. MAUREL V., OSSART F., MARCO Y., BILLARDON R., An experimental set-up to test biaxial stress effect on magneto-mechanic coupling, **Journal of Applied Physics (IV)**, Vol. 93 (10) pp. 7115-7117, **2003**.
19. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAOUICHE M., WAXD study of induced crystallization and orientation in Poly(ethylene terephthalate) during biaxial elongation, **Polymer**, Issue vol. 43, n°24, pp. 6569-6574, **2002**.
20. MARCO Y., CHEVALIER L., REGNIER G. and POITOU A., Induced crystallization and orientation of Poly(ethylene- terephthalate) during uniaxial and biaxial elongation, **Macromolecular Symposia, special issue on FICOP 2001**, n°185, pp. 15-34, **2002**.
21. CHEVALIER L., MARCO Y., Tools for multiaxial validation of behavior laws chosen for modelling hyper-elasticity of rubber-like materials, **Journal of Polymer Engineering and Science**, issue vol. 42, n°2, pp. 280-298, **2002**.
22. CHEVALIER L., MARCO Y. et REGNIER G., Modification des propriétés durant le soufflage des bouteilles plastiques en PET, **Mécanique et Industries**, Vol. 2, pp. 229-248, **2001**.
23. CHEVALIER L., CALLOCH S., HILD F., MARCO Y., Digital correlation used to analyse the multi-axial behavior of rubber-like materials, **European Journal of Mechanics / Solids**, Vol. 20 (2001), pp. 169-187, **2000**.

## Actes de colloques internationaux :

1. Y. MARCO, L. JEGOU, S. CALLOCH. Heat built-up measurements and energetic criterion used to evaluate quickly the fatigue life of PA66 GF50. 15th European Conference on Composite Materials - ECCM15, Venice (Italy), **Juin 2012**.
2. L. JEGOU, Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH. Thermomechanical identification of a threshold in the cyclic response of "SFRP": fast identification of the fatigue properties and correlation to microstructural data. 15th European Conference on Composite Materials - ECCM15, Venice (Italy), **Juin 2012**.
3. S. KAMARUDDIN, P-Y. LE GAC, Y. MARCO, A.H. MUHR, Formation of crust on Natural Rubber after long periods of ageing. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
4. P. CHARRIER, Y. MARCO, V. LE SAUX, R.K.P.S. RANAWEERA, On the influence of heat ageing on filled NR filled for AVS automotive applications. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
5. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P-Y. LE GAC, Marine ageing of Polychloroprene rubber: validation of accelerated protocols and static failure criteria by comparison to a 23 years old offshore export line. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
6. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P. CHARRIER, Heat build-up and micro-tomography measurements used to describe the fatigue mechanisms and to evaluate the fatigue lifetime of elastomers. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
7. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P. CHARRIER, Contribution of accurate thermal measurements to the characterization of the thermo-mechanical properties of rubber-like materials. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
8. Y. MARCO, V. LE SAUX, G. BLÈS, S. CALLOCH, Identification of local constitutive model from micro-indentation testing on rubber. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011**.
9. P.Y. LE GAC, V. LE SAUX, Y. MARCO. Polychloroprene behaviour in seawater: comparison between accelerated and natural ageing. *ISOPE 2011 (International Offshore and Polar Engineering Conference)*, Hawaii (USA), **Juin 2011**.
10. V. LE SAUX, Y. MARCO, G. BLÈS, S. CALLOCH, S. MOYNE, Identification of local constitutive model from micro-indentation testing on rubber. 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials, Milano (Italy), **Juin 2011**.
11. A. LAUNAY, Y. MARCO, M.H. MAITOURNAM, I. RAOULT, Constitutive behavior of injection molded short glass fiber reinforced thermoplastics: a phenomenological approach. 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials, Milano (Italy), **Juin 2011**.
12. V. LE SAUX, Y. MARCO, G. BLES, S. CALLOCH, R. SIMON, S. PLESSIS. Identification of local constitutive model from load micro-indentation curves. Modelling of Elastomeric Materials and Products, RIEG Conference, London (UK). **Octobre 2010**.
13. P.Y. LE GAC, M. PARIS, V. LE SAUX, Y. MARCO. Polychloroprene degradation in sea water, 6th International Conference on Modification, Degradation and Stabilization of Polymer. Athens (Greece), **Septembre 2010**.
14. Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH AND P. CHARRIER. X-ray computed  $\mu$ -tomography: a tool applied to the characterization of the fatigue defect population in a polychloroprene

rubber. **Keynote lecture.** 10<sup>th</sup> International Fatigue Congress (Fatigue 2010), Prague (Czech Republic), **Juin 2010**. Published in *Procedia Engineering*.

15. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, C. DOUDARD, P. CHARRIER ET N. AIT HOCINE. Towards a new approach for the study of fatigue life of rubber-like materials? 10<sup>th</sup> International Fatigue Congress (Fatigue 2010), Prague (Czech Republic), **Juin 2010**. Published in *Procedia Engineering*.
16. A. LAUNAY, Y. MARCO, M.H. MAITOURNAM, I. RAOULT, F. SZMYTKA. Cyclic behavior of short glass fiber reinforced polyamide for fatigue life prediction of automotive components. **Keynote lecture.** 10<sup>th</sup> International Fatigue Congress (Fatigue 2010), Prague (Czech Republic), **Juin 2010**. Published in *Procedia Engineering*.
17. L. JEGOU, Y. MARCO, S. CALLOCH, C. DOUDARD. Evaluation of the influence of geometrical and injection parameters on the fatigue life of PA66 GF50, based on heat built-up measurements. 10<sup>th</sup> International Fatigue Congress (Fatigue 2010), Prague (Czech Republic), **Juin 2010**.
18. P. CHARRIER, T. RAMADE, D. TAVEAU, Y. MARCO, S. CALLOCH. Influence of temperature on durability behavior of carbon black filled natural rubber. 6<sup>th</sup> European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dresde, **Septembre 2009**.
19. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P.Y. LE GAC, N. AIT HOCINE. Accelerated ageing of polychloroprene for marine applications. 6<sup>th</sup> European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dresde, **Septembre 2009**.
20. Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH, C. DOUDARD, P. CHARRIER, N. AIT HOCINE. Towards a new fatigue life characterization based on heat build-up measurements? 6<sup>th</sup> European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dresde, **Septembre 2009**.
21. MARCO Y., MORO I., LE SAUX V., AÏT HOCINE N. and CHARRIER P. Induced crystallisation under cyclic loading in natural rubber. 5<sup>th</sup> European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), pp 311-315, Paris, **Septembre 2007**.
22. AÏT HOCINE N., MORO I., MARCO Y., LE SAUX V. and CHARRIER P. Role of cyclic loading in natural rubber crystallization. Proceedings of AES – ATEMA First International Conference, Montreal – Canada, **Aout 2007**.
23. MARCO Y., BESNARD G., ROUX S., THEVENET D., HILD F., Crack initiation detection and propagation in a naval steel : digital image correlation applications, FATIGUE DAMAGE OF STRUCTURAL MATERIALS VI, Hyannis (USA), **Septembre 2006**
24. CHEVALIER L., MARCO Y. PET under Uniaxial and Biaxial Tension Loading: Models Validation by Comparison Between Uniaxial and Biaxial Data's, ESAFORM-8, Cluj-Napoca (Romania), **Avril 2005**
25. CHEVALIER L., MARCO Y., Applications de la mesure de champs à la caractérisation uniaxiale ou multiaxiale des matériaux polymères, 1er colloque international de rhéologie, Taghit (Algérie) **Décembre 2003**.
26. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAOUICHE M., Microstructure changes in Poly(ethylene-terephthalate) under complex biaxial loading, PPS-19, Melbourne (Australie), **Juillet 2003**.
27. MAUREL V., OSSART F., MARCO Y., BILLARDON R., An experimental set-up to measure magnetic properties of electrical steels subjected to biaxial stresses, Magnetism and Magnetic Materials, Tampa (USA), **Novembre 2002**.
28. POITOU A., AMMAR A., MARCO Y., CHAOUICHE M., CHEVALIER L., Crystallization induced by strain or flow of a polymer. From molecular properties to macroscopic models,

Multiscale computational Mechanics for Material and Structures, Cachan (France), **Septembre 2002.**

29. CHEVALIER L., MARCO Y., REGNIER G., Infra-red Dichroïsm study of induced crystallization and orientation in P.E.T. sheets during biaxial elongations, PPS 2002, Guimares (Portugal), **Juin 2002.**
30. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAOUICHE M., X-Ray study of induced crystallisation and orientation in PET under biaxial loading : Application to blow-moulding process, ESAFORM 2002, Krakow (Pologne), **Avril 2002.** Cité 1 fois.
31. CHEVALIER L., MARCO Y., REGNIER G. and POITOU A., Induced crystallization and orientation in P.E.T. sheets during biaxial elongations, International Conference on Flow Induced Crystallization of Polymers, Salerno (Italie), **Octobre 2001.**
32. CHEVALIER L., AMMAR A., MARCO Y., REGNIER G., Induced crystallisation in Polymer : application to poly(-ethylene terephthalate-) crystallisation during blow molding, PPS-16-Shangai (Chine), **Juin 2000.**
33. CHEVALIER L., BERROU V., LINHONE C., MARCO Y. et REGNIER G. Induced crystallinity during stretch-blow molding process : influence on modulus evolution of poly(-ethylene terephthalate-), PPS-15-Hertogenbosch (Pays-bas), **Juin 1999.**
34. CHEVALIER L., LINHONE C., MARCO Y. et REGNIER G., Microstructure evolution during stretch-blow molding on mechanic strength of blown poly(-ethylene terephthalate-), ICM-8-Victoria (Canada), **Mai 1999.**

#### Actes de colloques nationaux :

1. Y. MARCO, A. LAUNAY, V. LE SAUX, L. JEGOU, C. DOUDARD, P. CHARRIER, S. CALLOCH. Apport de la thermographie infrarouge pour la caractérisation thermomécanique de thermoplastiques renforcés de fibres de verre. 24<sup>ème</sup> DEPOS, Ecully, **Septembre 2012.**
2. V. LE SAUX, Y. MARCO, M. DING, C. CASTRO, G. BLES, S. MOYNE et S. CALLOCH. Identification inverse de loi de comportement hyperélastique de matériaux à gradients de propriétés par microindentation : application à des élastomères vieillis. 24<sup>ème</sup> DEPOS, Ecully, **Septembre 2012.**
3. L. JEGOU, Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH. Etude de la tenue en fatigue d'un PA6-6GF50 pour application automobile : Paramètres influents et caractérisation rapide. 24<sup>ème</sup> DEPOS, Ecully, **Septembre 2012.**
4. I. MASQUELIER, Y. MARCO, V. LE SAUX, C. DOUDARD, S. CALLOCH, P. PILVIN, B. HUNEAU, P. CHARRIER. Caractérisation thermographique de matériaux élastomères : analyse d'éprouvettes complexes. 24<sup>ème</sup> DEPOS, Ecully, **Septembre 2012.**
5. A. LAUNAY, M. H. MAITOURNAM, Y. MARCO, I. RAOULT, Modélisation du Comportement Cyclique d'un Thermoplastique Renforcé en Fibres de Verre Courtes. CSMA 2011, 10e Colloque National en Calcul des Structures, Giens, **Mai 2011.**
6. Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH, C. DOUDARD, P. CHARRIER. Critère énergétique pour la fatigue des élastomères : une approche basée sur des mesures d'auto-échauffement et de tomographie aux rayons X. **Keynote lecture.** 23<sup>ème</sup> DEPOS, Guidel, **Septembre 2010.**
7. A. LAUNAY, M. H. MAITOURNAM, Y. MARCO, I. RAOULT, F. SZMYTKA. Modélisation du Comportement Cyclique d'un Thermoplastique Renforcé en Fibres de Verre Courtes. 23<sup>ème</sup> DEPOS, Guidel, **Septembre 2010.**

8. L. JEGOU, Y. MARCO, S. CALLOCH. Evaluation par mesures d'auto-échauffement de l'évolution des propriétés en fatigue d'un PA66 GF50. 23<sup>ème</sup> DEPOS, Guidel, **Septembre 2010**.
9. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, G. BLES ET S. MOYNE. Identification de lois de comportement locales à partir d'essai de micro-indentation instrumentée : application aux matériaux élastomères. 23<sup>ème</sup> DEPOS, Guidel, **Septembre 2010**.
10. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, C. DOUDARD, P. CHARRIER, N. AIT HOCINE. Vers une nouvelle méthode de caractérisation du comportement à la fatigue des élastomères basée sur des mesures d'auto-échauffement ? 28<sup>èmes</sup> Journées de Printemps SF2M, Paris, **Mai 2009**. Obtention par V. Le Saux du prix Jacques Pommey de la SF2M pour cette communication.
11. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P.Y. LE GAC, N. AIT HOCINE. Influence du vieillissement marin sur un polychloroprène : caractérisation physico-chimique et mécanique. 22<sup>ème</sup> DEPOS, La Colle-sur-loup, **Mars 2009**.
12. Y. MARCO, I. MORO, N. AÏT HOCINE, V. LE SAUX et P. CHARRIER. Cristallisation induite sous sollicitations cycliques dans les élastomères. 18<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Grenoble, **Août 2007**
13. CHEVALIER L., MAAMAR S., MARCO Y. , Modélisation du comportement du PET en étirage au voisinage de la température de transition vitreuse, 17<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Troyes, **Septembre 2005**.
14. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAARI F., CHAOUICHE M., Cristallisation induite du PET sous sollicitation uni-axiale: Mise en évidence par mesures par diffraction X in- et ex-situ et influence sur les propriétés mécaniques, 16<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Nice, **Septembre 2003**.
15. MARCO Y., CHEVALIER L., Validation multi-axiale des lois de comportement hyper-élastiques pour les matériaux élastomères, 15<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Nancy, **Septembre 2001**.

#### Colloques sans actes ou séminaires :

1. I. MASQUELIER, V. LE SAUX, Y. MARCO, P. CHARRIER, S. CALLOCH, Mesures thermographiques sur matériaux élastomères : de la caractérisation rapide en fatigue aux sources de dissipation. 2<sup>ème</sup> Journée thématique sur la caractérisation mécanique des élastomères. Grenoble, **mai 2012**.
2. V. LE SAUX, Y. MARCO, G. BLES, S. MOYNE, S. CALLOCH, Identification de lois de comportement locales par essais de micro-dureté instrumentés. 2<sup>ème</sup> Journée thématique sur la caractérisation mécanique des élastomères. Grenoble, **mai 2012**.
3. Y. MARCO. Accélération des processus de caractérisation pour le vieillissement et la fatigue des matériaux élastomères. Séminaire Pôle Mécanique Brestois, **novembre 2009**.
4. Y. MARCO. Influence du vieillissement marin sur un polychloroprène : caractérisation physico-chimique et mécanique. Séminaire Laboratoire de Mécanique Physique (Bordeaux), **juin 2009**.
5. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, P. Y. LE GAC, N. AÏT HOCINE. Influence du vieillissement marin sur un polychloroprène : caractérisation mécanique et physico-chimique. Colloque National MECAMAT, **Janvier 2009**.
6. V. LE SAUX, Y. MARCO, S. CALLOCH, N. AÏT HOCINE, P. CHARRIER et T. RAMADE. Analyse thermomécanique des élastomères en fatigue. Colloque National MECAMAT, **Janvier 2008**.

7. MARCO Y., CHEVALIER L., CHAOUICHE M. et REGNIER G., Cristallisation et orientation induites du P.E.T. sous sollicitations multiaxiales, Poster (Elu meilleur poster), Colloque National Mécamat, Aussois, **Janvier 2002**.
8. MARCO Y., Modifications microstructurelles du PET sous sollicitations thermomécaniques biaxiales : analyses par dichroïsme infra-rouge et diffraction X, Journées du LMT. Fréjus. **Avril 2002**.
9. MARCO Y., Applications de la mesure de champs à la caractérisation uni- ou bi-axiale de matériaux polymères, Séminaire Jeunes Chercheurs Ile de France Sud. Journée thématique "Extensométrie", Mines de Paris, **Mars 2002**.
10. CHEVALIER L., MARCO Y. et REGNIER G., Optimisation du soufflage des bouteilles plastiques en PET : influence de la cristallisation induite, aspects expérimentaux, Poster, Colloque National Mécamat, Aussois, **Janvier 2001**.
11. MARCO Y., CHEVALIER L., POITOU A., REGNIER G., Optimisation du soufflage des bouteilles plastiques en PET: influence de la cristallisation Induite, aspects expérimentaux, JSTMM- 2000 Hammamet (Tunisie), **Novembre 2000**.

### Conférences invitées

1. MARCO Y., LE SAUX V., CALLOCH S., CHARRIER P., Studies at several scales on the fatigue and thermal ageing of automotive AVS applications. Universität der Bundeswehr. München, **november 2012**.
2. MARCO Y., LE SAUX V., CALLOCH S., DOUDARD C., CHARRIER P., Fatigue des matériaux élastomères : comprendre les mécanismes microstructuraux pour caractériser rapidement l'endurance. Lundi de la mécanique, manifestation organisée par le CETIM et le LRCCP. Vitry, **avril 2012**.
3. MARCO Y., CALLOCH S., LE SAUX V., CHARRIER P., LE GAC P-Y., Fatigue et vieillissement (marin et thermique) des élastomères. Journée SF2M Section Ouest, La Rochelle, **mars 2011**.
4. MARCO Y. Fatigue des élastomères : signature thermique et description de l'endommagement par micro-tomographie. Journée MECAMAT « Fatigue des polymères », **novembre 2010**.
5. MARCO Y., LE SAUX V., CALLOCH S., CHARRIER P., Heat build-up and tomography measurements used to evaluate the fatigue of elastomers, RIEG session, TIRETECH 2010, Köln, Germany. **Février 2010**.

### Chapitres dans des ouvrages internationaux

1. MARCO Y., CHEVALIER L., Chapter 10: Blow Moulding (P. 226-286), in "Advances in polymer processing: macro- to nano- scales". Editors: Prof. Sabu Thomas, Prof. Yang Weimin. Woodhead Publishing (on invitation only). **Mai 2009**.

### Brevets

1. SASSI J.F., JEGOU L., LE DEIT H., MARCO Y.. Matériau horticole biodégradable et d'intérêt agronomique. Procédé breveté n°08/01082 déposé le 27/02/2008 pour 34 pays.

## COLLABORATIONS SCIENTIFIQUES ET INDUSTRIELLES (DEPUIS 2005)

### **Collaborations scientifiques :**

Ifremer (P. Davies, P.Y. Le Gac)  
GeM (B. Huneau)  
UBS (P. Pilvin, G. Ausias)  
LMS (H. Maitournam)  
TARRC de Londres (A. Muhr)  
Institut de chimie macromoléculaire roumain (C. Prisacariu)  
Université d'Oxford (P. Buckley)  
LAM (Marne la Vallée, L. Chevalier)  
LMT-Cachan (F. Hild, S. Roux)

### **Collaborations industrielles :**

TRELLEBORG Modyn, devenu Trelleborg Vibracoustic (Carquefou)  
PSA (Vélizy)  
RHODIA (Lyon)  
TRELLEBORG Oil and Marine (Clermont-Ferrand)  
DCNS (sites de Brest et d'Indret)

et EADS-Astrium, Cabasse, Esterline, ... pour différents projets étudiants.



# COMPLEMENTS A LA NOTICE INDIVIDUELLE

- Détails des activités d'enseignement
- Détails des projets de recherche

# DETAILS DES ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

## ENSEIGNEMENTS DISPENSES DEPUIS 2005 (ENSTA-Bretagne, Université de Prague, Université de Bretagne Sud)

Ces activités d'enseignement sont effectuées très majoritairement au sein de l'**ENSTA Bretagne**. Elles se répartissent sur les 3 années de formation du cycle ingénieur, mais également au sein d'un **Master spécialisé sur les Energies Marines Renouvelables**, et surtout, dans le cadre du « **European Master of Automotive Engineering** », pour lequel 40 heures d'enseignement sont effectuées à la **faculté de Prague** (en anglais). Des vacances sont également données en M2 à l'**Université de Bretagne Sud**.

Dans le tableau ci-dessous, sont rappelés les enseignements du cycle ingénieur (classés par année de formation), puis les autres enseignements.

Années	Formation	Niveau	Type et horaires annuels	Matière	Référence
2005-2012	ENSTA Bretagne	L3	CM (7) TD (8)	Analyse technologique	A-1
2006-2010	ENSTA Bretagne	L3	CM (7) TD (13)	Conception de systèmes	A-2
2005-2007	ENSTA Bretagne	L3	TP (16)	Mécanique du solide	A-3
2011-2012	ENSTA Bretagne	L3	CM (8) TD (5)	Connaissance et Choix de Procédés de Fabrication	A-4
2011-2012	ENSTA Bretagne	L3	CM (2) TD (4)	Choix de matériaux	A-5
2005-2010	ENSTA Bretagne	M1	TD (16)	Fatigue-Rupture	A-6
2009-2012	ENSTA Bretagne	M1	CM (3) TD (10)	Corrosion-Vieillessement	A-7
2006-2012	ENSTA Bretagne	M1	CM (15) TD (8) TP (7)	Rhéologie et Mise en Œuvre des Polymères	A-8

<b>Années</b>	<b>Formation</b>	<b>Niveau</b>	<b>Type et horaires annuels</b>	<b>Matière</b>	<b>Référence</b>
2005-2007	ENSTA Bretagne	M1	TD (8)	Structures hyperstatiques	A-9
2011-2012	ENSTA Bretagne	M1	CM (2) TD (12) TP (8)	Corrélation Essais- Calculs	A-10
2005-2010	ENSTA Bretagne	M1	Projets (120)	Conception- Modélisation	A-11
2006-2012	ENSTA Bretagne	M2	CM (8) TD (7) TP (4)	Matériaux Elastomères	A-12
2006-2012	ENSTA Bretagne	M2	CM (3)	Matériaux Polymères pour l'Automobile	A-13
2006-2012	ENSTA Bretagne	M2	Projets (60)	Caractérisation- Simulations EF	A-14
2006-2012	European Master of Automotive Engineering Université de PRAGUE	M1	CM (20) TD (20)	Design of Tools and Plastic Parts	A-15
2010-2012	Master Spécialisé Energies Marines Renouvelables ENSTA Bretagne	M2	CM (2) TD (1)	Corrosion- Vieillessement en milieu marin	A-16
2007-2012	Master Génie mécanique et matériaux Université de Bretagne Sud	M2	CM (6) TD (6)	Matériaux Elastomères	A-17

## ***A-1 Analyse technologique***

---

Mots clefs : Lecture de plans et proposition de solutions technologiques, bases technologiques (roulements, engrenages, transformation de mouvements...)  
Actions : Mise en place (collégiale), encadrement des cours et TD.  
Effectifs : 20 étudiants/an

## ***A-2 Conception de systèmes***

---

Mots clefs : Conception et mise en plan complète d'un mécanisme complexe original (robots d'inspection de canalisation, de nettoyage de coques, d'aide à l'infanterie en milieu urbain, ...)  
Actions : Mise en place (collégiale), encadrement des cours et TD.  
Effectifs : 20 étudiants/an

## ***A-3 Mécanique du solide***

---

Mots clefs : Analyse de systèmes simples (poutres, treillis, enceinte) par la mécanique des solides déformables  
Actions : Encadrement et correction des TP.  
Effectifs : 20 étudiants/an

## ***A-4 Connaissance et Choix de Procédés de Fabrication***

---

Mots clefs : Procédés de fabrication pour toutes classes de matériaux et de produits. Typologie, principes physiques, paramètres et procédures d'optimisation, choix multi-critères de procédés. Utilisation du Logiciel CES Edupack (Cambridge, M. Ashby) pour les TD.  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours et TD.  
Effectifs : 110 étudiants /an (amphi), 20 étudiants /an (TD)

## ***A-5 Choix de matériaux***

---

Mots clefs : Choix multi-critères de matériaux. Utilisation du Logiciel CES Edupack (Cambridge, M. Ashby) pour les TD.  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours et TD.  
Effectifs : 160 étudiants /an (amphi), 20 étudiants /an (TD)

## ***A-6 Fatigue et Mécanique linéaire de la rupture***

---

Mots clefs : Ténacité, Fatigue polycyclique et oligo-cyclique, Approches simples (Miner, Goodman, facteurs de concentration de contraintes en fatigue, ...)  
Actions : Encadrement des TD, correction des examens.  
Effectifs : 20 étudiants /an

## ***A-7 Corrosion et Vieillessement***

---

Mots clefs : Corrosion, Oxydation, Corrosion localisée, Protection, Vieillessement, Essais accélérés  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours et TD.  
Effectifs : 100 étudiants /an (amphi), 20 étudiants /an (TD)

## ***A-8 Rhéologie et Mise en Œuvre des Matériaux Polymères***

---

Mots clefs : Généralités, Caractérisation Mécanique et Microstructurale, Rhéologie, Mise en œuvre, Simulations d'injection  
Actions : Mise en place, encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens.  
Effectifs : 15 étudiants/an

## ***A-9 Structures hyperstatiques***

---

Mots clefs : Etudes analytiques par les méthodes des forces et des déplacements  
Actions : Encadrement des TD, correction des examens.  
Effectifs : 20 étudiants /an

## ***A-10 Corrélation Essais-Calculs***

---

Mots clefs : Caractérisation expérimentale mécanique et thermique sur mini-structures (flambement de canettes, traction sur éprouvettes de géométries complexes, analyse inverse d'un essai de micro-indentation ...).  
Actions : Mise en place (collégiale), encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens. Rôle de responsable de l'U.V. associée, qui comprend également un cours sur les grandes transformations et des interventions d'industriels.  
Effectifs : 15 étudiants/an

## ***A-11 Projets industriels***

---

Mots clefs : Réponse à une problématique industrielle impliquant des éléments de technologie, de caractérisation expérimentale et/ou de simulations numériques par EF. Projets de 5 mois à raison d'1 journée/semaine.  
Actions : Mise en place et encadrement des projets.  
Effectifs : 2 trinômes /an

## ***A-12 Matériaux élastomères***

---

Mots clefs : Caractérisation thermomécanique, Microstructure, Modélisations Visco-élastique et hyper-élastique, Modèles moléculaires, Dimensionnement, Simulations numériques.  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours, TD, TP et examens.  
Effectifs : 15 étudiants /an

### ***A-13 Matériaux Polymères pour l'automobile***

---

Mots clefs : Grandes familles, Procédés, Dimensionnement, Applications typiques et challenges  
Actions : Mise en place, encadrement des cours.  
Effectifs : 20 étudiants/an

### ***A-14 Caractérisation-Simulations EF***

---

Mots clefs : Réponse à une problématique industrielle spécifique (EADS, Trelleborg, Cabasse, Esterline, DCNS, ...) impliquant des éléments de caractérisation expérimentale et de simulations numériques par EF, essentiellement pour des problématiques non-linéaires. Projets de 2 mois à raison d'1 à 2 journée/semaine.  
Actions : Mise en place et encadrement des projets.  
Effectifs : 3 monômes /an

### ***A-15 Design of Tools and Plastic Parts***

---

Mots clefs : Polymeric Materials, Thermo-mechanical properties, Automotive applications, Manufacturing processes, Rheology, Focus on injection moulding, Elastomeric materials  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours, TD, TP et examens. Enseignements dispensés en langue anglaise à un public international (Tchèques, Hollandais, Indiens, Mexicains, Colombiens, ...)  
Effectifs : 15 étudiants/an

### ***A-16 Corrosion-Vieillessement en milieu marin***

---

Mots clefs : Corrosion, Corrosion localisée, Protection, Vieillessement, Essais accélérés, Etudes de cas en milieu marin  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours et TD.  
Effectifs : 10 étudiants /an

### ***A-17 Matériaux élastomères***

---

Mots clefs : Caractérisation thermomécanique, Microstructure, Modélisations Visco-élastique et hyper-élastique, Dimensionnement, Simulations numériques  
Actions : Mise en place, encadrement, correction des cours, TD, TP et examens.  
Effectifs : 25 étudiants /an

## ENSEIGNEMENTS DISPENSES A L'IUT DE SAINT-BRIEUC (2003-2005)

Activités d'enseignement effectuées au sein du département Science et Génie des Matériaux en tant que Professeur agrégé de génie mécanique (PRAG, 384 H/an hors heures supplémentaires) réparties à la fois en **première et deuxième années d'IUT** (Science et Génie des Matériaux) mais également en **licence professionnelle "Plastiques et Composites"**.

Années	Formation	Niveau	Type et horaires annuels	Matière	Référence
2003-2005	IUT Saint-BRIEUC	L1	CM (18) TD (36) TP (36)	Matériaux Polymères	B-1
2003-2005	IUT Saint-BRIEUC	L2	CM (16) TD (29) TP (36)	Rhéologie et mécanique des fluides	B-2
2003-2005	IUT Saint-BRIEUC	L3	CM (18) TD (36) TP (36)	Matériaux Polymères et rhéologie	B-3
2003-2005	IUT Saint-BRIEUC	L3	Projets (200 h)	Matériaux polymères et composites	B-4

### ***B-1 Matériaux polymères***

---

Mots clefs : Généralités, Caractérisation Mécanique et Microstructurale, Mise en œuvre (thermoformage, injection, extrusion, chaudronnerie, composites).  
 Actions : Mise en place, encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens..  
 Effectifs : 50 étudiants/an

### ***B-2 Rhéologie et mécanique des fluides***

---

Mots clefs : Fluides newtoniens et non-newtoniens, Rhéométrie, Navier Stokes  
 Actions : Mise en place, encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens.  
 Effectifs : 50 étudiants/an

### ***B-3 Matériaux Polymères et Rhéologie***

---

Mots clefs : Généralités, Caractérisation Mécanique et Microstructurale, Rhéologie, Mise en œuvre, Simulations d'injection  
 Actions : Mise en place, encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens.  
 Effectifs : 20 étudiants/an

## ***B-4 Projets industriels longs en Licence Professionnelle (5 mois)***

---

Mots clefs : Valorisation des algues vertes par réalisation de pots thermoformés  
Définition d'outillage et réalisation de rampes d'infusion en PP extrudé  
Amélioration de la simulation numérique de l'infusion des sandwichs  
Etudes de faisabilité et réalisation de pièces thermoplastiques injectées

Actions : Mise en place et encadrement des projets.

Effectifs : 4 trinômes /an

### **ENSEIGNEMENTS DISPENSES AU COURS DE LA THESE (2000-2003)**

Activités d'enseignement effectuées dans le cadre d'un monitorat au sein du département de génie mécanique (2000-2003), réparties à hauteur de 64 h/ an en **maîtrise et licence de technologie mécanique** (ENS-Cachan/Paris VI).

J'ai également eu l'opportunité d'encadrer des élèves de **l'Ecole Polytechnique** dans le cadre de leur scolarité de 3ème année.

<b>Années</b>	<b>Formation</b>	<b>Niveau</b>	<b>Type et horaires annuels</b>	<b>Matière</b>	<b>Référence</b>
2000-2003	ENS Cachan	L3	CM (4) TD (8) TP (16)	Fabrication de produits (Usinage)	C-1
2000-2003	ENS Cachan	L3	TP (20)	CFAO (Usinage)	C-2
2000-2003	ENS Cachan	M1	Projets (25)	CFAO-Métrologie-Usinage-Injection	C-3
2001-2003	Ecole Polytechnique	M2	Projets (25)	Rhéologie des fluides complexes	C-4

### ***C-1 Module de Fabrication de produits (Option usinage)***

---

Mots clefs : Usinage, Bases technologiques, Gammes de fabrication, Conditions de coupe

Actions : Mise en place, encadrement, des cours, TD, TP et correction des examens.

Effectifs : 30 étudiants/an

### ***C-2 Module de CFAO (Partie usinage)***

---

Mots clefs : CFAO sur CATIA V4 et V5, Gamme de fabrication, Usinage sur centre CN

Actions : Mise en place et encadrement des TP.

Effectifs : 30 étudiants/an

### ***C-3 Projets ENS Cachan***

---

Mots clefs : Rétroconception, métrologie, CFAO, Usinage, Injection plastique/moulage  
cire perdue  
Actions : Mise en place et encadrement des projets.  
Effectifs : 2 trinômes /an

### ***C-4 Projets d'Etudes d'Approfondissement (EA) Ecole Polytechnique***

---

Mots clefs : Rhéologie élongationnelle à chaud, Cristallisation sous contrainte  
Actions : Mise en place et encadrement des projets.  
Effectifs : 2 trinômes /an



# DETAILS DES PROJETS DE RECHERCHE

## Projet DURAFIP (FUI 2012-2015) et thèse de L. Serrano

**Rôle :**

Responsable scientifique pour l'ENSTA Bretagne;  
Co-encadrant de la thèse (avec V. Le Saux).

**Titre :**

Durabilité des Polyamides renforcés de fibres de verre

**Partenaires industriels:**

Rhodia (porteur), PSA, Trelleborg, Toyota, Promold, Xiltrauto, ADI, AXS

**Partenaires académiques :**

Université Catholique de Louvain, CEMEF-Mines de Paris, ENSAM Paristech, LMGC

**Labelisations :**

MOVEO, AXELERA, ID4Car

**Montant :**

5,2 M€ (2,2 M€ financés)

**Résumé :**

Ce projet est très vaste et nous n'intervenons que sur des objectifs partiels. Les apports attendus de notre contribution au projet sont de comprendre les liens entre la microstructure, le chargement thermo (hygro)-mécanique et les mécanismes de fatigue (sites d'initiation, scénarii d'évolution, critère de rupture) afin de proposer/valider un critère de fatigue applicable sur structure complexe.

**Mots-clefs :**

Thermoplastiques fibres courtes ; Effets du procédé ; Auto-échauffement ; Micro-tomographie ; Critère énergétique ; Eprouvettes de structures ;

## Projet PROFEM (ANR Programme MATEPRO 2011-2014) et thèse d'I. Masquelier

**Rôle :**

Coordinateur du projet et responsable scientifique pour l'ENSTA Bretagne;  
Co-encadrant de la thèse (avec S. Calloch, V. Le Saux, B. Huneau et P. Pilvin).

**Titre :**

Influence du Procédé sur la Fatigue des Matériaux Elastomères

**Partenaires industriels :**

Trelleborg Modyn, LRCCP

**Partenaires académiques :**

LimatB (UBS), GeM (ECN)

**Labelisations :**

ID4Car, EMC2, Elastopole

**Montant :**

1,3 M€ (605 k€ financés)

**Résumé :**

Il s'agit ici d'améliorer la compréhension de l'influence du procédé de fabrication des matériaux élastomères (formulation, mélangeage, injection) sur leurs propriétés en fatigue. L'approche se veut multi-échelle et les outils développés décrivent les mécanismes et scénarii de ruine pour un matériau homogénéisé comme pour des aspects structuraux (gradients de comportement, effet du plan de joint, ...).

**Mots-clefs :**

Matériaux élastomères ; Procédé ; Auto-échauffement ; Micro-tomographie ; Micro-dureté ; Modèles micro-macro ;

**Thèse de L.Jégou  
(PRAG, contrat TRELLEBORG-MODYN, 2008-2012)**

**Rôle :**

Co-encadrant de la thèse (avec S. Calloch).

**Descriptif :**

L'objectif de ces travaux de thèse est de permettre le développement d'une démarche de caractérisation rapide des propriétés à la fatigue pour des composites fortement renforcés de fibres courtes (ici du polyamide chargé de fibres de verre à 50% en masse). Cette démarche couple des mesures par thermographie infra-rouge à un critère de fatigue basé sur l'énergie dissipée. La corrélation des indicateurs thermomécaniques et microstructuraux est investiguée par micro-tomographie aux rayons X. L'influence de nombreux facteurs d'ordre 1 ou 2 est étudiée (géométrie, humidité, orientation des fibres, distribution des longueurs de fibres, ...) et une courbe unifiée très satisfaisante entre l'énergie dissipée et le nombre de cycles à rupture est dégagée. Ces travaux ont aussi permis d'appliquer la technique de caractérisation thermographique pour détecter des gradients à l'échelle de l'épaisseur de l'éprouvette, mais également d'évaluer rapidement la durée de vie pour des essais sur pièces.

**Mots-clefs :**

Thermoplastiques fibres courtes ; Effets du procédé ; Auto-échauffement ; Micro-tomographie ; Critère énergétique ;

**Thèse d'A. Launay  
(CIFRE PSA, 2008-2011)**

**Rôle :**

Co-encadrant de la thèse (avec H. Maitournam du LMS et I. Raoult de PSA).

**Descriptif :**

Les travaux de cette thèse visaient à développer une démarche de dimensionnement à la fatigue des composants automobiles en thermoplastiques à fibres courtes (ici du polyamide 66 chargé à 35 % en masse). La première étape est la proposition d'une loi de comportement cyclique, qui modélise les composantes non linéaires du comportement (viscoélasticité, viscoplasticité, adoucissement) pour différentes conditions d'environnement (température et taux d'humidité). Le modèle anisotrope décrit le lien avec le procédé d'injection, en s'appuyant explicitement sur la distribution d'orientation des fibres prédite par des logiciels de simulation d'injection, et est validé sur structures.

La connaissance des chargements mécaniques locaux et des mécanismes non linéaires permet de construire un critère de fatigue fondé sur la densité d'énergie dissipée par cycle. Ce critère, proposé à partir d'essais multiaxiaux de la littérature, est ensuite identifié et appliqué avec succès sur le matériau de l'étude, pour différentes microstructures, conditions hygrothermiques et histoires de chargement.

**Mots-clefs :**

Thermoplastiques fibres courtes ; Modèle phénoménologique elasto-visco-plastique ; Anisotropie et dépendance à l'environnement ; Critère de fatigue énergétique ;

**Projet FEMEM (Région Bretagne 2007-2011)  
et thèse de V. Le Saux**

**Rôle :**

Coordinateur du projet et responsable scientifique pour l'ENSTA Bretagne;  
Co-encadrant de la thèse (avec S. Calloch).

**Titre :** Fatigue et vieillissement des élastomères en milieu marin  
**Partenaires industriels :** Trelleborg Modyn, DCNS, Ifremer  
**Labelisations :** Pôle « Mer » Bretagne  
**Montant :** 630 k€ (248 k€ financés)

**Résumé :**

Cette étude s'est intéressée à la fatigue et au vieillissement des matériaux élastomères pour deux types d'applications : le vieillissement thermique des pièces anti-vibratoires (pièces machines, suspension de lignes d'arbres, ...) et le vieillissement en environnement marin (joints d'étanchéité en zone portuaire, corps de pipeline pour les applications offshores). Ce projet a vu le développement de démarches d'analyse du vieillissement en conditions thermiques et marines (essais accélérés, identification inverse du comportement local sur la base d'essais de micro-dureté instrumentée), ainsi que la mise en place d'une démarche de caractérisation rapide des propriétés en fatigue des matériaux élastomères chargés, permettant de passer de 3 semaines de tests et 50 éprouvettes à 2 jours et 5 éprouvettes.

**Mots-clefs :**

Matériaux élastomères ; Vieillissements thermiques et marin ; Auto-échauffement ;  
Micro-tomographie ; Micro-dureté ;



# Partie 2 :

## DOCUMENT SCIENTIFIQUE

- **A- Introduction et vision globale**
- **B- Fatigue de matériaux hétérogènes :  
dimensionnement et caractérisation rapide**
- **C- Influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine**
- **D- Perspectives**
- **E- Bibliographie**



# A- Introduction et vision globale

## 1- Contextes industriels

Mes travaux de recherche actuels visent principalement à **optimiser les démarches de dimensionnement en fatigue des pièces industrielles**, en particulier pour les matériaux hétérogènes que sont les élastomères chargés et les thermoplastiques renforcés de fibres courtes.

Cette volonté d'optimisation porte sur :

- **l'amélioration de la démarche de conception** (proposition de loi de comportement et de critère de fatigue pertinents, compréhension de l'influence du procédé et de l'environnement de service) pour optimiser les compromis entre poids, coûts et performance ;
- la **réduction des temps de caractérisation de la durabilité (fatigue et vieillissement)** de ces matériaux dans le cas d'éprouvettes et de pièces. Ce dernier point est crucial pour ces matériaux organiques, très sensibles d'une part à leurs conditions de service, et présentant d'autre part un comportement dissipatif sous chargement cyclique qui limite l'usage de fréquences élevées pour les tests de fatigue.

Les paragraphes ci-dessous décrivent succinctement les différents contextes industriels abordés, pour les deux grands types de matériaux investigués.

### a. Matériaux élastomères

- **Fatigue et vieillissement thermo-oxydatif de pièces anti-vibratoires automobiles**



La première difficulté du dimensionnement de ces pièces provient d'un cahier des charges exigeant : chargements temporels complexes et multi-axiaux, fréquences variées, températures variables. La seconde, d'un comportement cyclique complexe : forte non linéarité et grandes déformations, effets Payne et Mullins, couplages à court et moyen termes à l'environnement, fort auto-échauffement. En outre, les matériaux élastomères sont issus de formulations très diverses, par un procédé multipliant la variabilité des paramètres, pour l'étape de mélangeage comme pour celle de l'injection, ce qui rend le choix optimal difficile.

Ces difficultés intrinsèques sont aujourd'hui complexifiées par les normes environnementales EURO 5 et REACH. La première cherche à réduire les émissions de CO<sub>2</sub> en préconisant des températures de moteur plus élevées (donc des conditions de service plus sévères), la seconde interdit l'usage de nombreux composants chimiques, ce qui nécessite la qualification de nouvelles formulations. Enfin, le contexte automobile mondialisé réduit les temps de développement, de qualification des prototypes, et induit des exigences accrues de compacité, poids, performances et coûts.

Les études menées dans ce contexte cherchent à réduire le temps de caractérisation en fatigue (FEMEM, PROFEM) et à proposer des protocoles de vieillissement thermo-oxydatifs accélérés (FEMEM et contrats Trelleborg). Les études en cours ou démarrant prochainement visent en particulier à mieux décrire l'influence du procédé de fabrication sur la tenue en fatigue (PROFEM), ainsi que les effets de cumul, en particulier pour les chargements multi-axiaux (thèse de C. Champy).

- **Fatigue et vieillissement en milieu marin : tubes offshore et joints portuaires**

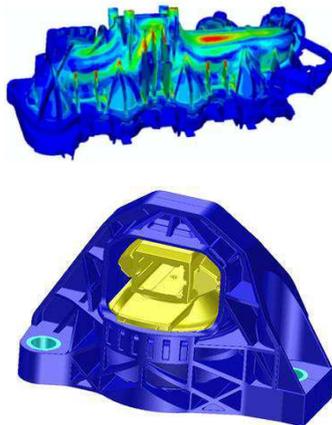


L'objectif pour ces deux types d'applications est double. Il est tout d'abord nécessaire de passer avec succès les certifications de mise en service, qui sont naturellement sévères pour limiter les risques environnementaux. Cette étape de certification nécessite la caractérisation des joints neufs et vieillis, ainsi que la validation par simulation numérique de la structure proposée. Le deuxième point concerne la

prédiction des périodes de maintenance et la réduction des fréquences de contrôle, dans la mesure où les coûts d'intervention sont lourds. Cette évolution ne peut se faire au détriment de la fiabilité car les contraintes environnementales sont évidentes et les arrêts de production extrêmement coûteux.

Les études menées dans ce contexte cherchent à réduire le temps de caractérisation en fatigue et à proposer et valider des protocoles de vieillissement accélérés en milieu marin (FEMEM).

### **b. Thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes**



L'un des impératifs actuels de l'industrie automobile est de réduire le poids des véhicules, pour réduire la puissance embarquée, le coût, la consommation affichée et les émissions de CO<sub>2</sub>. Les thermoplastiques renforcés de fibres courtes font figure de candidats idéaux pour le remplacement de pièces métalliques (intégration de fonction, mise en forme par injection autorisant les hautes cadences, ratio coût/performance acceptable).

Néanmoins, ce choix, viable économiquement, complique incroyablement la tâche des concepteurs. Tout d'abord, ces matériaux sont beaucoup plus sensibles à leurs conditions de service (température, humidité), en particulier dans un contexte d'utilisation pour des zones climatiques très

diverses. Les températures d'utilisation sont par ailleurs le plus souvent très proches de la température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) de ces matériaux, ce qui active l'ensemble des composantes du comportement (visco-élasticité, visco-plasticité, endommagement, ...). Enfin, la mise en œuvre par injection de ces matériaux composites génère un couplage extrêmement fort entre la géométrie de la pièce, les paramètres du procédé, et les propriétés mécaniques locales. Ces difficultés de dimensionnement, déjà sensibles pour des applications du circuit d'air, deviennent cruciales pour des pièces de structure telles que les pièces de suspension du moteur. Les études menées s'attaquent aux différents aspects clefs de la problématique industrielle : proposition d'une loi de comportement riche et intégrant les effets de l'environnement et du procédé (thèse d'A. Launay), détermination d'un critère de dimensionnement en fatigue (thèses d'A. Launay et de L. Jégou), caractérisation rapide en fatigue de pièces et d'éprouvettes (thèse de L. Jégou), extension des démarches existantes aux détails critiques structuraux et intégration des effets de cumul (projet DURAFIP). Les matériaux considérés sont des polyamides renforcés de fibres de verre (respectivement à 35 et 50 % en masse), et seront notés dans la suite PA66-GF35 et PA66-GF50.

## 2- Problématiques scientifiques et points abordés

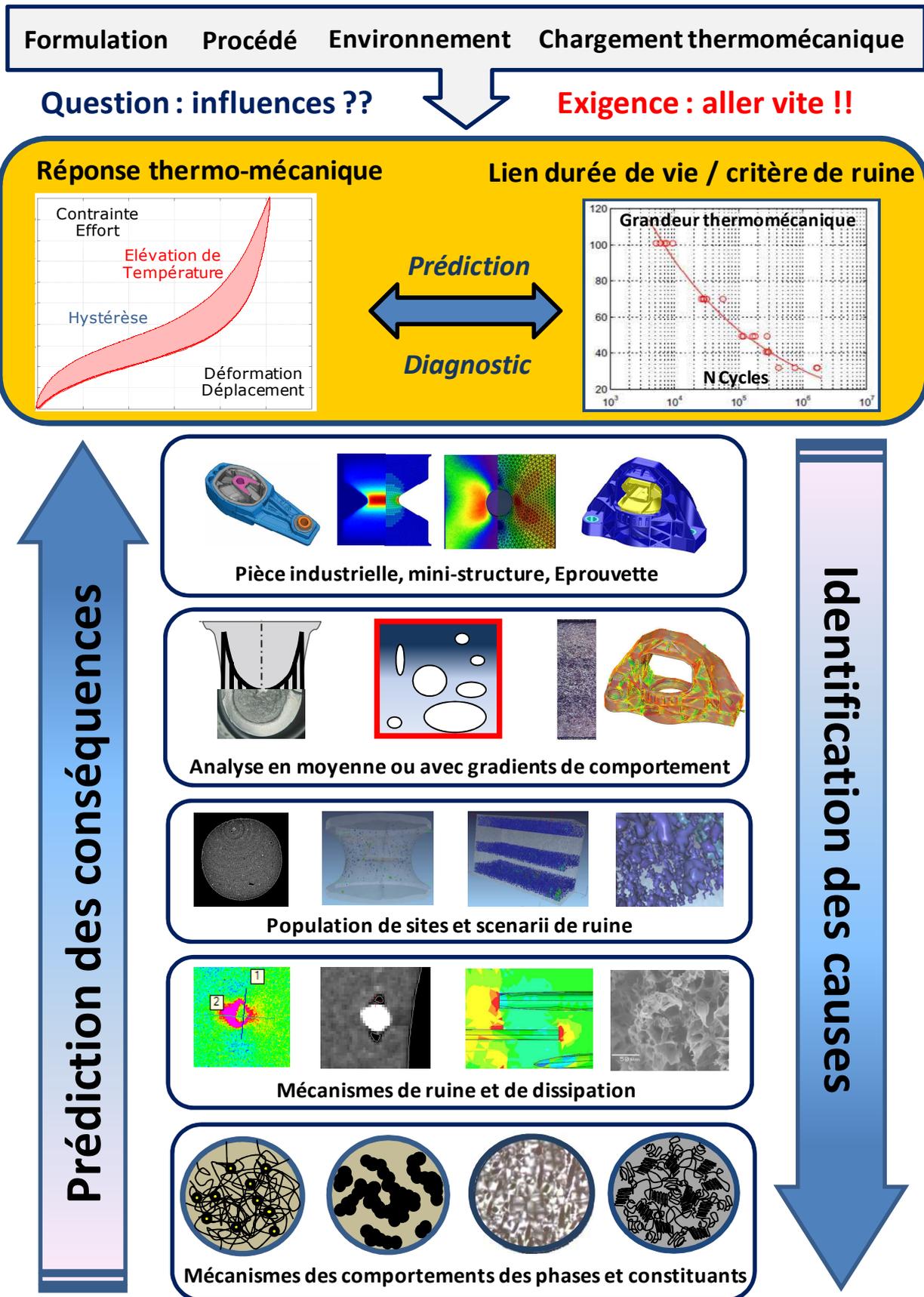


Figure 1 : Illustration des problématiques industrielles et scientifiques

La figure 1 synthétise les attentes de l'ingénieur pour ces différents contextes industriels : il est nécessaire de prévoir la réponse thermomécanique locale du matériau (pour la pièce finale ou des éprouvettes), puis de disposer d'une grandeur thermomécanique pertinente et reliée à la durée de vie au travers d'un critère de ruine (en fatigue, par exemple), afin de prédire la durée de vie de la structure. Ces outils de dimensionnement prédictifs peuvent être également utilisés pour effectuer un diagnostic sur une structure existante et qualifier sa réponse à un chargement donné. Dans les deux cas, l'exigence industrielle principale, outre la fiabilité de la démarche, est la réduction du temps de développement, ce qui passe par des démarches de modélisation et de simulation raisonnables (nombres de paramètres, temps de calcul) et par des protocoles de caractérisation aussi efficaces que possible.

Ces objectifs à vocation applicative forte soulèvent des problématiques scientifiques nombreuses, reliées à une transition d'échelle complexe. La figure 1 illustre quelques unes des échelles pertinentes pour les deux grandes familles de matériaux étudiés. La difficulté pour ces matériaux, vient non seulement de la multiplicité des échelles impliquées, mais également de la complexité des mécanismes, activés simultanément, pour les environnements de service considérés : visco-élasticité, visco-plasticité, endommagement, changements de phases, de microstructure, de composition. Il est par conséquent ardu de comprendre, modéliser, identifier les liens entre les mécanismes pilotant le comportement et la ruine de ces matériaux à des échelles intermédiaires et les manifestations macroscopiques. La réponse à ces questions passe par une combinaison des démarches de prédiction (d'homogénéisation) ou d'identification (de localisation).

Avant de décrire les travaux de recherche réalisés en suivant une logique thématique, ce qui sera fait dans le corps du document, il m'a paru intéressant de broser un panorama des aspects investigués pour les différentes échelles impliquées. Les paragraphes suivants reprennent ainsi les échelles identifiées sur la figure 1, expliquent les difficultés puis synthétisent les points abordés et les démarches adoptées.

#### **a. Mécanismes de comportement des phases et constituants**

Ce premier bloc est assez étendu puisqu'il recouvre l'échelle des macromolécules, organisées en réseaux réticulés ou non, semi-cristallin ou non, mais également celle des phases et constituants, organisés en sphérolites, réseaux, percolants ou non, de charges de faibles dimensions (*i.e.* inférieures au micron) ou de phases différentes (élastomères co-polymères, par exemple).

Ces échelles sont cruciales pour les matériaux considérés car elles permettent la compréhension fondamentale du comportement en se basant sur :

- la mobilité des chaînes. Celle-ci présente plusieurs temps caractéristiques, évolue suivant la phase considérée et la distance aux interfaces, ainsi qu'avec les molécules présentes dans la formulation initiale ou absorbées en cours d'utilisation ;
- l'évolution des conformations de réseaux de chaînes ou de charges. On évoquera ici les coupures de chaînes, l'évolution de la densité de réticulation, la structuration des réseaux de charges, avec éventuellement des interactions avec la conformation des chaînes moléculaires (via les concepts de gomme occluse et gomme liée), les changements de phases.

Certains mécanismes de ruine interviennent également à ces échelles (plasticité cristalline, rupture de sphérolites, rupture d'interface charge/chaînes, rupture de chaînes, ...) et peuvent contribuer à la rupture macroscopique, même pour ces matériaux très hétérogènes.

Dans les études menées, cette échelle est abordée principalement pour les problématiques de vieillissement des matériaux élastomères (milieu marin et thermo-oxydatifs) pour lesquelles des collaborations avec Ifremer (P-Y. Le Gac) et l'IMN (M. Paris) ont permis d'investiguer les mécanismes physiques à l'œuvre, à l'aide de diverses techniques (FTIR, Raman, RMN en phase solide).

En ce qui concerne les propriétés en fatigue des matériaux élastomères, une collaboration est en cours avec le LimatB (P. Pilvin) dans le cadre du projet PROFEM pour adapter le modèle micromécanique développé dans la thèse de B. Omnès [51] et permettre de décrire les mécanismes dissipatifs et endommageants à ces échelles.

Pour les thermoplastiques chargés de fibres de verre, l'analyse s'est bornée pour l'instant à une vérification de l'homogénéité du taux de cristallinité dans les éprouvettes et structures considérées, pour s'abstraire de cette échelle supplémentaire. Ces aspects pourraient être abordés dans le cadre du projet DURAFIP en profitant de l'expertise de Rhodia pour générer des variations à cette échelle et en tester les conséquences pour la fatigue aux échelles supérieures.

*Références associées : [1-28]*

## **b. Mécanismes de ruine et de dissipation**

La dénomination de cette échelle est bien sûr discutable puisque, comme évoqué au paragraphe précédent, des mécanismes de ruine et de dissipation sont également présents aux échelles inférieures. Les questions à résoudre sont justement d'isoler l'échelle pertinente d'analyse, et de dissocier les mécanismes dissipatifs ne participant pas ou peu à la fatigue de ceux qui y contribuent à l'ordre 1. L'échelle considérée ici est celle des inclusions de grande taille (i.e. dont l'une des dimensions caractéristiques est supérieure à 50 microns) qui sont classiquement identifiées, pour les matériaux hétérogènes considérés, comme les sites d'initiation du scénario de rupture finale. Cette échelle est également intéressante car elle permet de combiner différentes techniques standard d'observation (MEB, tomographie, dispergrader, ...).

Pour les matériaux thermoplastiques, les mécanismes de ruine à l'échelle des fibres ont été investigués de manière classique, essentiellement sur la base d'observations au MEB et permettent de retrouver les mécanismes classiques de la littérature, à l'exception des décohésions fibres-matrices, qui semblent se produire au voisinage de la fibre et non plus directement à l'interface. Ceci peut être expliqué par l'amélioration de l'ensimage au fil du développement de ces matériaux. Ces observations illustrent l'importance de la ductilité de la matrice sur les faciès observés et permettent la compréhension de l'influence des conditions environnementales (température, humidité), mais également celle des cartographies de température observées à l'échelle de l'éprouvette ou de la mini-structure. En se basant sur des microstructures générées à l'aide d'un code commercial (Digimat®), la correspondance entre les zones préférentielles d'amorçage et les zones de forte pression hydrostatique a également été validée. Les études menées montrent par ailleurs que la question de l'échelle pertinente d'investigation des sites de fatigue reste posée, car les

mécanismes peuvent être considérés à l'échelle des sphérolites, à l'échelle d'une ou deux fibres, mais également à l'échelle des paquets de fibres et des zones contigües où elles sont moins concentrées.

Pour les matériaux élastomères, des observations à l'aide de MEB et par sonde EDS ont été réalisées pour identifier la nature des inclusions ayant généré l'amorçage, mais les principaux résultats ont été obtenus par micro-tomographie aux rayons X. Les observations, réalisées pour du polychloroprène renforcé de silice et de noirs de carbone et pour du caoutchouc naturel renforcé de noirs de carbone, ont permis la visualisation en 3 dimensions des cavités. Trois principaux mécanismes ont été identifiés : la décohésion de la matrice aux pôles de l'inclusion, la rupture de l'inclusion, la création de vides par cavitation entre des inclusions proches et alignées suivant la direction de sollicitation locale.

Cette description très intéressante vis-à-vis des mesures MEB classiques, reste cependant géométrique, au mieux cinématique pour des mesures *in-situ*. De manière à permettre la caractérisation de la réponse mécanique à cette échelle, et en particulier pour déterminer les mécanismes de dissipation, nous développons dans la thèse d'I. Masquelier (projet PROFEM) des mesures thermomécaniques à l'échelle de ces inclusions, qui semblent à même de donner des résultats extrêmement intéressants.

*Références associées : [29-57]*

### **c. Population de sites et scenarii de ruine**

Dans les études menées, le choix est fait d'adopter une démarche en initiation des défauts, soit parce que la phase de propagation est très rapide pour les thermoplastiques fibrés, soit parce que c'est le critère de dimensionnement utilisé pour les applications visées, pour les matériaux élastomères. Les scenarii de ruine sont donc décrits jusqu'au critère d'amorçage macroscopique (apparition d'une fissure millimétrique, chute de raideur correspondante, rupture locale ou totale le plus souvent pour les matériaux thermoplastiques fibrés).

Pour les matériaux thermoplastiques renforcés, la faible dimension, la tortuosité des cavités autour des fibres et les artefacts générés par les fibres rendent difficile la caractérisation de l'endommagement. Dans les études menées, des analyses par micro-tomographie aux rayons X ont été réalisées. La résolution, de l'ordre du diamètre des fibres ne permet pas de trancher sur la nature des phénomènes (plasticité ou endommagement) mais paraît cependant offrir la possibilité de décrire les sites de fatigue (localisation, évolution en nombre et taille en fonction du chargement). Dans les études menées, cette caractérisation de la population de sites n'est pas utilisée de manière quantitative mais permet une corrélation aux mesures thermomécaniques et conforte l'analyse des courbes d'auto-échauffement.

Pour les matériaux élastomères, les mesures par micro-tomographie aux rayons X d'un polychloroprène ont permis de décrire l'évolution de la population de défauts au cours d'essais de fatigue interrompus et ce, pour différents paliers d'auto-échauffement. Ces données ont alimenté la discussion de différents critères de ruine et surtout permis de dégager une courbe maîtresse reliant la déformation maximale locale à la densité volumique de défauts. La même approche est actuellement appliquée à d'autres formulations dans le cadre du projet PROFEM. Celles-ci

présentent des caractéristiques très variées, ce qui soulève les problématiques classiques d'adaptation des scénarii de ruine (compétition de mécanismes de surface et de volume, poids d'un défaut critique vis-à-vis d'un endommagement diffus, par exemple).

*Références associées : [58-69]*

#### **d. Analyse en moyenne ou avec gradients de comportement**

L'échelle considérée ici est celle de la section d'une pièce ou d'une éprouvette. Elle recouvre en fait deux échelles proches, qui sont celle de la population des sites de fatigue évoqués au paragraphe précédent et celle de la description des gradients de propriétés (générés par le procédé et/ou l'environnement). Dans les études menées, le volume correspondant peut être considéré soit de manière moyenne (même si, comme l'illustre la figure 1, il présente des hétérogénéités ou des gradients), soit décrit à l'aide d'une échelle intermédiaire, permettant de rendre compte des gradients de propriétés.

Imaginons tout d'abord le cas d'une section sans gradient de propriétés. Dans le cadre du dimensionnement à la fatigue, l'objectif est de pouvoir caractériser (si possible rapidement) la tenue en fatigue de l'élément de volume associé, d'y associer un critère thermomécanique, et en vue du calcul de structures, de pouvoir prédire l'état local par une loi de comportement *ad-hoc*. A la vue des résultats obtenus aux échelles inférieures et décrivant les mécanismes et l'évolution de la population de défauts, il paraît tentant d'utiliser ces données pour calculer la réponse thermomécanique à l'échelle du site, puis d'évaluer une réponse globale en se basant sur la description statistique de la population. Cependant, même en disposant d'informations microstructurales riches (par exemple dans le cas du polychloroprène) la transition vers le volume de l'éprouvette reste très complexe pour ces matériaux. En effet, leur comportement présente de multiples mécanismes non linéaires (plasticité, viscosité, endommagement, changement de phase) ce qui rend l'homogénéisation difficile, pour le comportement, comme pour le critère de ruine. La deuxième difficulté, sensible en particulier pour les thermoplastiques fibrés, reste la définition de la bonne échelle de description des mécanismes de fatigue. Une approche moyenne a donc été retenue pour les thermoplastiques comme pour les élastomères. Les collaborations en cours devraient permettre de tester les développements actuels des techniques d'homogénéisation pour les matériaux élastomères (PROFEM), comme pour les matériaux thermoplastiques (DURAFIP).

En ce qui concerne les thermoplastiques fibrés, un critère énergétique à deux paramètres utilisant l'énergie cyclique moyenne dissipée par cycle a montré son efficacité pour unifier la réponse en fatigue de nombreux paramètres (température, humidité, orientation des fibres, multi-axialité du chargement,...). Le développement d'une loi de comportement phénoménologique riche a également permis d'accéder à la prédiction de la réponse et de la tenue en fatigue d'éprouvettes et de structures. Associé à l'identification des termes sources à partir des mesures de température, ce type de critère a permis d'appliquer de manière très efficace des essais d'auto-échauffement. La réduction des temps de caractérisation et du nombre d'éprouvettes est drastique (1 éprouvette et 2 jours suffisent à obtenir une courbe déterministe). Les études menées à court terme, et adoptant cette approche moyenne, chercheront à décrire les effets de cumul et à intégrer la prédiction de la dispersion en fatigue.

Dans le cas des élastomères, nous avons illustré que la multiplicité des mécanismes dissipatifs rendait difficile l'utilisation de l'énergie moyenne totale dissipée par cycle. Dans le cas du polychloroprène, il a été possible de pondérer cette énergie (évaluée à partir des mesures de température), par l'évolution de la population de sites de fatigue en fonction du chargement (évaluée par micro-tomographie aux rayons X). Un critère énergétique à un seul paramètre est alors suffisant pour décrire la courbe de fatigue déterministe à partir de la courbe d'auto-échauffement. Le développement de cette technique de caractérisation rapide s'oriente actuellement, d'une part vers la caractérisation d'autres formulations qui nécessitent éventuellement la mise en place de scénarii de ruine différents, et d'autre part vers l'intégration de chargements plus complexes (cumul, interruptions, multi-axialité). Enfin, il est important de mentionner que ces techniques de mesure fine de la réponse thermomécanique ont également permis de caractériser qualitativement les changements de phase (cristallisation sous contrainte) sur la base de l'hystérèse thermique, ce qui appelle d'autres développements intéressants.

Dans les faits, les gradients sont difficiles à éviter, qu'ils soient induits par le procédé d'obtention, ou l'environnement de service ou de test. Dans une démarche de dimensionnement, il est donc nécessaire de comprendre et modéliser les phénomènes pilotant ces gradients, qu'il s'agisse de modélisation rhéologique ou de réactions physiques (extraction/absorption de composant) ou chimiques (diffusion et consommation d'espèces). L'étape suivante, qui peut également servir à alimenter la compréhension des phénomènes, est de caractériser l'évolution, spatiale et temporelle, des propriétés mécaniques (comportement et critères de ruine) en fonction des variables pertinentes retenues (tenseur d'orientation des fibres, densité de réticulation, formation/disparition de groupes ou liaisons chimiques, consommation d'oxygène, ...).

Les thermoplastiques fibrés considérés sont mis en forme par injection et utilisent une matrice fortement hydrophile. Les deux principaux gradients constatés dans l'épaisseur sont donc générés par l'orientation des fibres et l'absorption d'eau. Même si les modèles cinétiques de diffusion d'eau restent à optimiser et font l'objet d'une étude spécifique actuellement, les travaux menés ont permis d'illustrer qu'on ne pouvait s'abstraire d'intégrer ces aspects pour le dimensionnement des pièces sous capot. Une caractérisation mécanique riche, pour des environnements maîtrisés en température et humidité, a permis de dégager des courbes maîtresses de dépendance des paramètres d'un modèle visco-elasto-plastique endommageable. La variable pilotant ces courbes maîtresses est l'écart de la température à la  $T_g$  (qui dépend, elle de l'absorption d'eau).

La description du gradient de comportement mécanique lié à l'injection est cruciale car la microstructure obtenue est composée d'une « peau » figée au contact du moule et d'une zone centrale (le « cœur ») et elle présente de très fortes hétérogénéités d'orientation. Cette description se fait sur la base des outils industriels actuellement disponibles et qui donnent accès, de manière plus ou moins pertinente suivant les cas d'écoulement, aux tenseurs locaux d'orientation des fibres. Ces tenseurs servent de donnée d'entrée pour déterminer la loi de comportement locale par couche, et ainsi décrire le comportement de ces matériaux dans une section donnée. Cette démarche est également appliquée à l'échelle supérieure pour décrire les gradients de propriétés dans les autres directions. Cette intégration des gradients s'arrête pour l'instant à la prédiction du comportement local, sans décrire un critère local de ruine. Les derniers

développements menés cherchent à identifier les hétérogénéités de termes sources à l'échelle de l'épaisseur d'une éprouvette afin de proposer une corrélation à la microstructure « cœur-peau » et d'alimenter la réflexion sur l'échelle d'analyse des mécanismes de fatigue.

Pour les matériaux élastomères, les gradients peuvent également être induits par le procédé (hétérogénéité de cuisson, influence de l'écoulement sur la dispersion spatiale et la distribution des tailles des particules, par exemple) et par l'environnement de service.

Les études menées se sont intéressées tout d'abord à ce dernier cas, pour le vieillissement thermo-oxydatif du caoutchouc naturel et le vieillissement en milieu marin du polychloroprène. La problématique principale est ici de maîtriser suffisamment les effets de ces environnements pour proposer des protocoles de vieillissement accélérés et prédire leur influence sur la tenue mécanique des pièces (en service) ou des éprouvettes lors d'essais longs (lors de caractérisation classique en fatigue). Comme évoqué au paragraphe A.2.a, les phénomènes physiques ont été investigués à l'échelle des réactions moléculaires, ce qui a permis d'identifier certains mécanismes, de valider les protocoles accélérés et dans certains cas de proposer des modèles cinétiques. Cette échelle de caractérisation est cependant difficilement exploitable pour alimenter directement une démarche de calcul de structures. Inversement, se baser sur des essais macroscopiques standards sur éprouvettes vieilles, sans se préoccuper des gradients de propriétés induits, conduit clairement à de forts artefacts tant sur le comportement que sur les critères de ruine (statiques ou de fatigue). Il nous est donc apparu comme crucial d'introduire une échelle intermédiaire, au moyen de caractérisation par micro-dureté instrumentée. Au delà de la corrélation, intéressante, des gradients d'un indicateur mécanique scalaire à ceux détectés par les mesures physico-chimiques, l'enjeu est ici d'accéder aux paramètres locaux des lois de comportement pour permettre la passerelle entre les variables physico-chimiques et les calculs de structure. Cette identification est réalisée par l'analyse inverse de l'essai de micro-dureté, sur la base des données expérimentales (effort, déplacement) de l'indenteur. La boucle d'identification utilise un code par éléments finis couplé à des outils d'optimisation. Dans le cas d'élastomères non chargés, les paramètres matériaux identifiés à cette échelle sont utilisés avec succès pour prédire le comportement macroscopique. Ce résultat est obtenu pour des cas homogènes mais également dans le cas d'éprouvettes vieilles présentant des gradients de différentes intensités. Dans le cas des matériaux chargés, cette transition d'échelle se heurte à la proximité d'échelles évoquée plus haut, entre la discrétisation spatiale nécessaire à la description du gradient (200 microns, par exemple pour une éprouvette de 2 mm) et la taille caractéristique des plus grosses inclusions (50 à 200 microns également). De manière à résoudre cette difficulté, les études en cours visent à maximiser le ratio entre le volume et la profondeur affectés, pour homogénéiser la mesure. Par ailleurs, la technique reste en l'état un moyen précieux d'évaluer un volume de VER minimal.

L'analyse des gradients induits par le procédé, menée dans le cadre du projet PROFEM, profitera bien évidemment des outils déjà développés.

La suite logique de l'analyse à cette échelle sera d'appliquer les outils thermomécaniques développés pour la caractérisation en fatigue à des éprouvettes présentant des gradients de propriétés.

*Références associées : [70-116]*

### **e. Pièces industrielles, mini-structures, éprouvettes**

Evoquons à présent la dernière échelle, celle de la caractérisation « classique » du comportement et des critères de ruine, qui utilise des éprouvettes, simples ou complexes, et des structures. Le cas des éprouvettes simples se rapporte ici aux cas pour lesquels on considère une variation négligeable des propriétés et du chargement dans le volume utile. Il peut ainsi se ramener à l'échelle précédente, que l'approche utilisée soit moyenne ou intégrant les gradients de propriétés dans la section. Ce paragraphe se consacre donc au cas des éprouvettes complexes et des structures, qui présentent des gradients de micro-structure et / ou de champs thermomécaniques.

Pour l'étude de la fatigue des matériaux élastomères, l'éprouvette majoritairement utilisée est une éprouvette « diabolo », permettant de localiser la zone de sollicitation maximale et donc la rupture en fatigue, en évitant la multiplicité des scénarii de ruine (par exemple, cavitation à l'interface avec les inserts métalliques). Cette géométrie induit des champs mécaniques locaux hétérogènes, radialement et longitudinalement. Cette complexité génère bien sûr des difficultés, et en particulier nécessite des simulations par éléments finis pour évaluer les champs locaux de déformation et de contrainte, mais elle permet également d'obtenir en une seule éprouvette, une base de données très riche. Ce type d'analyse s'est révélé très fructueux en particulier pour deux aspects : d'une part pour enrichir l'analyse des populations de sites de fatigue et d'autre part pour assurer une identification très efficace d'un modèle de la littérature reliant l'énergie élastique à l'énergie cyclique dissipée, à partir de la réponse thermique spatiale et temporelle. Ce dernier point est extrêmement important dans le cas d'éprouvettes complexes et massives car la détermination des champs de sources volumiques à partir des données de température de surface ne se satisfait évidemment plus des hypothèses classiques de simplification de l'équation de la chaleur.

Comme évoqué au paragraphe A.2.b, nous cherchons dans le projet PROFEM à caractériser les champs de sources à l'échelle de la microstructure. De manière à calibrer les techniques de caractérisation des gradients de champs de sources, des éprouvettes minces percées d'une entaille centrale circulaire sont utilisées. Les techniques développées permettent de décrire avec de très bonnes résolutions spatiales et énergétiques les champs de sources induits, mais permettent également, au cours du même essai, le suivi des champs cinématiques par corrélation d'images grâce à des micro-marqueurs d'émissivité différente.

Pour les éprouvettes et les structures injectées en matériaux thermoplastiques, le couplage entre la géométrie et la microstructure est très fort, ce qui génère simultanément des gradients de propriétés et de sollicitation. Différents niveaux de complexité ont été abordés dans les études menées. Le premier niveau considère une géométrie standard d'éprouvette, mais injectée simultanément par les deux extrémités, ce qui induit une ligne de soudure au milieu de la zone utile. L'application du protocole d'auto-échauffement a permis de montrer que, du fait de la faible conductivité thermique de ces matériaux, il était possible de caractériser et prédire la tenue en fatigue différente du matériau à la ligne de soudure et hors de la ligne de soudure.

Le second niveau de complexité utilise des éprouvettes injectées plates présentant des entailles centrales circulaires ou à faible rayon d'entaille et générant des

concentrations de contraintes différentes ( $K_T$  de 2.5 et 9.8, respectivement). Ces éprouvettes sont extrêmement intéressantes, tant pour la caractérisation que pour la confrontation entre essais et simulations numériques. La démarche de prédiction des champs mécaniques locaux, intégrant la simulation préalable de l'injection a été appliquée et validée par comparaison aux champs cinématiques. La corrélation entre les champs d'énergie dissipée cyclique (totale ou en ciblant les contributions irréversibles calculées par le modèle) et les champs de sources évalués expérimentalement est actuellement en cours et génère des résultats prometteurs. Par ailleurs, l'analyse des résultats expérimentaux s'est avérée extrêmement riche, tant pour la localisation des points critiques, qui apparaissent à la frontière entre la peau et le cœur, que pour la prédiction de la tenue en fatigue à partir des maxima d'énergie dissipée locaux, obtenus par les essais d'auto-échauffement.

Les outils développés sur ces éprouvettes « de structures » ont trouvé une application directe au troisième niveau de complexité, c'est-à-dire la caractérisation en fatigue de pièces industrielles. La démarche de calcul des champs locaux a ainsi été appliquée à un collecteur d'admission, en donnant des résultats tout à fait honorables. La démarche de caractérisation rapide en fatigue à partir des essais d'auto-échauffement a de son côté été utilisée pour diagnostiquer la tenue en fatigue d'un support moteur, ce qui a abouti à des résultats remarquables, tant pour la détection rapide des zones critiques et de l'initiation, que pour l'identification rapide de la durée de vie. Ces résultats ont permis de valider à l'échelle de la structure, le critère énergétique identifié sur éprouvettes, mais également de vérifier la pertinence de l'approche comme outil de diagnostic rapide sur une structure existante.

De manière à mieux comprendre les incidences du procédé sur la tenue en fatigue et à dégager des règles de conception de pièces, les études actuelles vont se consacrer à l'application des outils développés à l'analyse d'éprouvettes de structure. Ces éprouvettes présenteront des accidents de géométrie typiques des pièces industrielles et donc les gradients de microstructure et de chargement locaux associés.

*Références associées : [117-123]*

### 3- Plan du document

Comme le montre cette introduction dense, les problématiques abordées sont vastes, impliquent de nombreuses échelles et nécessitent la mise en place d'outils variés. Les passerelles entre les deux types de matériaux étudiés sont nombreuses et les grilles de lecture par conséquent multiples. Une première grille naturelle est celle des échelles de caractérisation et de modélisation, qui a été appliquée dans l'introduction pour donner une vision d'ensemble. Une seconde grille correspond aux trois axes principaux qui se dégagent des études menées, en cours ou à venir.

Le premier axe concerne **le dimensionnement et la caractérisation rapide de la tenue en fatigue** de matériaux hétérogènes (élastomères et thermoplastiques chargés) et qui peuvent également présenter des gradients de propriétés mécaniques. Il s'agit ici de proposer une démarche associant des outils de caractérisation thermomécanique et microscopique à un cadre de modélisation, pour dégager un critère de fatigue pertinent et permettre de réduire drastiquement les durées de caractérisation en fatigue.

Le deuxième axe fort considère **l'influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine**. Cette thématique s'intéresse principalement à la description des gradients de propriétés, car l'environnement induit des variations spatiales et temporelles des caractéristiques microstructurales et mécaniques. Les outils développés visent la description de l'évolution des lois de comportement locales et celle des critères de ruine. Là encore le souci d'accélérer les démarches de caractérisation est maintenu, par la proposition et la validation d'essais accélérés, et l'unification de l'influence des paramètres au travers de courbes maîtresses.

Le troisième axe concerne **l'influence du procédé de fabrication sur le comportement et les propriétés en fatigue** de ces matériaux. Cette influence se traduit à la fois par une variation des propriétés des phases (types de matrices et de charges, distribution des tailles de particules, ...), par des gradients de propriétés liés aux paramètres thermiques (cuisson, refroidissement) et d'écoulement (orientation des particules), mais également par la génération de zones critiques (seuil d'injection, ligne de recollement de fronts, plan de joint, ...). Ce dernier volet peut nécessiter la mise en place d'une chaîne numérique intégrant les outils de simulation du procédé. Il constitue surtout un passionnant champ d'application et de validation des outils développés pour les deux premières thématiques.

Les deux premiers axes constituent les deux parties qui sont détaillées dans la suite. Les aspects relatifs au troisième axe sont abordés quant à eux au fil du document et plus particulièrement dans la section présentant les projets à 4 ans.

## **B- Fatigue de matériaux hétérogènes : démarche de dimensionnement et caractérisation rapide**

### **1- Introduction**

Ces travaux de recherche s'intéressent à la fatigue de matériaux hétérogènes, qui sont soit des élastomères chargés (*i.e.* renforcés de noirs de carbone et/ou de particules de silice) soit des thermoplastiques renforcés de fibres courtes, renforcés à 35 ou 50 % en masse. Ces matériaux présentent une variation très importante des propriétés mécaniques par phases et cette nature hétérogène pilote bien sûr leur comportement et leur tenue en fatigue. La difficulté est donc de comprendre, identifier, modéliser les liens entre les mécanismes pilotant le comportement et la ruine de ces matériaux à des échelles intermédiaires et les manifestations macroscopiques. Du point de vue de l'ingénieur, les attentes de l'ingénieur sont de plusieurs ordres.

La première nécessité est de prévoir la réponse thermomécanique locale du matériau (pour la pièce finale ou des éprouvettes). Ce point constitue déjà un premier défi, au vu de la complexité de la réponse des matériaux considérés. Il est important de souligner à ce stade que l'approche de dimensionnement retenue est celle d'un comportement stationnaire en fatigue, de manière à garder des temps de simulations acceptables par les bureaux d'étude. Nous visons donc ici la description du cycle stabilisé. Pour la même raison, et au vu de la complexité des transitions d'échelles, des approches phénoménologiques sont privilégiées. Pour les matériaux thermoplastiques renforcés de fibres de verre, un modèle phénoménologique riche, associé à une démarche d'identification robuste, a été développé. Son écriture dans un cadre thermodynamique tridimensionnel permet également de l'intégrer dans une chaîne de simulation pour permettre la description de l'anisotropie locale induite par le procédé d'injection. Dans le cas des matériaux élastomères, la modélisation du comportement se fonde sur des modèles hyper-élastiques classiques associés à l'utilisation et la validation d'un modèle récent de la littérature [97], qui permet d'accéder au calcul de l'énergie dissipée cyclique moyenne par cycle.

Le second besoin est bien évidemment de disposer d'une grandeur thermomécanique pertinente reliée à la durée de vie par un critère de fatigue, et permettant de prédire la durabilité de la structure. Rappelons que dans les études présentées, le choix est fait d'adopter une démarche en initiation des défauts. Pour les deux types de matériaux, différents critères ont été confrontés aux résultats obtenus, pour des échelles macroscopiques et microscopiques et la pertinence d'une approche énergétique a pu être montrée. La difficulté principale est alors de parvenir à dissocier parmi les nombreux phénomènes irréversibles observés (viscosité, plasticité, endommagement, évolution de microstructure, ...), ceux responsables de la ruine en fatigue. Une première stratégie consiste à considérer toute l'énergie cyclique dissipée, sans dissocier les différentes contributions. Cette option peut donner des résultats probants mais il est également possible d'en illustrer les limites, pour des formulations élastomères bien choisies ou des sollicitations complexes sur les matériaux thermoplastiques renforcés. Une deuxième stratégie consiste à se baser sur un modèle phénoménologique sans considérations microscopiques, avec la nécessité d'une grande richesse de modélisation et de caractérisation pour être représentatif à la fois du comportement et des modes de ruine en fatigue. Cette option est illustrée

par les travaux de thèse d'A. Launay sur les composites thermoplastiques à fibres courtes du type PA66-GF35. Une dernière stratégie consiste à enrichir l'évaluation macroscopique thermomécanique par des informations microstructurales sur les mécanismes d'initiation et les scénarii d'endommagement. Cette stratégie est illustrée par les travaux de thèse de L. Jégou sur les composites thermoplastiques à fibres courtes du type PA66-GF50, et surtout par les travaux de la thèse de Vincent Le Saux sur les élastomères, pour lesquels cette combinaison des aspects macroscopiques et microscopiques s'est pleinement réalisée.

Enfin, l'exigence principale est de réduire le temps de développement et de certification des pièces, ce qui passe par des démarches de modélisation et de simulation raisonnables (nombres de paramètres, temps de calcul) et par des protocoles de caractérisation -des éprouvettes comme des pièces- aussi efficaces que possible. Ce dernier point a été particulièrement investigué dans les études menées et a permis de réduire de manière spectaculaire le temps et le nombre d'éprouvettes requis pour la caractérisation des propriétés déterministes en fatigue, pour les matériaux thermoplastiques fibrés comme pour les matériaux élastomères.

L'application des protocoles développés sur éprouvettes peut-être étendue à des cas de réponse thermomécanique hétérogène, induite par des gradients de propriétés microstructurales et mécaniques ou des gradients de sollicitation. Ce développement permet alors la caractérisation aux échelles de la microstructure et de la structure.

*Références associées : [124-163]*

## **2- Etude des thermoplastiques injectés renforcés de fibres courtes**

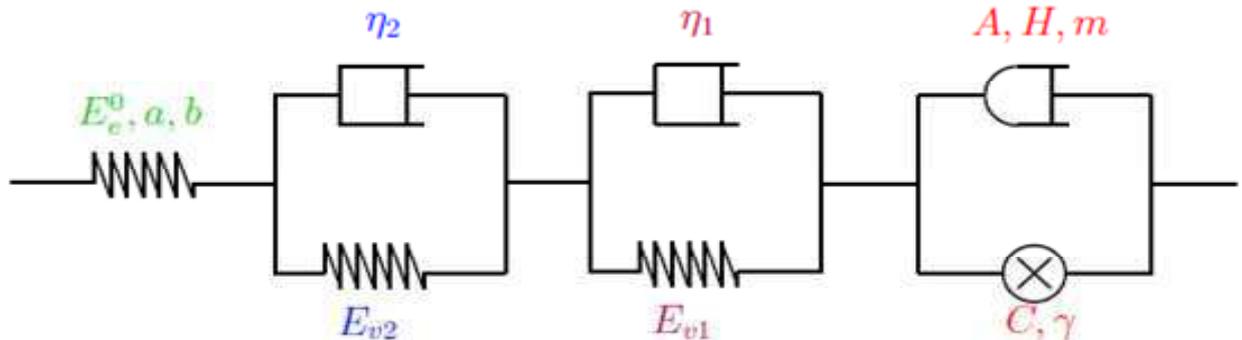
### **a. Modélisation du comportement et proposition d'un critère de fatigue**

#### **i. Difficultés et proposition d'un modèle de comportement**

Les composites à matrices thermoplastiques sont utilisés de manière courante pour des applications sous capot moteur de type collecteur d'admission ou de raccord de sortie turbo. Le choix de ces matériaux résulte d'une volonté d'allègement des véhicules et d'optimisation des coûts. Ces matériaux polymères sont souvent plus chers que les alliages d'aluminium qu'ils ont remplacé et le compromis entre la tenue thermo-mécanique et le coût massique du matériau a conduit à sélectionner des matrices Polyamides, renforcées par des fibres de verre courtes, et mises en forme par injection. Cette optimisation technico-économique conduit à de nombreuses difficultés de dimensionnement. Les premières d'entre elles sont liées à la nature hydrophile et à la grande sensibilité à la teneur en eau des polyamides. Leur température de transition vitreuse évolue ainsi entre 0 et 65 °C, c'est-à-dire de manière critique vis-à-vis de la plage de température de service visée (entre -30°C et 140°C). Cela a pour conséquence d'activer un ensemble de mécanismes moléculaires conduisant à un comportement macroscopique fortement non-linéaire.

Dans ces travaux, une vaste campagne de caractérisation thermomécanique est menée sur des matériaux conditionnés dans un état « DAM » (reprise en eau inférieure à 0,3 % en masse) et dans un état « RH50 » (correspondant à une reprise en eau à l'équilibre dans un environnement maintenu à 50% de taux d'humidité). Cette campagne inclut des essais pour différents taux de sollicitation en contrainte et en

déformation, des essais monotones, cycliques et pour des chargements temporels complexes. Un suivi mécanique et thermique a permis de mettre en évidence un comportement complexe : visco-élasticité à différentes échelles de temps, irréversibilité des déformations, écrouissage cinématique non linéaire, loi d'écoulement visqueuse non linéaire, adoucissement cyclique. Un cadre de modélisation 3D ainsi qu'une procédure d'identification robuste des différents paramètres ont été proposés, qui sont illustrés par la figure 2. Le modèle permet de décrire de manière très satisfaisante les réponses expérimentales des deux types de matériaux (conditionnés en humidité ou non) pour différents essais de validation.



1. Viscoélasticité court terme    2. Viscoélasticité long terme    3. Viscoplasticité (non linéaire)

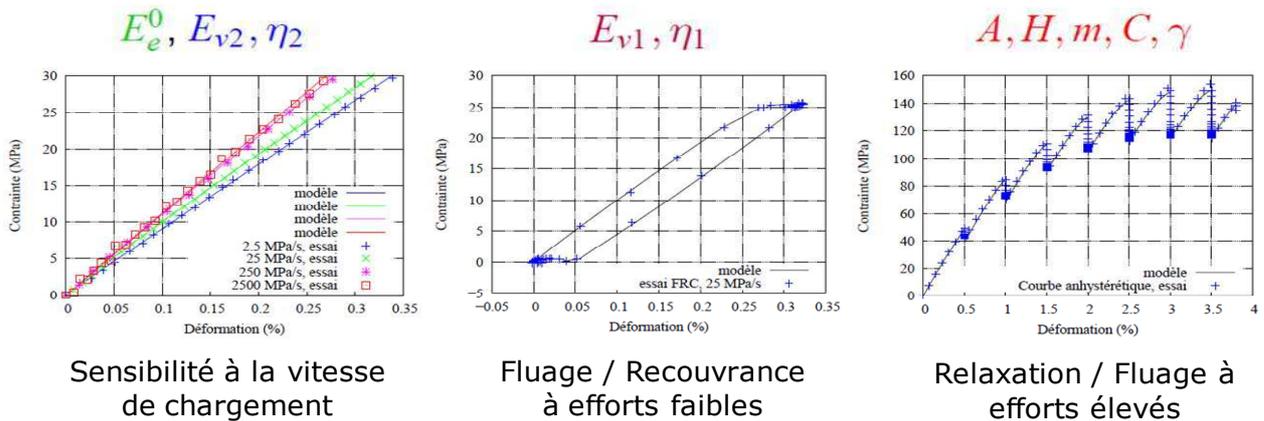


Figure 2 : Représentation schématique du modèle de comportement et illustration des essais proposés pour l'identification de chaque bloc.

Publication jointe :

- LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I., SZMYTKA F., *Cyclic behaviour of short glass fiber reinforced polyamide: experimental study and constitutive equations*, **International Journal of Plasticity**, Volume 27, Issue 8, Pages 1267-1293, 2011.

Références associées : Bibliographie de la publication



## ii. Intégration de l'influence du procédé

Nous évoquons dans le paragraphe précédent les difficultés liées à la nature hydrophile de la matrice polyamide et la complexité issue de la coïncidence entre les plages de température d'utilisation et de transition vitreuse. Le deuxième type de difficulté est naturellement lié à la nature composite de ces matériaux et à l'influence déterminante du procédé de fabrication par injection.

Le mode d'influence majeur est la distribution d'orientation des fibres induite par l'écoulement. Celui-ci génère un gradient spatial du comportement du matériau, à la fois suivant la zone considérée dans la pièce, mais également suivant l'épaisseur, du fait de l'écoulement hétérogène du polymère (solidification rapide aux parois figeant la direction des fibres dans la direction de l'écoulement, et orientation moins marquée et orthogonale à l'écoulement des fibres à cœur). Ce couplage crucial entre l'orientation induite par le procédé et le comportement mécanique nécessite la mise en place d'une chaîne numérique de dimensionnement (illustrée par la figure 3), intégrant la simulation d'injection, le calcul des tenseurs d'orientation locaux des fibres, puis le transfert vers un code de calcul de structures par EF.

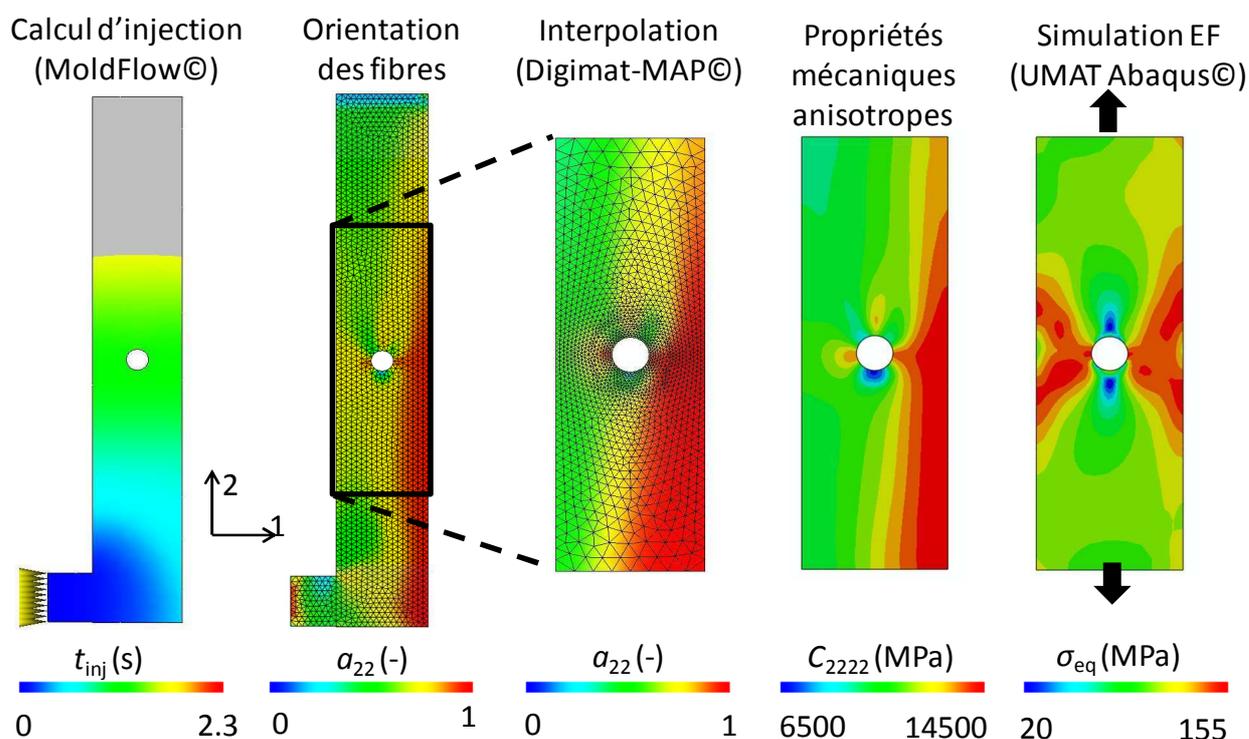


Figure 3 : Illustration des différentes étapes permettant d'intégrer l'anisotropie induite par le procédé dans le calcul de structure avec le modèle proposé.

L'objectif est ici de proposer une extension anisotrope du modèle précédent pour intégrer l'effet du tenseur d'orientation des fibres sur les propriétés élastiques et viscoplastiques du matériau. Ce modèle est validé sur des éprouvettes standard, pour des tenseurs d'orientation des fibres variés et différentes sollicitations mécaniques : traction monotone, fluage et relaxation, chargements cycliques, ainsi que pour des éprouvettes de structure (présentant une entaille centrale induisant un facteur de

concentration de contraintes  $K_T$  de 2.5 ou 9.8) et pour un collecteur d'échappement instrumenté.

*Publications jointes :*

- *Launay A., Maitournam M.H., Marco Y., Raoult I., Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide. Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behaviour for cyclic response, **International Journal of Fatigue**, Disponible en ligne, 2012*
- *Launay A., Maitournam M.H., Marco Y., Raoult I., Influence du procédé d'injection dans la simulation mécanique de thermoplastiques chargés en fibres de verre courtes, **CSMA 2011**, 10e Colloque National en Calcul des Structures, Giens, 2011*

*Références associées : Bibliographie des publications*

### iii. Investigation de critères de fatigue

Une fois ce travail de modélisation effectué, nous sommes en mesure de calculer les chargements locaux effectifs pour différentes géométries d'éprouvettes et différents chargements complexes. Le modèle visco-élasto-plastique adoucissant anisotrope est ainsi utilisé pour analyser des essais de fatigue réalisés par nos soins ou issus de la littérature, pour des chargements uni-axiaux et multi-axiaux, à différents rapports de charge, et pour deux types de conditionnement (DAM ou RH50).

L'analyse de la réponse cyclique stabilisée obtenue pour ces différents cas de chargements, microstructures et conditionnements a permis de montrer que parmi l'ensemble des critères de fatigue proposés dans la littérature, l'énergie dissipée totale par cycle montrait la meilleure corrélation avec la tenue en fatigue.

L'utilisation de ce critère pour des chargements temporels complexes illustre néanmoins les limites de l'utilisation de l'énergie cyclique totale. Les tentatives de dissocier les contributions dissipatives à partir de la modélisation riche proposée n'ont pas permis à ce jour de trancher sur les mécanismes à sélectionner. Ce point constitue bien évidemment une perspective d'investigation à court terme. Les protocoles expérimentaux développés récemment et permettant de caractériser les champs de sources de dissipation, vont permettre en particulier d'enrichir la comparaison avec ceux prédits par la simulation numérique, qui permettent de distinguer l'origine des mécanismes dissipatifs.

*Publication jointe :*

- *Launay A., Maitournam M.H., Marco Y., Raoult I., Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide. Part II: Fatigue life estimation. **International Journal of Fatigue**, Disponible en ligne, 2012*

*Références associées : Bibliographie de la publication*



**b. Caractérisation rapide des propriétés en fatigue**  
**iv. 1<sup>ère</sup> approche et caractérisation microstructurale**

Si les applications de types « boîtes à air » en polyamide renforcés de fibres de verre sont courantes aujourd'hui dans le secteur automobile, il n'en est pas de même pour les applications structurales de type support moteur. Nous avons eu l'opportunité de participer à la phase de développement de la première pièce de ce type sur le marché français qui est aujourd'hui installée en série sur véhicules. Le matériau utilisé reste à matrice thermoplastique, mais est renforcé de fibres de verre à hauteur de 50% en masse et non plus 35%. Le dimensionnement en fatigue de ces pièces à vocation anti-vibratoire est évidemment essentiel et la rupture interdite. Comme illustré dans les paragraphes précédents, la fatigue de ces matériaux composites thermoplastiques à fibres courtes est influencée par de très nombreux paramètres, qui vont de la microstructure induite par le procédé aux effets thermo-hygrométriques de l'environnement et aux conditions de sollicitation. Il est par conséquent crucial de pouvoir caractériser l'influence de ces différents paramètres et donc d'accélérer la caractérisation des propriétés en fatigue. Les essais de fatigue sont en effet encore plus longs que pour les matériaux métalliques car il est nécessaire de garder des fréquences basses afin de limiter l'auto-échauffement important constaté (dissipation marquée et faible conductivité thermique). L'objectif de ces travaux est par conséquent de proposer une démarche de caractérisation rapide des propriétés de fatigue de ces matériaux, en se basant sur des essais d'auto-échauffement.

Si cette caractérisation rapide a acquis aujourd'hui une maturité certaine pour les matériaux métalliques, en particulier au sein de l'équipe "fatigue" du LBMS, ce n'était pas le cas des matériaux organiques considérés dans mes travaux de recherche. Une première approche a donc été proposée sur la base d'un protocole expérimental classique consistant à imposer à une éprouvette une série de paliers de chargements cycliques d'amplitude de contrainte croissante et de mesurer la température au cours de ces paliers. Les mesures sont réalisées à l'aide d'une caméra infra-rouge et l'on observe une stabilisation de la température pour chacun des paliers. Le dernier palier de chargement est mené jusqu'à rupture. Le tracé de la température stabilisée pour chaque palier en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée permet de tracer une courbe d'auto-échauffement. Sur la base de cette courbe, un dépouillement graphique simple est proposé pour évaluer l'amplitude de contrainte menant à  $10^6$  cycles. La valeur obtenue par ce dépouillement est comparée avec succès à la fois à des essais de fatigue, mais également aux indicateurs mécaniques issus des essais d'auto-échauffement (endommagement et déformation résiduelle), ainsi qu'à la mesure de l'évolution des sites de fatigue (plasticité locale ou cavités), évaluée par des mesures au microscope (optique et à balayage) et par micro-tomographie aux rayons X. Sur la base de cette évaluation et de l'éprouvette menée à rupture (soit avec une éprouvette pour un essai durant 2 jours maximum) un premier dépouillement peut-être proposé. Celui-ci permet d'obtenir une corrélation très efficace avec la courbe déterministe de fatigue obtenue pour des essais classiques (25 éprouvettes et 1 mois d'essais minimum).

*Publication jointe :*

- Jégou L., Marco Y., Le Saux V., Calloch S. *Thermomechanical identification of a threshold in the cyclic response of "SFRP": fast identification of the fatigue properties and correlation to microstructural data. 15th European Conference on Composite Materials - ECCM15, Venice (Italy), 2012.*

*Références associées : Bibliographie de la publication*



## v. Proposition d'une démarche basée sur un critère énergétique

L'approche pragmatique proposée précédemment reste cependant limitée car la température mesurée dépend de la géométrie de l'éprouvette et des conditions d'échange thermique et n'est donc pas une grandeur intrinsèque du matériau. De manière à proposer une relation entre la courbe d'auto-échauffement complète et la courbe d'endurance, une analyse énergétique est proposée.

L'identification des termes sources à partir des mesures de températures est proposée dans le cadre d'une modélisation « 0D » du problème thermique. Les conditions d'échange thermique sont identifiées sur le palier de refroidissement. On vérifie bien, d'une part que le temps thermique caractéristique ne dépend pas du palier considéré et d'autre part que l'énergie dissipée évaluée à partir de la mesure de la température est tout à fait en accord avec celle évaluée sur la base des mesures mécaniques locales. Avant de pouvoir utiliser cette évaluation de l'énergie dissipée pour un critère énergétique, il est également nécessaire de s'assurer que l'énergie cyclique dissipée évaluée lors de l'essai d'auto-échauffement (*i.e.* pour un palier de 2000 cycles) est bien représentative de celle en jeu lors d'une sollicitation de fatigue. Cela est bien vérifié pour la gamme de dimensionnement visée (entre  $10^4$  et  $10^6$  cycles).

Sur la base de cette analyse, nous disposons donc de deux couples (énergie dissipée ; nombre de cycles à rupture), issus d'une part du point mené à rupture sur le dernier palier, et d'autre part de l'évaluation graphique issue de la courbe d'auto-échauffement. Nous pouvons alors proposer un critère énergétique de type puissance (à 2 paramètres) comme suggéré par l'étude présentée au point B-2.a.iii, dont nous pouvons identifier analytiquement les paramètres à partir des deux couples de valeurs. La très bonne corrélation entre la courbe d'endurance prédite sur la base de l'évaluation de l'énergie dissipée à partir des mesures thermiques et celle obtenue pour des essais classiques permet de valider cette approche. Là encore, 1 éprouvette et 2 jours permettent d'évaluer non seulement la courbe d'endurance mais également un critère énergétique de fatigue pertinent.

La figure 4 reprend les différentes étapes de la démarche :

- **1-** Mesure de la courbe d'auto-échauffement, qui donne la dépendance de la température stabilisée avec l'amplitude de contrainte imposée, pour chaque palier ;
- **2-** Evaluation du temps caractéristique de retour à l'équilibre thermique, qui dépend de la géométrie de l'éprouvette et des conditions d'échanges avec l'extérieur du volume utile. L'identification analytique en exponentielle décroissante permet de conforter la pertinence de l'analyse « 0D » ;
- **3-** Utilisation de ce temps caractéristique pour relier la température stabilisée à l'énergie volumique moyenne dissipée au cours d'un cycle. Il est alors possible de relier cette grandeur intrinsèque à l'amplitude en contrainte du chargement ;
- **4-** Identification, ou application pour validation du critère énergétique à 2 paramètres, qui permet de tracer une courbe de fatigue continue à partir de la courbe obtenue à l'étape précédente.

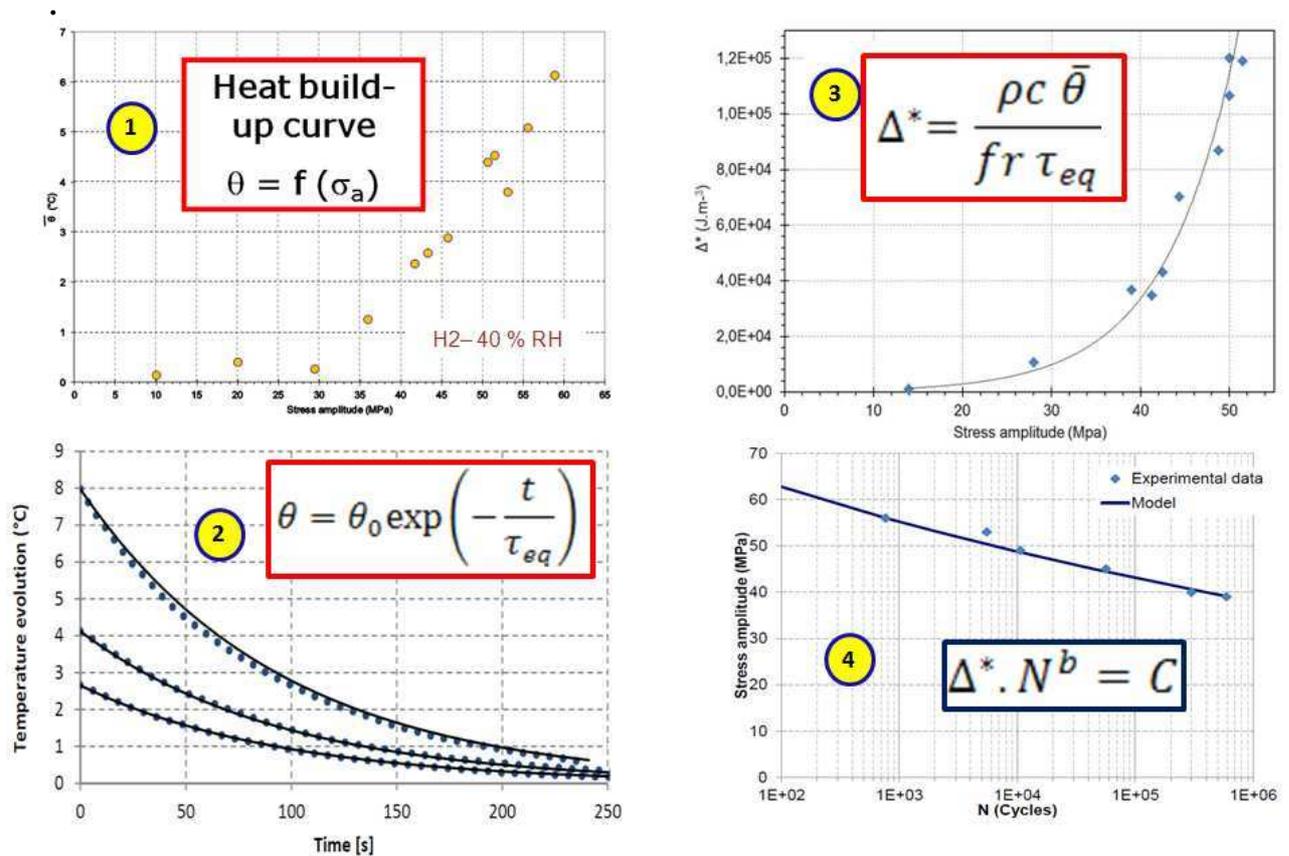


Figure 4 : Résumé graphique des étapes d'identification de l'énergie dissipée et d'application du critère énergétique

A ce stade, on peut s'interroger sur l'apport des mesures thermiques pour caractériser l'énergie dissipée, par rapport à une évaluation basée sur les mesures mécaniques locales. Cette mesure est plus rapide, moins intrusive, mais il faut surtout souligner que cette approche ouvre la voie vers la caractérisation énergétique de la tenue des structures sur la base des mesures thermiques, ce que ne permet pas, ou beaucoup plus difficilement, une évaluation sur la base d'indicateurs mécaniques.

Précisons également que dans ce cas hétérogène les hypothèses de simplification de l'équation de la chaleur ne sont plus valables. La passerelle entre les mesures de température et l'évaluation de l'énergie dissipée ne se fait alors plus sur la température stabilisée mais sur le taux de variation initiale de la température. Ce point sera décrit dans le paragraphe B-4.

Publication jointe :

- Loic Jégou, Yann Marco, Vincent Le Saux, Sylvain Calloch, *Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on PA66GF50. Disponible en ligne, International Journal of Fatigue, 2012.*

Références associées : Bibliographie de la publication

## vi. Validation pour différents facteurs influents

L'approche précédente a ensuite été utilisée pour décrire les influences de différents facteurs : géométrie d'éprouvette différente, taux d'humidité différents, tenseurs d'orientation des fibres différents. La courbe d'auto-échauffement permet de relier la température stabilisée à l'amplitude de contrainte imposée pour chaque palier. L'analyse « 0D » permet alors de relier l'énergie dissipée à cette même amplitude de contrainte. L'application du critère énergétique, identifié pour une géométrie et un conditionnement climatique, permet alors de prédire la durée de vie associée à l'énergie dissipée. La figure 5 montre la comparaison entre la durée de vie prédite (courbe continue) et les durées de vie mesurées pour des essais de fatigue menés pour différentes amplitudes de contraintes. La corrélation obtenue est très bonne, quel que soit le facteur testé.

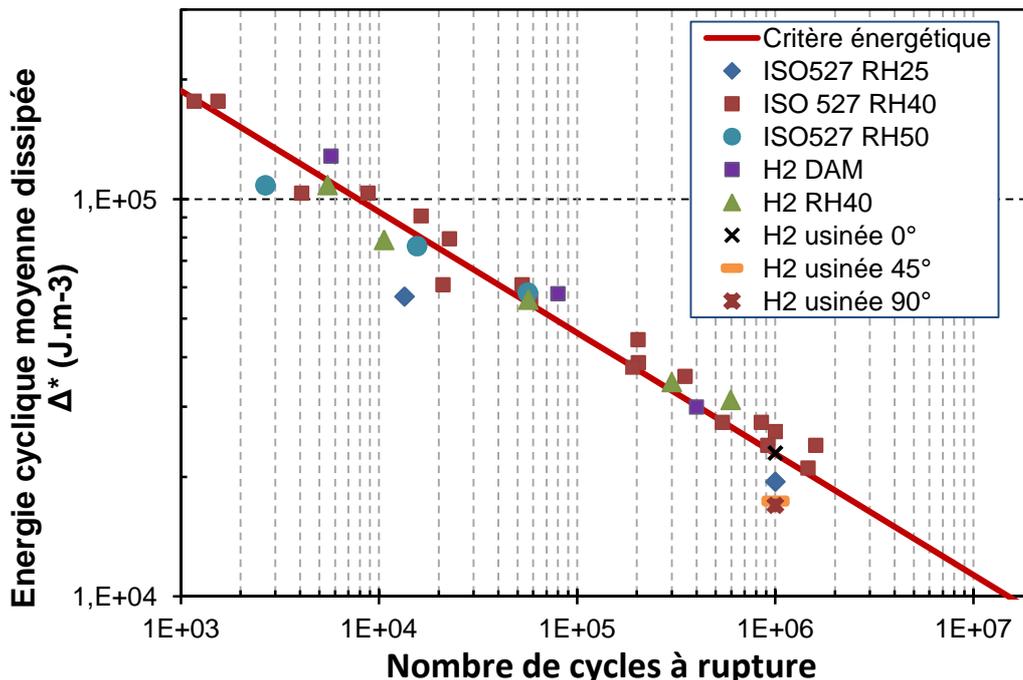


Figure 5 : Confrontation du critère énergétique évalué pour une géométrie d'éprouvette et un conditionnement aux résultats obtenus pour d'autres paramètres (géométrie, orientation, conditionnement en humidité).

Ce résultat n'était pas attendu, dans la mesure où :

- les microstructures des éprouvettes sont différentes (tenseur d'orientation moyen, ratio cœur/peau) ;
- les conditionnements testés sont également très différents et induisent des variations importantes de la transition vitreuse. La température ambiante peut alors se situer au niveau de la transition vitreuse, ou plus ou moins nettement en dessous. Dans cette plage de température, toutes les composantes du comportement du matériau sont activées, mais la répartition de leurs contributions à la dissipation totale devrait évoluer.

Il semble néanmoins que ce critère énergétique basé sur l'énergie cyclique dissipée totale soit tout à fait adapté pour prédire le comportement du matériau, pour les conditions d'essais investiguées (1Hz, R=0, traction uni-axiale).

Références associées : [164-167]

### 3- Etude des élastomères chargés

#### a. Proposition d'une approche macroscopique

Le premier volet de cette étude concerne également la faisabilité d'une évaluation rapide des propriétés en fatigue des matériaux élastomères, en se basant sur la courbe de réponse thermique obtenue à partir d'un essai d'auto-échauffement.

L'adaptation du protocole de mesure thermique au cas des grandes déformations nous a également permis d'étudier de manière fine la réponse thermo-élastique des matériaux élastomères. Un premier protocole de dépouillement graphique est proposé et confronté aux mesures classiques pour une quinzaine de formulations industrielles diverses. Les résultats obtenus sont très bons, de manière surprenante, car la courbe d'auto-échauffement, à la différence des matériaux thermoplastiques et a fortiori des matériaux métalliques, ne présente pas de seuil brutal. Cet aspect provient de la multiplicité des sources de dissipation en jeu et qui ne pilotent pas forcément la tenue en fatigue, en particulier pour ces matériaux à vocation antivibratoire.

Afin de tester le protocole proposé, des formulations complémentaires présentant des combinaisons particulières de viscosité et de durée de vie ont été testées et ont permis d'illustrer les limites du protocole proposé.

*Publication jointe (à la suite du point B-3.c) :*

- V. Le Saux, Y. Marco, S. Calloch, C. Doudard, P. Charrier, *Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements*, **International Journal of Fatigue**, 32, pp. 1582–1590, **2010**.

*Références associées : Bibliographie de la publication*

## b. Investigation des mécanismes d'initiation et des scénarii de ruine

Nous avons constaté au paragraphe 3.a la difficulté de dissocier la signature thermique liée aux mécanismes de fatigue, de l'auto-échauffement induit par les autres mécanismes dissipatifs. Nous avons donc cherché à investiguer les mécanismes microstructuraux et les scénarii de ruine induits par le chargement de fatigue, sur l'un des matériaux étudiés, un Polychloroprène chargé de noirs de carbone et de particules de silice.

La technique de caractérisation utilisée est la micro-tomographie aux rayons X, qui nous a permis de tirer partie de la grande perméabilité de ces matériaux organiques aux radiations (limitant les temps d'exposition et permettant la mesure de volumes plus importants) et des différences de densité entre la matrice, les cavités et certaines des charges (silice et oxydes de zinc en particulier). Ces résultats sont illustrés sur la figure 6.

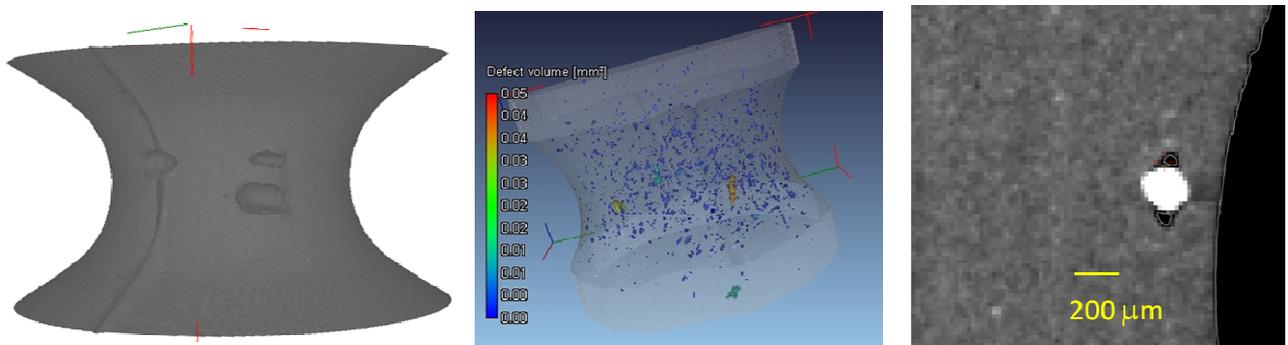


Figure 6 : Illustration des résultats accessibles par micro-tomographie aux rayons X. Résolution fine des micro-fissures, description statistique de la population de défauts et des mécanismes de ruine à l'échelle des inclusions.

Cette technique est utilisée pour caractériser des éprouvettes issues d'essais de fatigue interrompus pour décrire les sites et mécanismes d'initiation, l'évolution de leurs caractéristiques (densité, taille moyenne et maximale) et illustrer les mécanismes de propagation associés. La géométrie complexe des éprouvettes « diablo » utilisées permet d'obtenir un gradient de sollicitation mécanique qui enrichit la base de données.

Sur le matériau utilisé, on observe une stabilisation de la densité volumique des défauts avec le nombre de cycles et l'émergence d'une courbe maîtresse entre la déformation locale maximale et la densité volumique de défauts. Différents critères de ruine simples sont testés sur la base des caractéristiques des populations de défauts. Les approches basées sur une taille de défaut ou une porosité critique semblent moins pertinentes qu'un critère cumulatif, par exemple énergétique.

*Publication jointe :*

- *Le Saux V., Marco Y., Calloch S., Charrier P., Evaluation of the fatigue defect population in an elastomer using X-ray computed micro-tomography, **Polymer Engineering and Science**, Volume 51, Issue 7, pages 1253–1263, 2011.*

*Références associées : Bibliographie de la publication*



### c. Validation d'une approche mixte

Sur la base de la caractérisation microstructurale précédente, une première approche pourrait être d'évaluer la dissipation induite par chacun des défauts sur la base des mécanismes identifiés (décohésion polaire, rupture d'inclusion, cavitation entre deux défauts), et, soit par une analyse du volume complet observé, soit par une démarche d'homogénéisation, de cumuler l'énergie dissipée sur un cycle par l'ensemble de la population de défauts (après stabilisation, dans le cas du matériau étudié). Cela soulève de très nombreux problèmes de modélisation et de simulation numérique.

L'approche adoptée ici consiste à postuler que l'énergie dissipée liée aux mécanismes de fatigue est une portion de l'énergie dissipée totale. On imagine évidemment que cette portion est susceptible d'évoluer suivant le chargement imposé et l'évolution du nombre de défauts activés. C'est pourquoi nous avons proposé la transition d'échelle la plus simple possible en supposant que cette portion de l'énergie dissipée totale qui est représentative de l'énergie dissipée par des mécanismes de fatigue, est proportionnelle à la densité volumique de défauts.

Ceci posé, il nous reste à obtenir l'énergie dissipée totale, qu'il serait très délicat d'évaluer par des mesures de type force déplacement ou par extensométrie, sur nos éprouvettes hétérogènes. L'idée est par conséquent de se baser sur les mesures thermiques pour nous permettre d'évaluer les termes sources. Il n'est plus question ici de simplifier le problème thermique par une hypothèse « 0D » au vu de la géométrie des éprouvettes. Il est donc nécessaire de mettre en place une démarche d'identification inverse des termes sources, par comparaison des champs de température expérimentaux avec des champs de température simulés. Nous avons pour cela utilisé une démarche développée dans la thèse de Y. Le Chenadec [97], qui propose de relier l'énergie élastique à l'énergie dissipée. Les paramètres du modèle ainsi que les paramètres d'échanges thermiques sont identifiés sur un essai et validés sur une base d'essais de validation qui dépasse l'étude spécifique de fatigue évoquée ici. Il est intéressant de souligner que, là encore, l'utilisation d'une éprouvette de géométrie complexe permet l'identification très efficace des paramètres du modèle énergétique.

A l'issue de cette étude, il est possible de montrer qu'un modèle énergétique à 1 paramètre (l'énergie critique dissipable du matériau, considérée comme une grandeur intrinsèque) permet de prédire la courbe de fatigue déterministe complète à partir des courbes d'auto-échauffement et de la variation de la densité volumique de défauts.

#### *Publications jointes :*

- V. Le Saux, Y. Marco, S. Calloch, C. Doudard, P. Charrier, *Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements*, **International Journal of Fatigue** 32 (2010) 1582–1590.
- V. Le Saux, , Y. Marco, S. Calloch, P. Charrier, D. Taveau, *heat build-up of rubber under cyclic loadings: validation of an efficient demarche to predict the temperature fields*. *Accepté dans Rubber Chemistry and Technology*, 2012.

#### *Références associées : Bibliographie des publications*



## 4- Etudes en cours et perspectives

### a. Cadre de l'approche moyenne : comment aller plus loin dans l'exploitation de l'approche et comment la dépasser ?

Les approches de caractérisation et de prédiction des propriétés en fatigue développées nécessitent des développements sur plusieurs points :

- La prédiction des propriétés en fatigue se limite aujourd'hui à la prédiction de la courbe déterministe. Si la prédiction de la dispersion peut paraître moins cruciale pour les thermoplastiques renforcés au vu de la faible dispersion observée, il n'en est pas de même pour les matériaux élastomères. Il est donc important de pouvoir développer les approches actuelles de manière à prédire cette dispersion. Une première approche consisterait à utiliser la richesse des mesures microstructurales des populations de défauts et à évaluer la dispersion des courbes caractéristiques. Cette description fine n'est pas toujours accessible et il sera très certainement nécessaire d'étendre l'approche actuelle dans un cadre probabiliste ;
- Cette nécessité de décrire les populations de sites de fatigue d'une manière différente s'affirmera également très probablement lors de l'application de la démarche de caractérisation rapide à d'autres matériaux organiques (autres combinaisons de charges / matrices, composites à fibres longues, éventuellement). En effet, l'approche moyenne considère pour l'instant une population volumique de défauts et un scénario de développement jusqu'à l'initiation, progressif d'une part, et sans interactions entre sites d'autre part. Cette vision n'a aucune raison de perdurer et peut nécessiter le développement d'autres types de caractérisation (défauts localisés, de surface, ...) et de modèles de description du scénario de ruine (défaut critique, intégration de différents types de mécanismes à plusieurs échelles, ...) ;
- Dans les études réalisées, les chargements thermomécaniques complexes n'ont été que peu abordés (traction-torsion, fatigue cyclique avec chargement sinus ou trapèze) et méritent clairement d'être développés. Cette étude permettrait de cerner les éventuelles limites de l'approche énergétique pour des chargements multi-axiaux et de développer, en profitant de la réduction très importante du temps de caractérisation atteinte, des règles de +cumul de chargements thermomécaniques pour le dimensionnement en fatigue ;
- Nous nous sommes ici basés sur des approches de dimensionnement à l'amorçage, qui ont permis de dégager une grandeur énergétique pertinente. Il serait très certainement intéressant de comparer les valeurs obtenues à celles pouvant être mesurées pour des sollicitations de fissuration ;

Cette analyse moyenne a permis d'analyser finement la réponse thermomécanique, à la fois pour les mécanismes de couplage et de dissipation. Les outils de caractérisation peuvent bien évidemment être utilisés pour caractériser d'autres phénomènes que la fatigue. Cet aspect a déjà fait l'objet d'une étude visant à corrélérer la variation de la réponse hystérétique thermique avec la cristallisation sous contrainte dans les élastomères. La confrontation de cette technique avec d'autres mesures physiques, de manière à valider une caractérisation quantitative est une perspective très intéressante dans la mesure où elle permettrait de coupler beaucoup plus aisément les mesures de caractérisation de microstructure à des sollicitations mécaniques.

Publication jointe (à la suite de ce paragraphe) :

- *Le Saux V., Marco Y., Calloch S., Charrier P., Contribution of accurate thermal measurements to the characterization of the thermomechanical properties of rubber-like materials, **Plastics, Rubber and Composites: Macromolecular Engineering**, Volume 41, Number 7, pp. 277-284(8), 2012.*

La perspective majeure de développement est également bien sûr de dépasser cette approche moyenne, de manière à caractériser les gradients de comportement.

Une première approche peut être appliquée dans le cas des gradients dans l'épaisseur, générés par le procédé ou le vieillissement, en se basant sur l'analyse inverse des champs de températures pour déterminer les termes sources dans le volume, de la même manière que ce qui a été décrit au paragraphe B-3.c. Il est alors nécessaire de décrire les propriétés mécaniques locales du matériau. C'est l'un des objectifs décrits dans la section suivante, qui montre comment décrire des gradients de comportement (dû aux effets d'environnement, par exemple) par micro-dureté instrumentée.

Dans les études présentées ici, nous nous sommes appuyés sur des paliers de chargement mécaniques qui menaient à la stabilisation. Ce choix permet de s'appuyer sur les hypothèses « 0D », quand cela est possible, pour déterminer les termes sources, ou encore pour utiliser la réponse transitoire pour identifier et valider les paramètres thermiques et les modélisations énergétiques. Notons par exemple que dans l'optique de caractérisation des gradients dans l'épaisseur évoquée au paragraphe précédent, il est même crucial de laisser s'exprimer les différentes « couches » de l'éprouvette ou de la structure, dans la mesure où la section n'est pas directement observable.

Une autre alternative est possible, qui est particulièrement utile dans le cas de matériaux conduisant mal la chaleur comme les matériaux organiques considérés. L'idée est de se baser sur les différences de temps caractéristiques entre les termes de variations spatiales et temporelles de l'équation de la chaleur. La vitesse initiale de variation du champ de température dans les premiers instants d'un chargement cyclique permet d'évaluer simplement la cartographie des termes sources (il est nécessaire de considérer deux configurations mécaniques identiques afin de s'affranchir de la contribution des termes de couplages thermo-élastiques).

L'application de cette technique permet non seulement de réduire encore le temps de caractérisation de la réponse thermomécanique (quelques dizaines de cycles suffisent au lieu de quelques centaines ou milliers), mais surtout, cela donne accès aux champs de termes sources et donc à la description des gradients de dissipation, qu'ils soient induits par la microstructure ou par un chargement thermomécanique hétérogène. Il est alors possible de s'affranchir, au moins partiellement, de l'influence des termes de conduction, et d'éviter les approches par projection sur des bases de solution ou celle par analyse inverse des termes sources, en postulant une solution.

Cette approche est utilisée pour différentes études en cours ou qui commencent, et permettra notamment d'étendre la description des champs de sources de dissipation à des échelles inférieures ou supérieures à celle de la section de l'éprouvette, comme le décrivent les paragraphes suivants.

## b. Investiguer les mécanismes à une échelle inférieure

Élément volumique de matrice, matrice au voisinage d'une fibre, cluster de fibres, interface cœur-peau, porosités initiales, ... la définition de l'échelle pertinente de caractérisation et de modélisation des mécanismes de ruine pour les matériaux thermoplastiques renforcés de fibres de verres courtes reste une problématique ouverte.

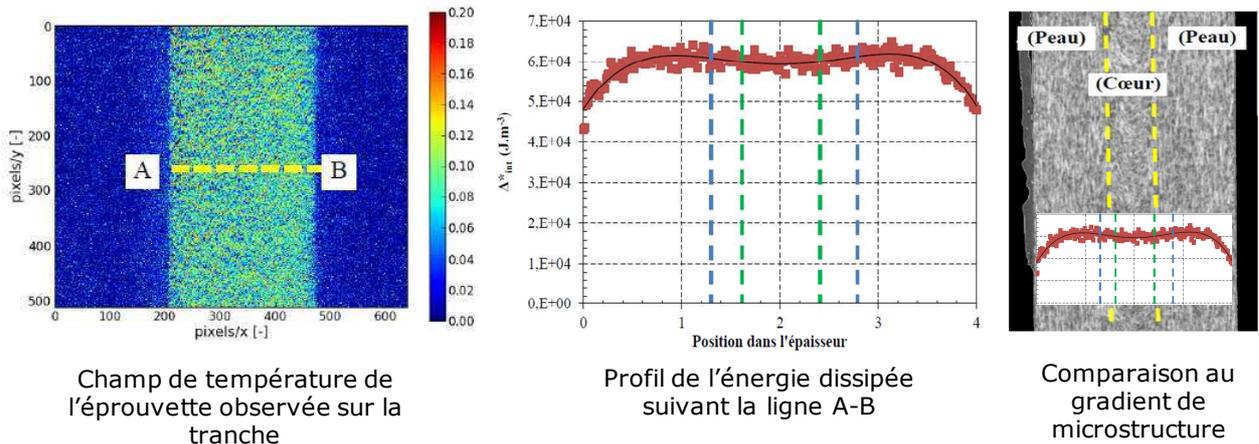


Figure 7 : Illustration du profil de dissipation obtenue sur le champ d'une éprouvette injectée puis usinée sur les faces latérales et corrélation à la microstructure.

Une première investigation visant à décrire le gradient de termes de dissipation dans l'épaisseur d'une éprouvette a été réalisée dans la thèse de L. Jégou. Les cotés d'une éprouvette injectée de section homogène ont été usinés de manière symétrique pour révéler la microstructure sandwich due à l'écoulement des fibres. Puis les champs de température sous sollicitations cycliques ont été mesurés à l'aide d'un objectif spécifique permettant une bonne résolution spatiale. Le profil des termes sources obtenu par les protocoles développés met en évidence des hétérogénéités de dissipation qui semblent corrélés avec le gradient de microstructure et les interfaces entre le cœur et la peau (figure 7).

La pertinence de cette analyse sera confrontée, à court terme, à l'étude de différentes microstructures typiques de l'injection dans le projet DURAFIP.

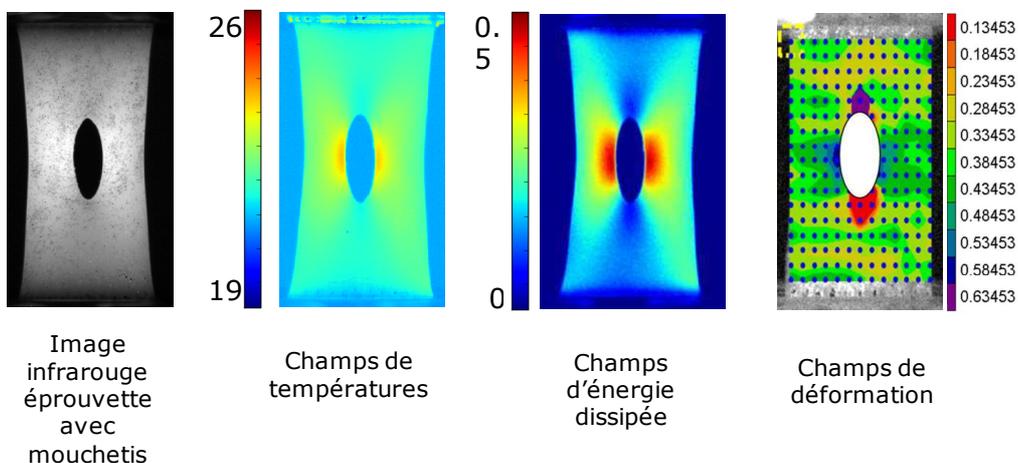


Figure 8 : Illustration des champs accessibles pour une éprouvette élastomère percée de faibles dimensions ( $\sim 35 \times 20 \times 0.2$  mm)

Comme souligné plus haut, les mécanismes de dissipation à l'échelle des inclusions sont mal compris, mal décrits et donc peu modélisés. Nous proposons dans les années à venir de nous intéresser à la caractérisation thermomécanique des termes sources à cette échelle, en particulier au cours du projet ANR PROFEM (cf section suivante sur les perspectives). Cette démarche est aujourd'hui bien avancée et a permis de développer un protocole de caractérisation robuste des gradients de termes sources, en se basant dans un premier temps sur des éprouvettes présentant un accident géométrique. Il est intéressant de souligner qu'une technique d'application de marqueurs d'émissivité différente de celle du matériau permet de caractériser, sur le même essai, les champs de dissipation et les champs de déplacement, puis de déformation par corrélation d'images, comme l'illustre la figure 8.

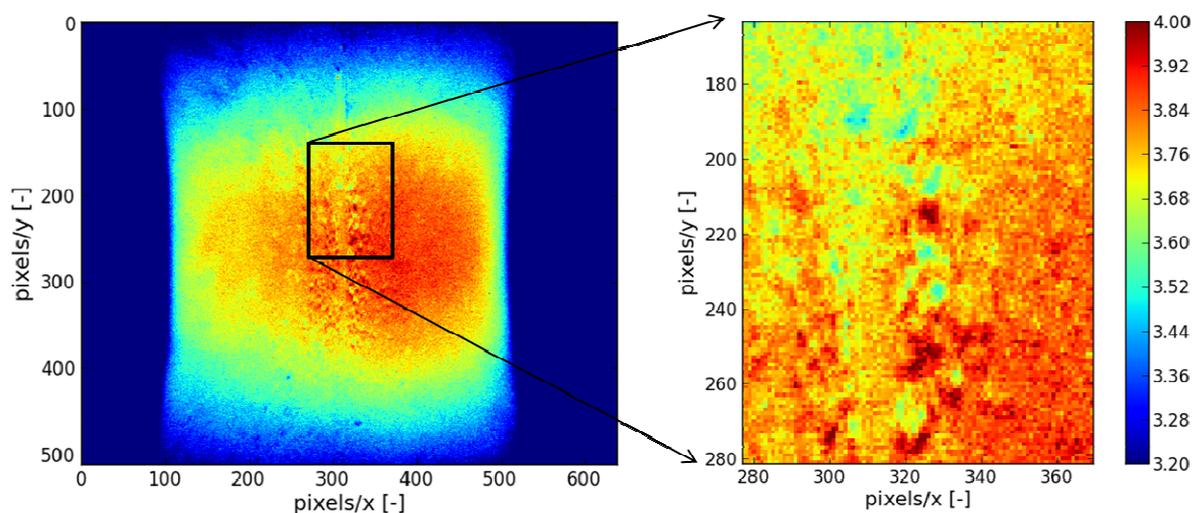


Figure 9 : Illustration de la détection de défauts localisés et de la possibilité d'analyser les gradients de dissipation à l'échelle de la microstructure.

Une fois ces outils développés pour des gradients générés par des défauts géométriques, il est possible de tenter de les appliquer pour ceux induits par des hétérogénéités de microstructure. La figure 9 montre un exemple de cartographie obtenue récemment pour une éprouvette élastomère de type sablier et sollicitée en fatigue. Le zoom est effectué sur la zone future d'initiation de micro-fissure. Il est possible de distinguer nettement des zones froides bien résolues et des zones de dissipation localisée et situées dans l'intervalle des zones froides. L'échelle est ici de 100 pixels pour 1 mm, ce qui donnerait une taille caractéristique d'hétérogénéités d'environ 50 microns, qui paraît tout à fait cohérente avec la taille des inclusions menant à l'initiation d'une fissure de fatigue. Les caractérisations microstructurales réalisées sont donc extrêmement prometteuses et vont offrir rapidement une base précieuse de compréhension des mécanismes et de validation des modélisations.

### c. Décrire les scénarii de ruine à une échelle supérieure

Comme nous l'avons souligné, la nature hétérogène des matériaux étudiés induit un couplage très important de la réponse mécanique locale à la géométrie de la pièce, du fait de l'écoulement lors du moulage, en particulier pour les thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes. Cet aspect complique la modélisation et la caractérisation de ces matériaux, à toutes les échelles mais c'est un point particulièrement important dès que l'on aborde les aspects structuraux.

Dans un premier temps, nous considérons des éprouvettes de structure présentant une géométrie d'entaille classique (circulaire ou avec un rayon plus sévère). Rappelons que ces éprouvettes sont hétérogènes à la fois en termes de champs de sollicitation mais également en termes de microstructure. Une première exploitation d'essais d'auto-échauffement menés sur ces éprouvettes peut être réalisée sur la base des champs de température. La figure 10 illustre ainsi qu'il est possible de localiser le site de l'initiation et de suivre l'évolution spatiale de la pointe de fissure au cours du palier de chargement, jusqu'à la rupture brutale. Il est possible d'illustrer en particulier que l'initiation se produit à une certaine distance de la surface, et que la propagation de la fissure se fait vers le bord opposé, du fait de la microstructure locale. Ces mesures de température permettent également de mieux comprendre l'évolution de la microstructure le long du faciès de rupture.

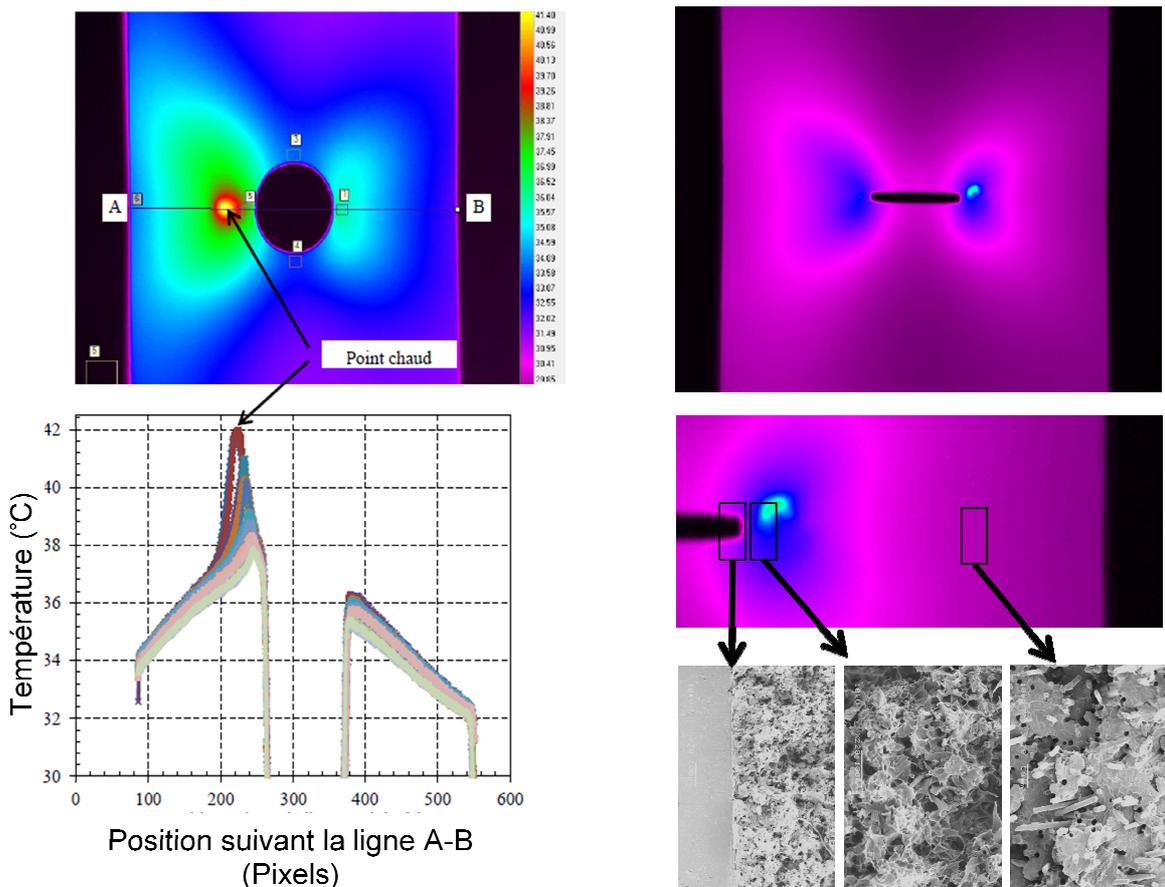


Figure 10 : Détection des zones d'initiation à partir des champs de température pour des éprouvettes thermoplastiques entaillées obtenues par injection. La figure de gauche illustre le suivi du point de dissipation maximale en fonction du temps, la figure de gauche illustre, elle, la corrélation entre les observations MEB et le champ de température.

Une seconde exploitation vise la confrontation des champs locaux mesurés et prédits, qu'il s'agisse de champs de déformations, de champs d'énergie dissipée, ou de champs de température (illustration sur la figure 11). Cette comparaison profite de la richesse de la base de données expérimentale, d'une part, et de la modélisation phénoménologique proposée, d'autre part.

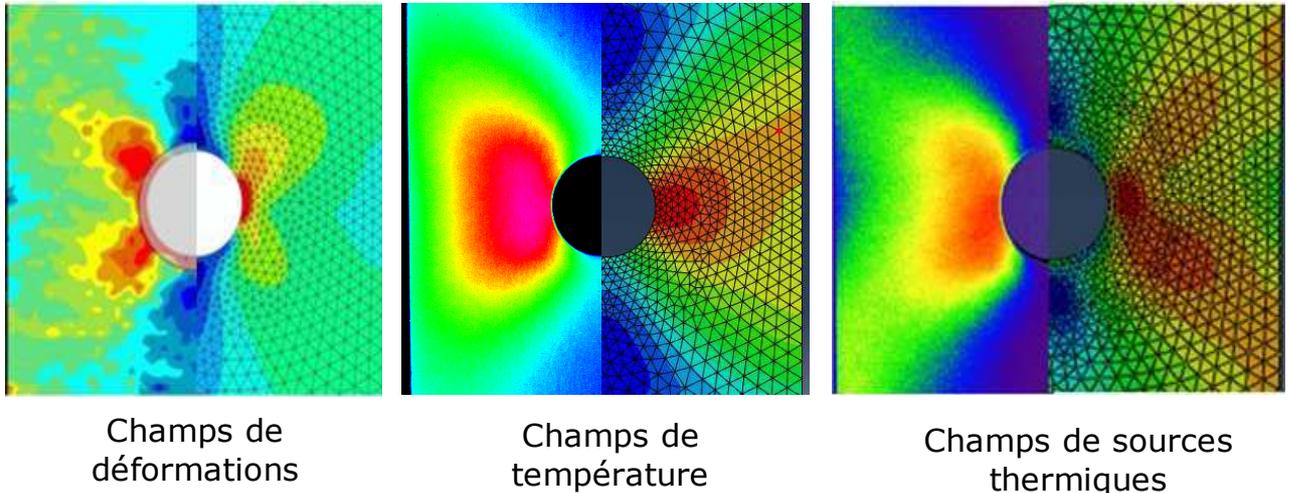


Figure 11 : Comparaisons essais-calculs pour l'éprouvette avec entaille circulaire, pour un palier de chargement cyclique d'amplitude macroscopique constante.

La troisième exploitation correspond à l'obtention d'un diagnostic rapide de la tenue en fatigue de ces structures ou mini-structures, en exploitant d'une part la courbe d'évolution de l'énergie locale dissipée au point critique, et d'autre part un critère de fatigue énergétique identifié au préalable (éventuellement sur une éprouvette de structure). La figure 12 illustre cette exploitation pour un support moteur en thermoplastique renforcé de fibres de verre et montre le potentiel très intéressant de ce type d'application, pour du diagnostic rapide comme pour de la validation de démarche de dimensionnement.

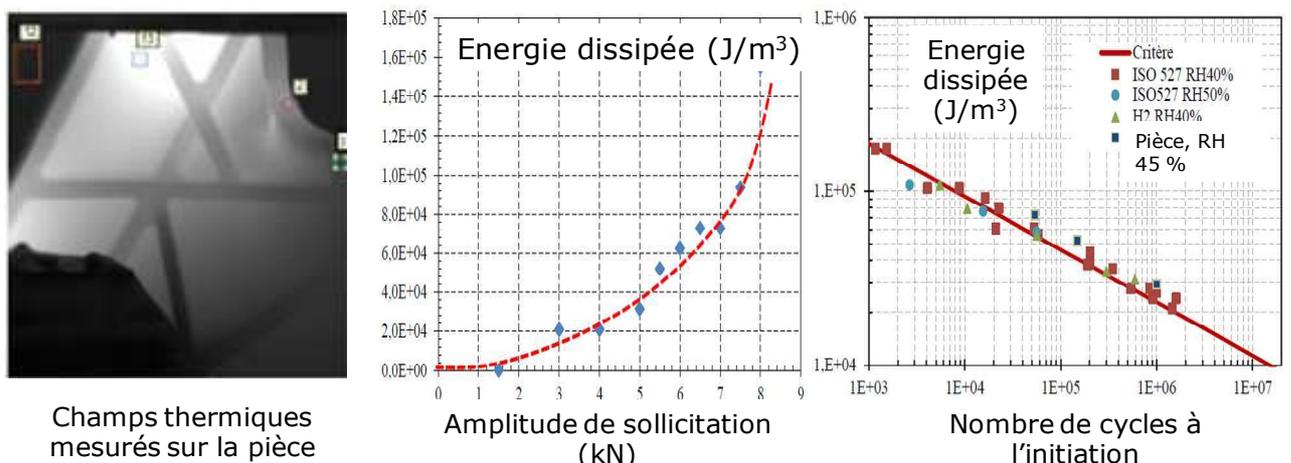


Figure 12 : Illustration de la caractérisation énergétique pour un essai sur pièce.

Références associées : [168-179]

## C- Influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine

### 1- Introduction

Le deuxième axe fort de mes travaux de recherche considère **l'influence de l'environnement sur le comportement et les critères de ruine** de ces matériaux à matrices organiques. Cette influence se caractérise par une évolution temporelle et spatiale de ces propriétés car les matériaux étudiés présentent un gradient des propriétés microstructurales et mécaniques. Dans les cas étudiés, ces variations peuvent être réversibles (absorption-désorption d'eau des thermoplastiques fibrés) ou irréversibles (vieillissements en environnement thermique ou marin des matériaux élastomères).

Deux objectifs principaux sont poursuivis ici :

- Réduire la durée des campagnes de caractérisation. A cette fin, des essais de vieillissement accélérés sont proposés pour les matériaux élastomères, dans le cas des vieillissements marin et thermique. Dans la même optique, la possibilité d'unifier les influences de la température et de l'humidité sur le comportement des thermoplastiques est également investiguée.
- Décrire les gradients de propriétés, y compris de manière permettre le calcul par éléments finis de structures hétérogènes.

Les problématiques du vieillissement font intervenir des échelles très différentes, des mécanismes physico-chimiques originels aux structures à dimensionner. Pour répondre aux deux objectifs cités plus haut, trois échelles principales seront considérées dans les études menées.

La première est celle des mécanismes physico-chimiques, la seconde est celle des conséquences macroscopiques, la troisième est intermédiaire et propose, grâce à la micro-dureté instrumentée, une description des gradients de propriétés, permettant non seulement de proposer des modèles cinétiques d'évolution, mais également de viser l'identification des lois de comportement locales.

Dans cette section, nous abordons les problématiques des pièces automobiles thermoplastiques en température et humidité, des pièces automobiles élastomères en environnement chaud et oxydatif et des pièces élastomères offshore et portuaires soumises au milieu marin.

Les points 2 et 3 décrivent les études menées, sans, puis avec description et intégration des gradients de propriétés. Les couplages entre environnement et comportement mécanique sont ici considérés comme faibles (pas d'influence de la mécanique sur l'influence de l'environnement).

Le point 4 se focalise sur l'identification inverse de la loi de comportement locale à partir de simulations par éléments finis et de mesures de micro-dureté instrumentée.

## 2- Analyse sans prise en compte des gradients

### a. Influences de la température et du taux d'humidité sur le comportement des thermoplastiques fibrés

Dans cette étude, le modèle de comportement développé au cours de la thèse d'A. Launay est confronté à des essais de sollicitation cyclique, réalisés dans une enceinte climatique permettant de maîtriser la température et l'humidité relative. Les éprouvettes sont conditionnées au préalable dans des enceintes hygro-thermiques pilotées à différents taux d'humidité, de manière à atteindre une absorption d'eau stabilisée. Les éprouvettes sont placées dans l'enceinte qui est portée à un taux d'humidité similaire à celui de leur conditionnement. La température de l'enceinte est alors abaissée, stabilisée, puis augmentée par paliers. Au début de chaque palier, un temps d'attente est respecté pour permettre l'homogénéisation du gradient thermique, puis le chargement mécanique est appliqué.

Ces essais sont qualifiés de « macro-DMA » car ils reprennent le principe de caractérisation sinusoïdale des essais d'analyse visco-élastique, mais :

- en utilisant une géométrie d'éprouvette de traction classique (celle qui avait été utilisée pour l'identification des paramètres pour des conditions ambiantes), qui évite les artefacts habituels de ces essais ;
- en imposant des gammes de sollicitation qui sortent du cadre d'analyse visco-élastique classique et permettent de qualifier l'ensemble des caractéristiques du comportement du matériau.

Le modèle illustre sa richesse en se montrant capable de décrire la réponse du comportement pour des sollicitations imposées dans une large gamme de température autour de la température de transition vitreuse.

Par ailleurs, il est possible de déterminer la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) pour chacune des conditions d'humidité. La comparaison de l'évolution de chacun des paramètres du modèle (cf point B-2.a.i) avec la température, permet alors de dégager des courbes maîtresses.

Un principe d'équivalence entre la température et le taux d'humidité est alors proposé et validé sur la base de ces courbes maîtresses, exprimées en  $(T-T_g)$ .

*Publication jointe :*

- *Launay, Y. Marco, M.H. Maitournam, I. Raoult., Influence of temperature and relative humidity on the cyclic behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide, Accepté, **Mechanics of Materials**, 2012.*

*Références associées : bibliographie de la publication*

## **b. Influence du vieillissement marin sur le comportement et la tenue statique d'un polychloroprène**

Nous nous intéressons ici au vieillissement en milieu marin d'un polychloroprène renforcé de noirs de carbone et de particules de silice. Dans le but de proposer des protocoles de vieillissement accélérés, différents protocoles sont testés :

- vieillissements effectués en enceintes thermiques pour des températures comprises entre 20 et 80°C.
- vieillissements effectués en bocaux fermés contenant de l'eau de mer synthétique, pour des températures comprises entre 20 et 80°C.
- vieillissements effectués en cuves d'eau de mer renouvelée, pour des températures comprises entre 20 et 80°C.

La comparaison des propriétés ultimes en traction à rupture obtenues pour les échantillons vieillis, avec celles issues d'une structure vieillie en service pendant 20 ans, permettent de valider une équivalence temps-température de type Arrhénius mais également d'en cerner les limites.

Dans la publication jointe, seules les données obtenues de manière moyenne nous intéressent ici. En effet, l'analyse des gradients de propriétés physico-chimiques et mécaniques et des mécanismes de vieillissement seront détaillés dans le paragraphe suivant.

L'idée est ici de montrer que les approches de dimensionnement et de qualification basées sur des essais accélérés doivent être menées avec précaution, en particulier si :

- elles se basent uniquement (comme souvent dans le cadre d'études industrielles) sur des grandeurs mécaniques moyennées sur la section d'une éprouvette.
- Elles utilisent des milieux de vieillissement de synthèse, considérés comme équivalents aux milieux de services.

*Publication jointe :*

- *Le Saux V., Marco Y., Calloch S., Le Gac P-Y., Marine ageing of Polychloroprene rubber: validation of accelerated protocols and static failure criteria by comparison to a 23 years old offshore export line. **ECCMR**, Dublin, 2011.*

*Références associées : [180-190] et bibliographie de la publication*



### 3- Analyse avec prise en compte des gradients

#### a. Influence du vieillissement marin sur le comportement d'un polychloroprène

Le cas précédent est repris ici, cette fois en nous concentrant sur le protocole de vieillissement en eau de mer renouvelée. Les conséquences du vieillissement sont étudiées à l'aide de techniques physico-chimiques (FTIR, RMN du solide) et mécaniques (traction à rupture, micro-dureté). Les gradients de propriétés mécaniques et physico-chimiques sont corrélés de manière à identifier les mécanismes de vieillissement responsables au premier ordre de la variation des propriétés mécaniques, qui sont particulièrement sensibles, comme l'illustre la figure 13).

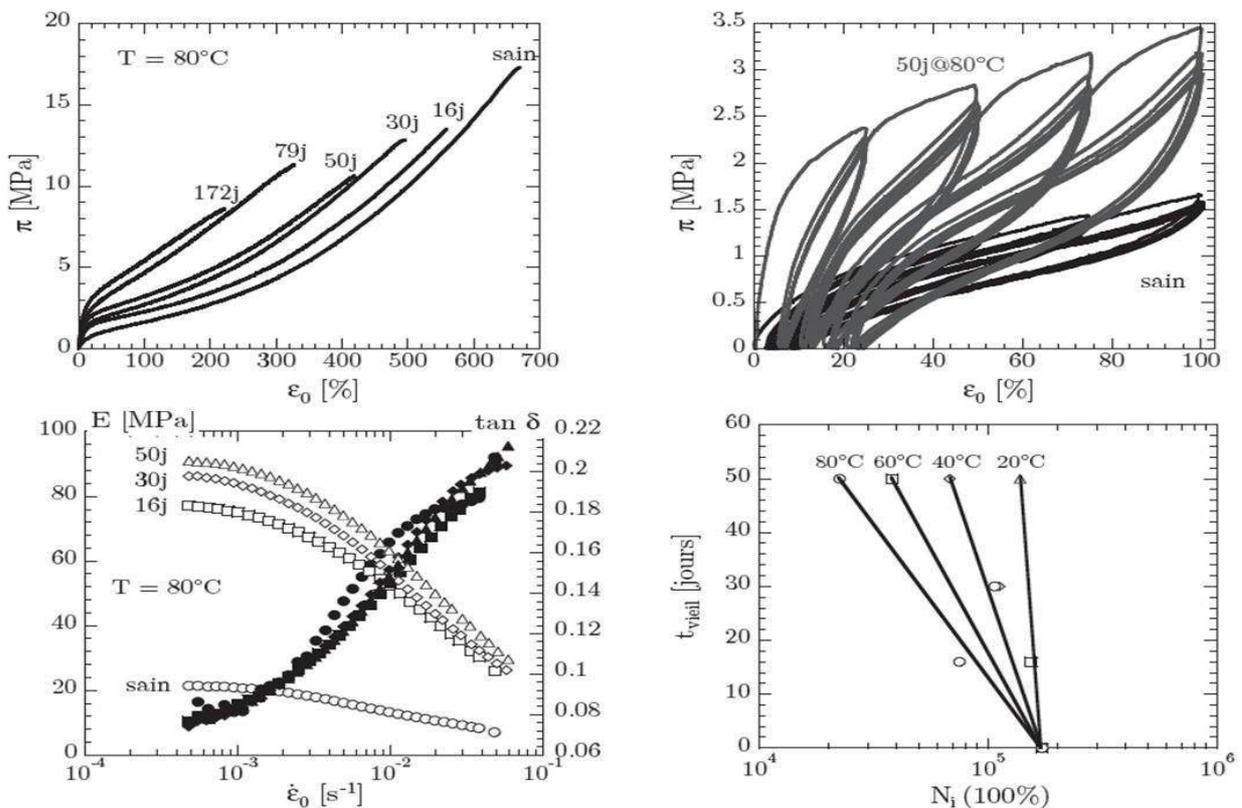


Figure 13 : Evolution des propriétés mécaniques (traction monotone et cyclique, mesures par DMA et durée de vie en fatigue).

La comparaison de ces mesures avec celles issues d'une structure vieillie en service pendant 20 ans montre la pertinence des mécanismes identifiés, des indicateurs retenus pour la description du vieillissement, et permettent de valider les protocoles de vieillissement accélérés développés.

Publication jointe :

- Le Gac P.Y., Le Saux V., Paris M., Marco Y., Ageing mechanism and mechanical degradation behavior of polychloroprene rubber in a marine environment: Comparison of accelerated ageing and long term exposure, **Polymer Degradation and Stability**, Volume 97, Issue 3, Pages 288-296, 2012.

Références associées : bibliographie de la publication



## b. Influence du vieillissement thermo-oxydatif sur le comportement et la tenue en fatigue d'un caoutchouc naturel chargé

Dans ce travail, nous nous intéressons au vieillissement thermo-oxydatif du caoutchouc naturel et à son influence sur sa tenue en fatigue. Des protocoles de vieillissements accélérés sont mis en place et leurs conséquences analysées et comparées à des structures vieilles en service (bielle de reprise de couple). Les outils de description sont, ici encore, les propriétés mécaniques macroscopiques (durée de vie en fatigue, essais réalisés par Trelleborg Vibracoustic) et microscopiques (micro-dureté), ainsi que les propriétés physico-chimiques, évaluées par mesures infra-rouges en transmission (collaboration avec P-Y. Le Gac, de l'Ifremer).

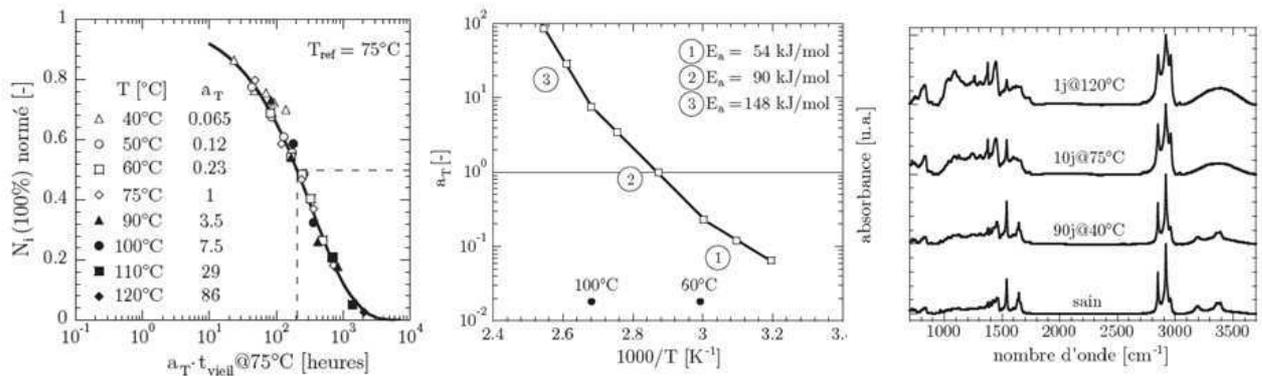


Figure 14 : Courbe maîtresse de la durée de vie en fatigue, évolution des énergies d'activation et des spectres infra-rouges en fonction des plages de températures.

La figure 14 illustre la courbe maîtresse dégagée à partir des durées de vie en fatigue. Les énergies d'activation permettant de définir ces équivalences temps-température dépendent des plages de températures imposées. Des mesures par infra-rouge permettent de confirmer les plages de température observées et de proposer les interprétations sur les mécanismes physiques en jeu.

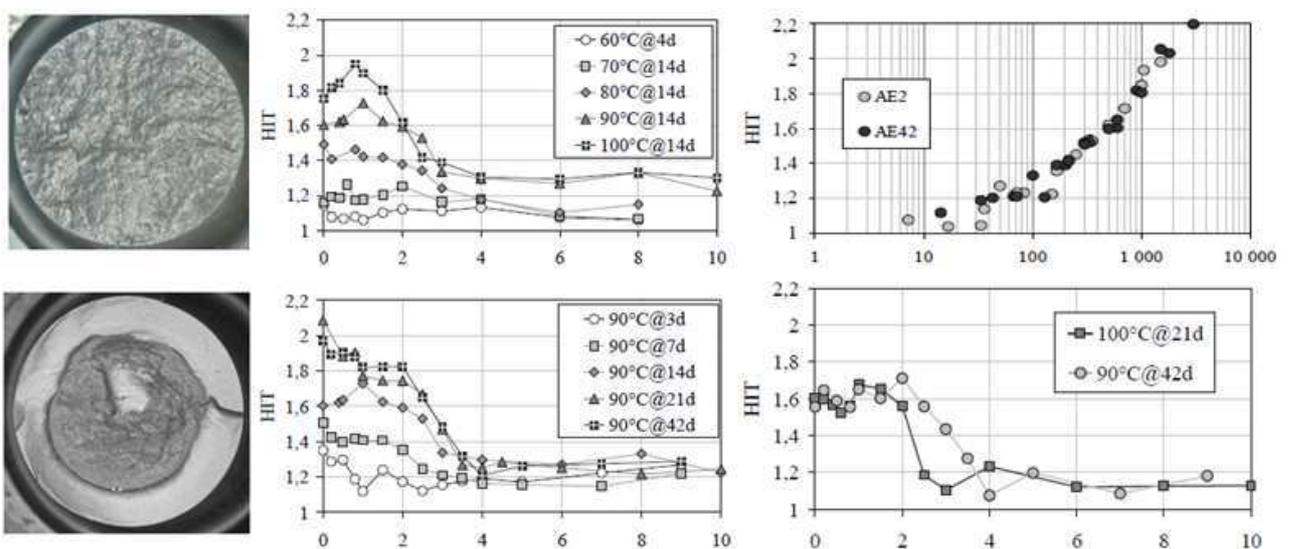


Figure 15 : Illustration de l'évolution des faciès de rupture avec le vieillissement (éprouvette non vieillie ou vieillie 7 jours à 100°C), profils de micro-dureté mesurés, courbe maîtresse sur la dureté en peau et différences entre profils « équivalents ».

La figure 15 illustre l'évolution des faciès de rupture avec le vieillissement (éprouvette non vieilles, en haut ou vieilles 7 jours à 100°C, en bas). L'évolution des profils de micro-dureté obtenus sur le diamètre des éprouvettes y est également montrée. On observe des évolutions classiques, avec durcissement de la peau avec la sévérité du vieillissement (température plus élevée ou/et temps d'exposition plus long) et modification de la profondeur affectée et de la forme du profil. Une courbe maîtresse peut être dégagée en se basant sur la mesure de dureté en peau, et ce, pour deux géométries d'éprouvettes sensiblement différentes (notées AE2 et AE42). Il est cependant nécessaire de souligner que cette équivalence temps-température est représentative uniquement de la peau de l'éprouvette, mais pas du gradient induit, comme l'illustre la figure 15.

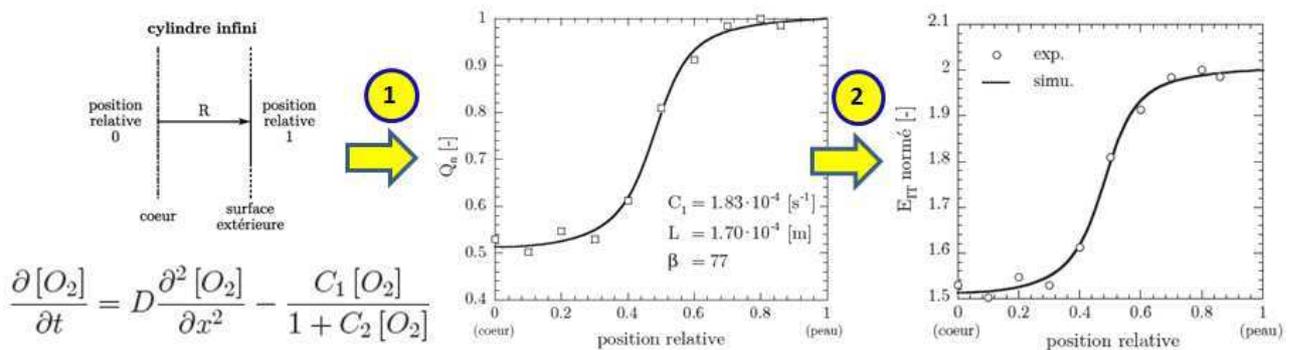


Figure 16 : Illustration de la démarche idéale de prédiction des propriétés mécaniques locales.

Une modélisation cinétique de type diffusion-consommation d'oxygène a été proposée. La figure 16 illustre les étapes de la démarche adoptée, qui comprend la définition du problème géométrique et des conditions limites, le choix d'un modèle cinétique, couplant ici les réactions (simplifiées !) de diffusion et de consommation de l'oxygène. La résolution spatiale et temporelle de cette équation permet alors de calculer une grandeur chimique choisie comme représentative, ici la quantité normée d'oxygène consommée. Un choix de transition vers une grandeur mécanique (ici, le module élastique normé) est alors nécessaire. Cette relation a donné des résultats satisfaisants mais reste soumise à plusieurs hypothèses et des études complémentaires sont clairement nécessaires pour permettre son application à toute la gamme d'usage des pièces.

De manière à mieux décrire les conditions de service et à améliorer la pertinence des tests de validation proposés par les constructeurs automobiles, différents protocoles de tests ont également été mis en œuvre pour illustrer les influences conjointes de la fatigue et du vieillissement.

Publication jointe :

- Charrier P., Marco Y., Le Saux V., Ranaweera R.K.P.S., *On the influence of heat ageing on filled NR filled for AVS automotive applications. ECCMR, Dublin, 2011.*

Remarque : Pour de plus amples précisions, et en l'absence de publication plus détaillée pour l'instant, le lecteur est invité à se référer à la thèse de Vincent Le Saux. ([http://tel.archivesouvertes.fr/docs/00/54/25/06/PDF/Manuscrit\\_final.pdf](http://tel.archivesouvertes.fr/docs/00/54/25/06/PDF/Manuscrit_final.pdf))

Références associées : [191-198] et bibliographie de la publication

## 4- Identification inverse par micro-dureté instrumentée des lois de comportement locales

### a. Introduction

La micro-dureté est longtemps restée une affaire de mesure d'effort et d'empreinte plastique. Pour les élastomères, la déformation résiduelle est peu observable et les normes principales se basent essentiellement sur le déplacement maximal observé. Il est aujourd'hui possible de réaliser des essais de micro-dureté instrumentée, qui permettent de tracer des courbes d'évolution de la charge en fonction de l'enfoncement de l'indenteur. Si pour les matériaux métalliques l'analyse de ces courbes permet de remonter aux paramètres des lois de comportement dans de nombreux cas, cette démarche est loin d'être validée pour les matériaux élastomères.

L'objectif de ce volet de mes activités de recherche est de se servir de la micro-dureté instrumentée pour accéder, non plus uniquement à une valeur scalaire, utile certes pour décrire les gradients induits par le vieillissement mais trop limitée pour effectuer des calculs de structure, mais aux paramètres de la loi de comportement locale.

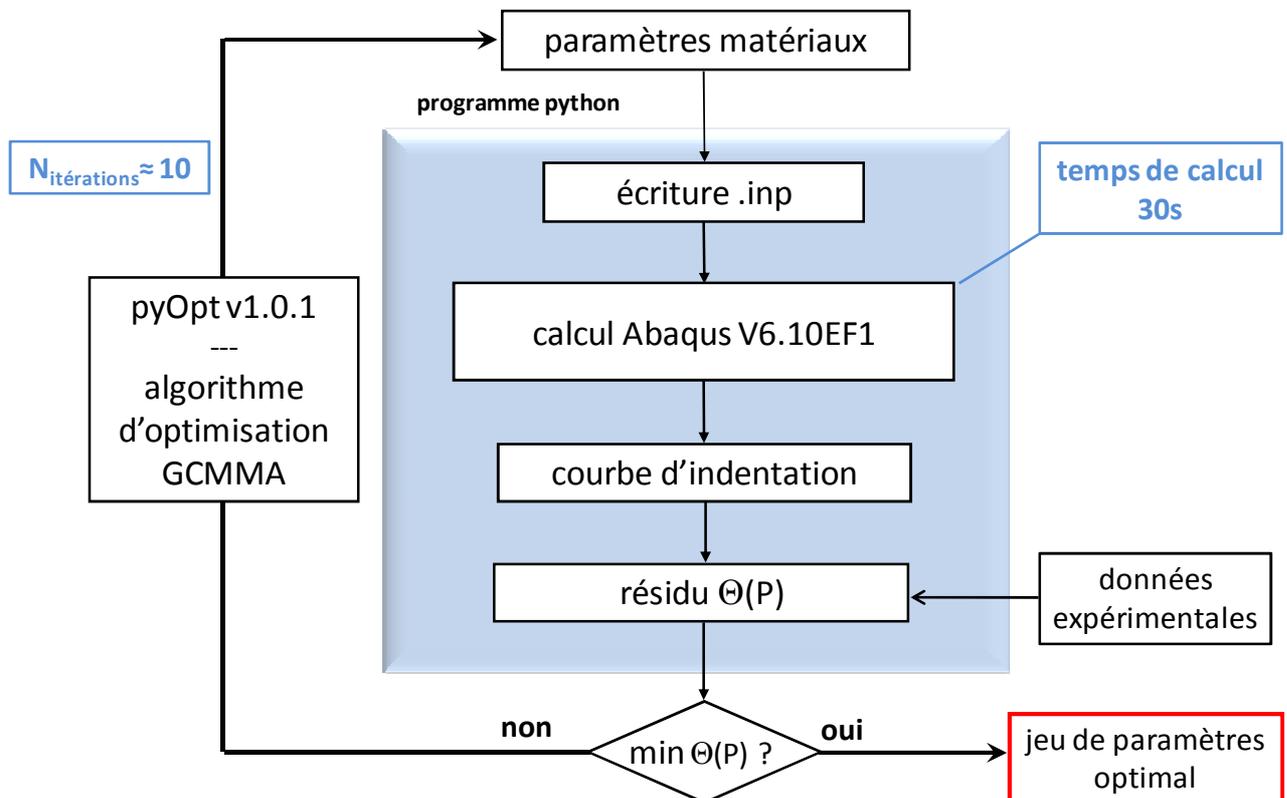


Figure 17 : Illustration de la démarche utilisée pour l'identification de la loi de comportement locale

La figure 17 présente la démarche utilisée, qui se base sur les courbes effort-déplacement obtenues par la micro-dureté instrumentée pour identifier de manière inverse les paramètres de la loi de comportement. La boucle d'identification des paramètres comprend une étape de simulation par éléments finis de l'essai de micro-indentation, qui est un essai hétérogène, et une étape de détermination des paramètres, assurée par des outils d'optimisation, commerciaux originellement

(logiciel Boss Quattro®) et développés depuis au laboratoire en code Python par V. Le Saux.

Dans les études menées à ce stade, les lois de comportement utilisées sont limitées au cadre hyper-élastique et seule la réponse sous charge de la courbe d'indentation est exploitée pour l'instant.

### b. Cas des élastomères chargés

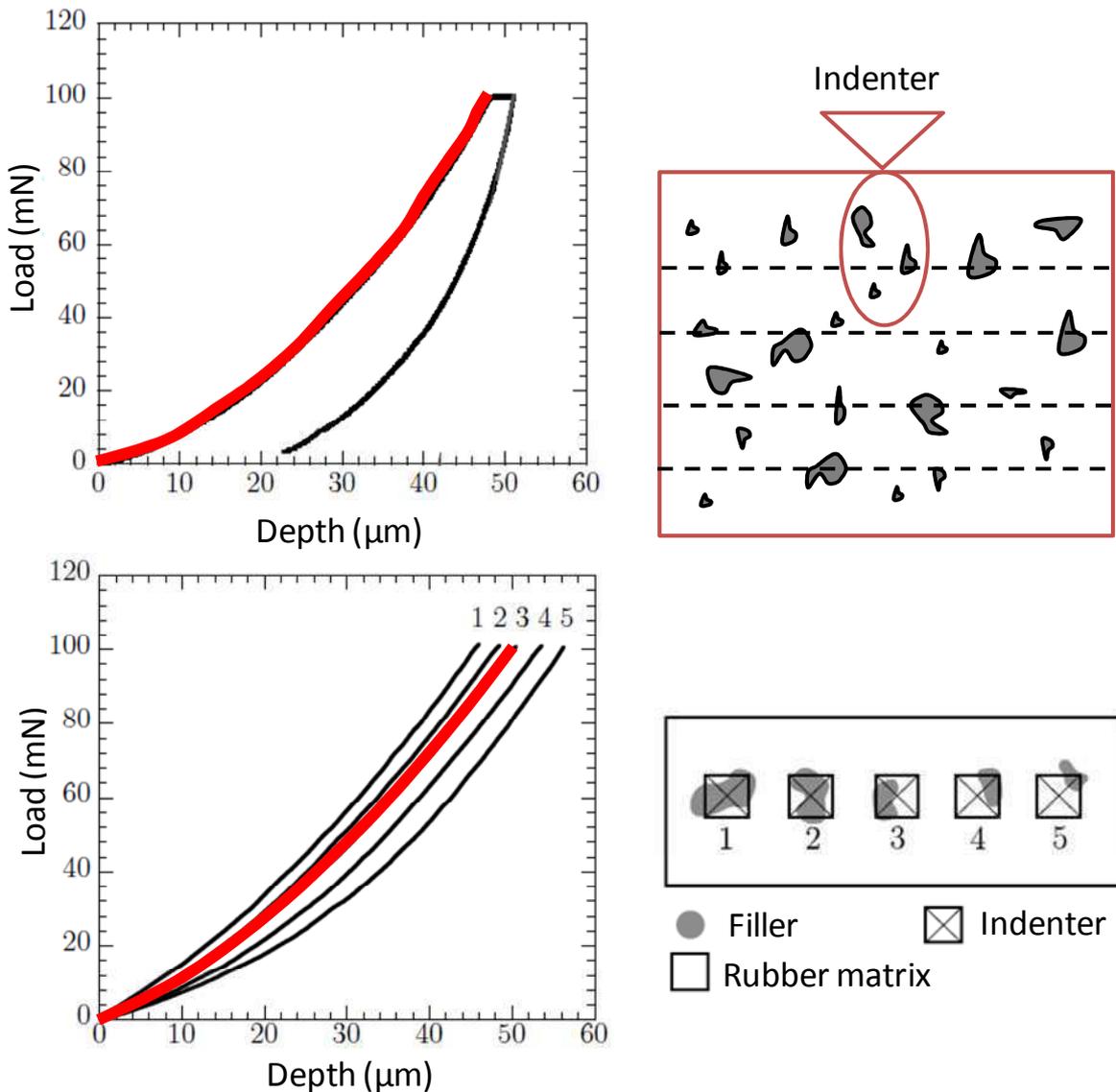


Figure 18 : Illustration d'une courbe typique de réponse, de la dispersion expérimentale observée et explication schématique (vue de côté et du dessus) du ratio entre la surface ou le volume indentés et la taille caractéristique des hétérogénéités.

Nous nous sommes tout d'abord naturellement intéressé aux élastomères chargés considérés dans les études menées (caoutchouc naturel et chloroprène). Les outils expérimentaux et numériques développés pour identifier les paramètres de la loi de comportement locale à partir des essais de micro-dureté sont détaillés dans le paragraphe 4.c et la publication associée. L'objectif de ce paragraphe est d'illustrer la difficulté soulevée par la transition d'échelle.

Le premier indice de cette difficulté est donné par la dispersion plus ou moins importante des mesures, comme l'illustre la figure 18. Cette dispersion n'est pas observée pour les matériaux non chargés et est très certainement représentative d'une proximité trop importante entre le volume testé par l'indenteur et le volume minimal caractéristique d'homogénéité du matériau.

La deuxième illustration est présentée par la figure 19, qui montre l'échec de cette passerelle entre les paramètres identifiés à une échelle et appliquée à l'autre, qu'il s'agisse d'utiliser les paramètres identifiés par micro-dureté pour simuler la réponse de tests standards macroscopiques (démarche présentée sur les courbes de gauche) ou de simuler l'essai de micro-dureté en utilisant les paramètres identifiés de manière classique sur les tests standards macroscopiques (démarche présentée sur les courbes de droite).

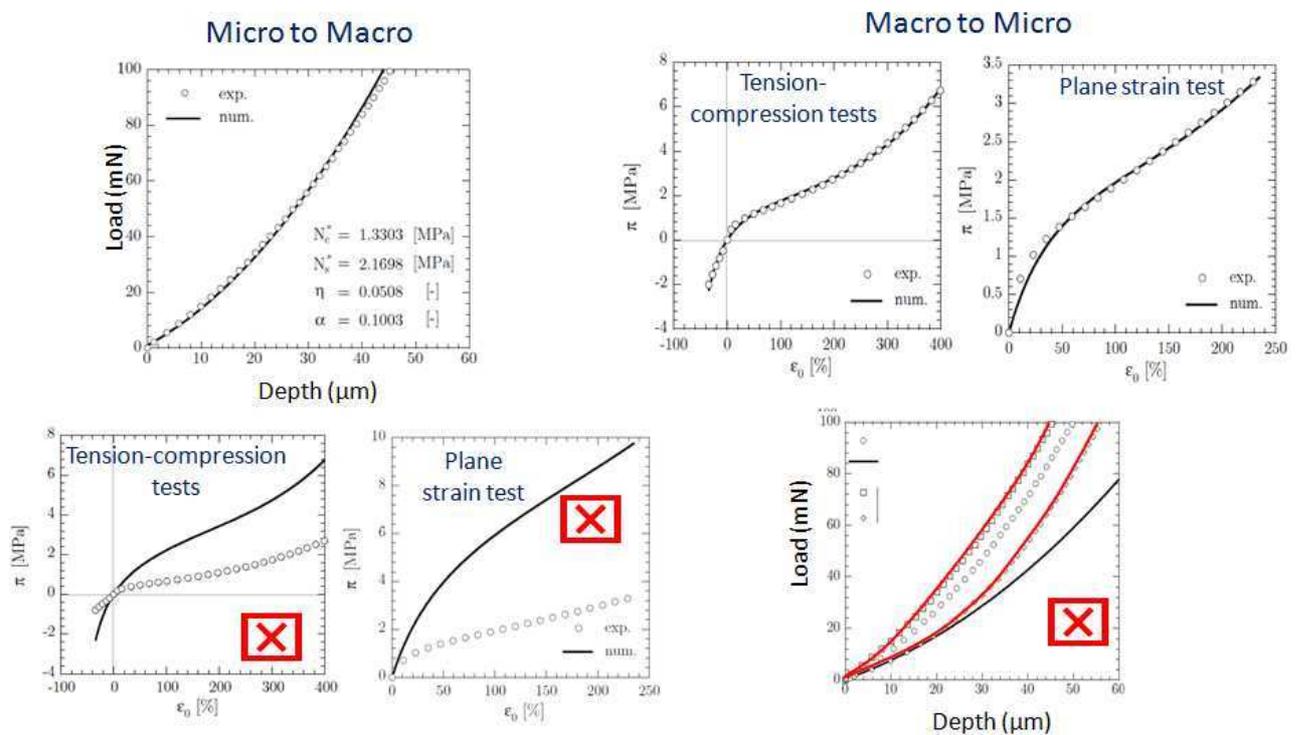


Figure 19 : Illustration de la difficulté de transition d'échelle pour l'identification des lois de comportement locales.

Ces différences peuvent avoir plusieurs origines (viscosité, différence de modes et de gammes de sollicitation, ...) mais la plus probable est celle d'une proximité trop importante entre le volume testé par l'indenteur et le volume minimal caractéristique d'homogénéité du matériau. Cette hypothèse a été confirmée par l'utilisation d'un matériau non chargé et présentant un comportement proche de l'hyper-élasticité parfaite. Ces résultats sont présentés dans le paragraphe suivant.

Différentes études sont en cours aujourd'hui sur ces aspects, pour permettre d'appliquer l'identification par micro-dureté instrumentée aux élastomères chargés. Les investigations portent en particulier sur l'optimisation de la géométrie de l'indenteur pour augmenter le volume indenté sans modifier la profondeur affectée et donc la discrétisation spatiale du gradient à caractériser.

Références associées : [199-211]

### c. Cas d'un élastomère non chargé *SANS* gradient de comportement

De manière à valider notre approche et les outils développés (protocole expérimental et boucles d'identification inverse des paramètres de la loi de comportement), un caoutchouc naturel non chargé est alors testé. Ce matériau présente des inclusions de faibles dimensions et peu nombreuses, ce qui permet de limiter très fortement la dispersion expérimentale. Par ailleurs la composante inélastique de son comportement est très faible, comme l'illustrent les résultats obtenus pour un chargement complexe de charge-décharge avec paliers de fluage intercalés (figure 20).

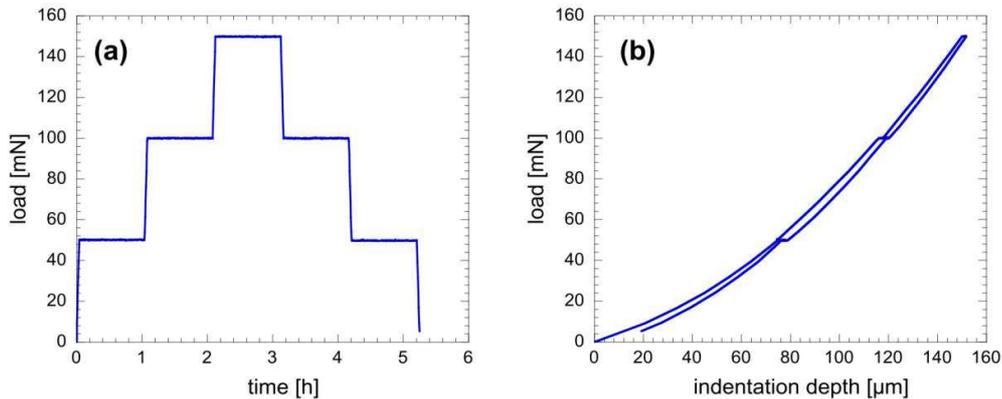


Figure 20 : Illustration de la faible composante inélastique du comportement du caoutchouc naturel non chargé.

L'utilisation de ce matériau plus simple nous a ainsi permis de valider la simulation numérique de l'essai d'indentation et les hypothèses associées. Les paramètres identifiés sont par ailleurs utilisés avec succès pour décrire la réponse du matériau obtenue pour de nombreux tests standards (traction simple, traction plane, compression simple), comme l'illustre la figure 21.

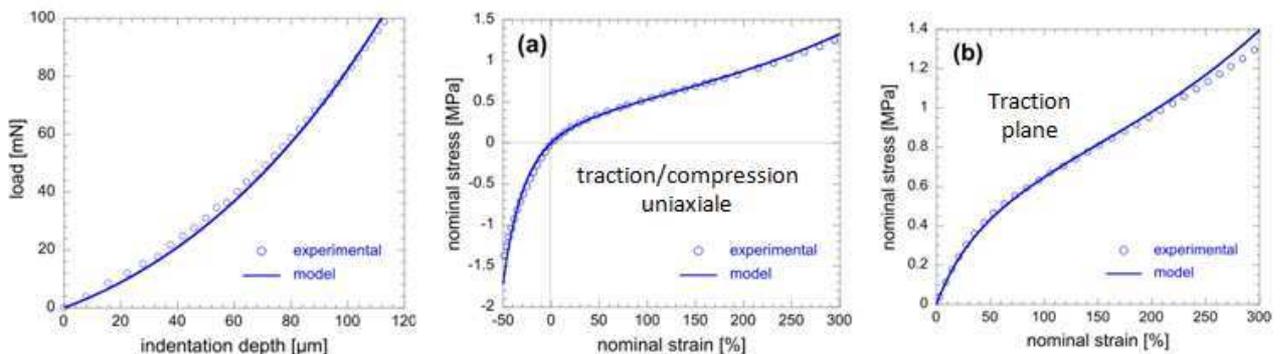


Figure 21 : Illustration de la bonne corrélation entre les courbes expérimentales macroscopiques et la prédiction basée sur les paramètres identifiés par micro-dureté dans le cas du caoutchouc naturel non chargé.

Publication jointe :

- Le Saux V., Marco Y., Bles G., Calloch S., Moyne S., Plessis S., Charrier P. Identification of constitutive model for rubber elasticity from micro-indentation tests on natural rubber and validation by macroscopic tests. **Mechanics of Materials**, Volume 43, Issue 12, Pages 755-1014, 2011.

Références associées : bibliographie de la publication

#### d. Cas d'un élastomère non chargé AVEC gradient de comportement

Dans le cas précédent, nous sommes parvenus à identifier de manière inverse les paramètres d'une loi de comportement pour un matériau homogène non chargé. De manière à permettre la validation de cette approche pour des matériaux présentant un gradient de comportement, nous nous intéressons cette fois au même matériau, mais soumis à différentes sévérités de vieillissement thermo-oxydatif (2 ans à 23 °C et 4 jours à 125°C). Ces deux conditions ont été choisies de manière à induire des gradients de propriétés très différents. Les profils de micro-dureté mesurés pour ces deux éprouvettes, et illustrés sur les figures 22 et 23, permettent de vérifier que cet objectif est bien atteint.

Les paramètres de la loi de comportement locale sont obtenus à partir de l'identification inverse des mesures de micro-dureté pour différentes profondeurs. Il est important de préciser que les paramètres initiaux de l'optimisation ont été identifiés sur les réponses macroscopiques du matériau sain, de manière à pouvoir apprécier leur variation en fonction de la sévérité des vieillissements imposés.

Des essais de traction uni-axiale ont également été effectués sur les éprouvettes vieilles, issues de la même plaque initiale que pour les mesures de micro-dureté. Des simulations numériques de ces éprouvettes à gradients de comportement et utilisant les paramètres identifiés précédemment sont finalement effectuées. Les comparaisons sont présentées sur les figures 22 et 23. Un premier type de simulation considère le matériau comme homogène et lui affecte les paramètres identifiés, soit en peau, soit à cœur. Le décalage très important constaté permet de mieux mesurer l'erreur commise en considérant ces matériaux comme ne présentant pas de gradients, même pour des éprouvettes vieilles longtemps à l'ambiante. Le deuxième type de simulation modélise cette fois-ci l'éprouvette comme multi-couche en affectant les propriétés locales identifiées, ce qui permet d'obtenir une très bonne corrélation avec les résultats expérimentaux.

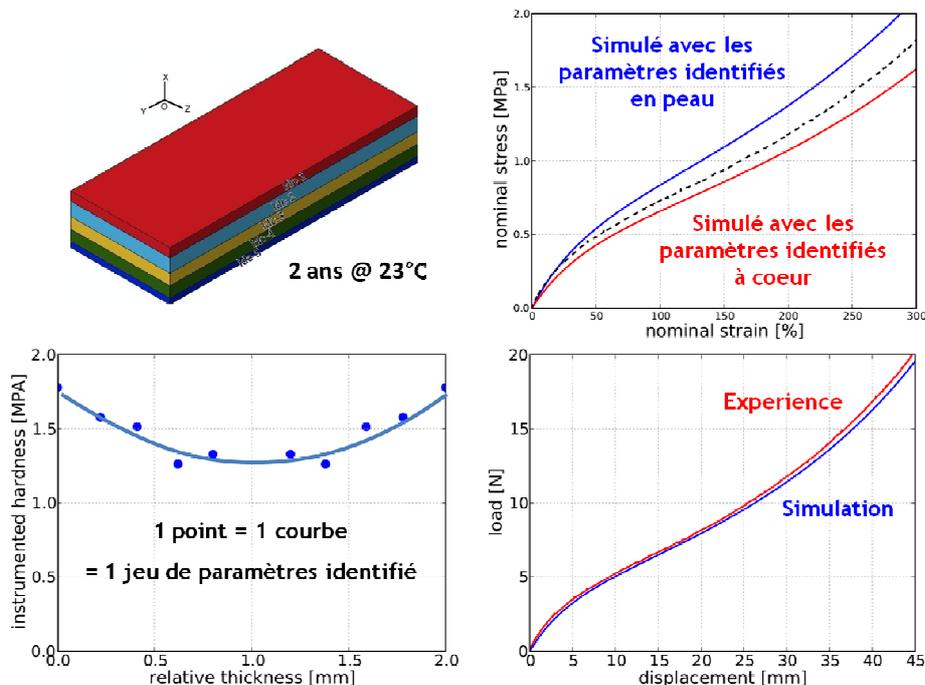


Figure 22 : Gradient de micro-dureté, courbe de traction expérimentale, et comparaison aux prédictions pour des simulations homogènes ou multi-couches. Echantillon vieilli 2 ans à 23°C.

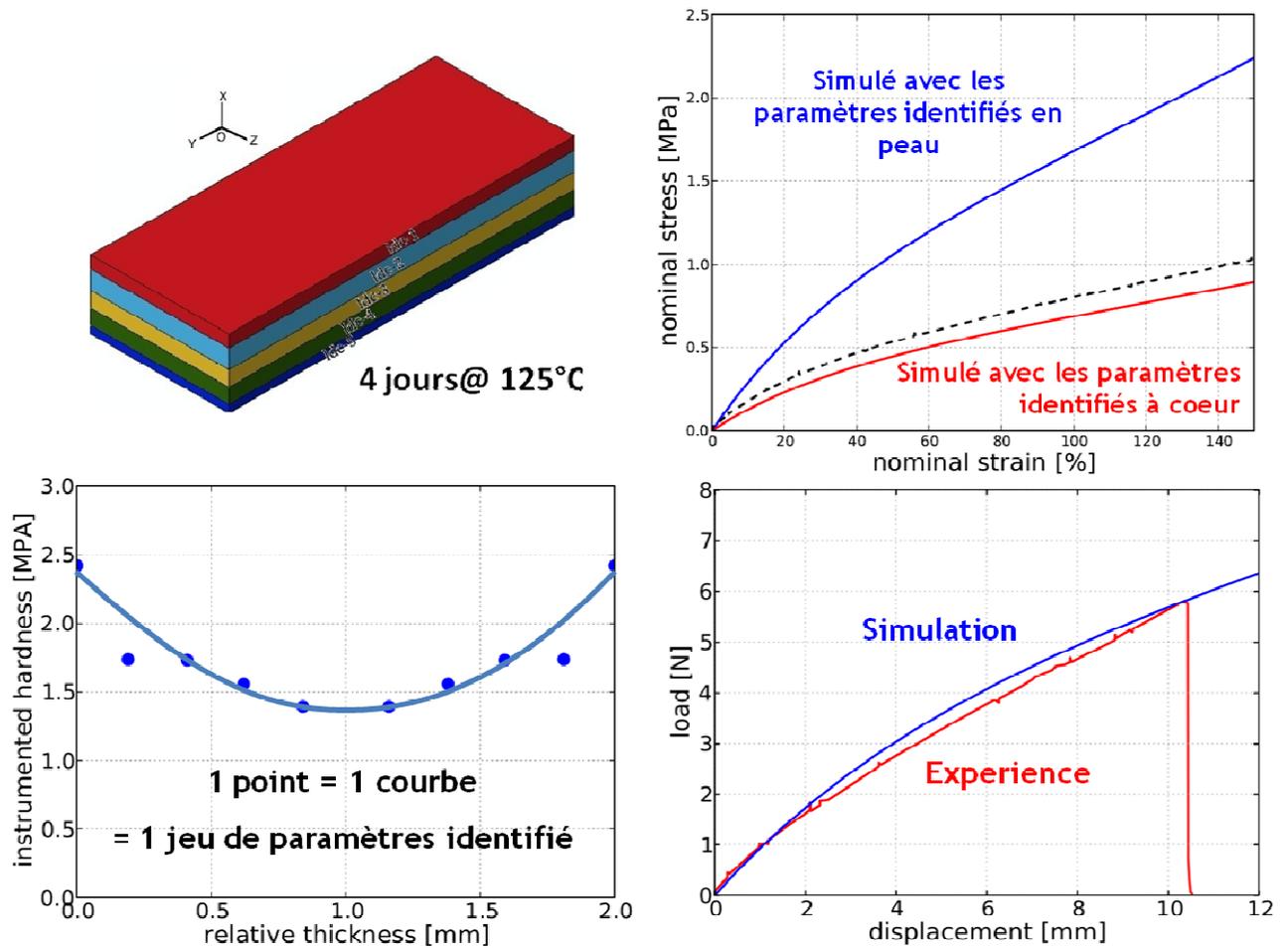


Figure 23 : Gradient de micro-dureté, courbe de traction expérimentale, et comparaison aux prédictions pour des simulations homogènes ou multi-couches. Echantillon vieilli 4 jours à 125°C.

Considérons maintenant l'évolution des paramètres du modèle d'Edwards-Vilgis utilisé pour la modélisation hyper-élastique. L'expression du potentiel est donnée ci-dessous :

$$W = \frac{N_c^*}{2} \left[ \frac{(1 - \alpha^2)I_1}{1 - \alpha^2 I_1} + \ln \left( 1 - \alpha^2 I_1 \right) \right] + \frac{N_s^*}{2} \left[ \frac{(1 - \alpha^2)(1 + \eta)}{1 - \alpha^2 I_1} \sum_{i=1}^3 \frac{\lambda_i^2}{1 + \eta \lambda_i^2} + \ln \left( 1 - \alpha^2 I_1 \right) + \sum_{i=1}^3 \ln \left( 1 + \eta \lambda_i^2 \right) \right]$$

Les différents paramètres peuvent être reliés à :

- $N_c^*$  : la densité de nœuds chimiques (ici des ponts sulfures) ;
- $N_s^*$  : la densité de nœuds physiques (d'enchevêtrements) ;
- $\eta$  : la facilité au glissement de deux chaînes à un nœud physique ;
- $\alpha$  : la limite d'inextensibilité d'une chaîne moléculaire.

La figure 24 présente les évolutions de chacun de ces paramètres en fonction de la profondeur relative pour les deux cas de vieillissement étudiés.

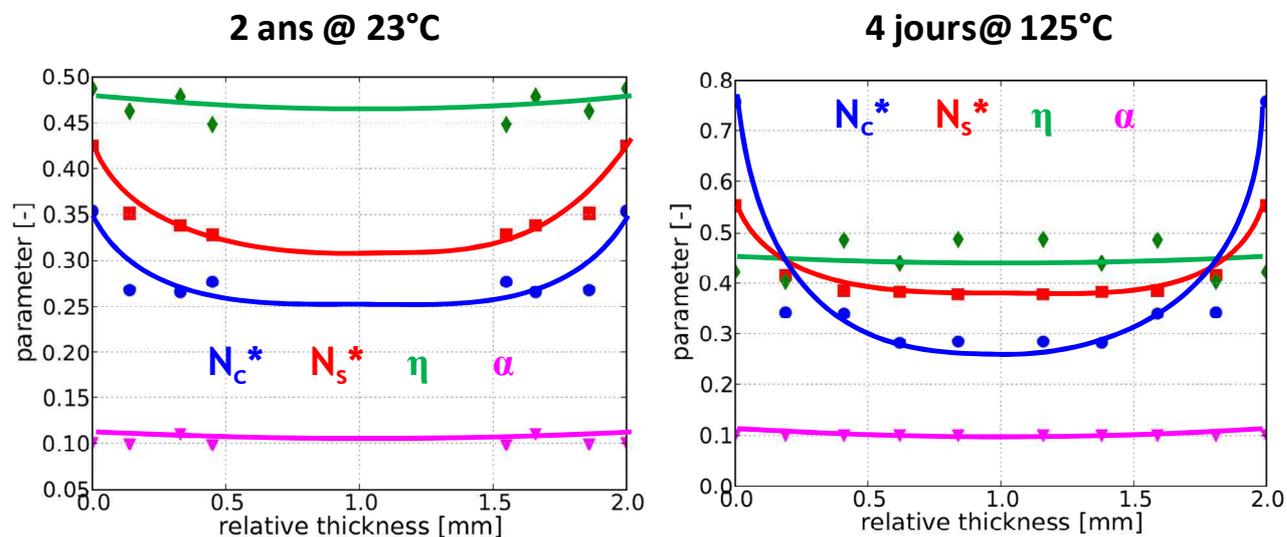


Figure 24 : Evolution des paramètres du modèle de comportement hyper-élastique en fonction de la profondeur, pour les deux cas de vieillissement imposés.

L'évolution des paramètres de la loi de comportement semble ainsi en accord, non seulement avec les profils de micro-dureté, mais également avec une interprétation physique des mécanismes de vieillissement.

Références associées : [212-213]

## 5- Etudes en cours et perspectives

### a. Amélioration des modèles cinétiques

Un premier volet de poursuite des études engagées concerne les aspects cinétiques et la passerelle vers la mécanique. Les paragraphes ci-dessous donnent les pistes à suivre pour les différents matériaux étudiés :

- **Les matrices polyamides renforcées (PA66-GF).** Il est crucial de pouvoir prédire de manière fiable l'évolution de la teneur en eau des pièces sous capot moteur, pour différentes conditions d'environnement climatique (dépendant de la localisation géographique du véhicule) mais aussi pour différents cycles de chargement thermomécaniques (effet du temps de stationnement, du nombre de trajets journaliers, etc ...). Par ailleurs, l'approche utilisée pour le dimensionnement mécanique néglige pour l'instant le gradient de reprise en eau. Il est clairement nécessaire de dépasser cette hypothèse pour affiner le dimensionnement des pièces, pour plusieurs raisons. Tout d'abord, les pièces sont suffisamment épaisses pour présenter des gradients sur les temps de trajets typiques. Ensuite, les chargements de flexion sont courants pour ces pièces minces et sollicitent préférentiellement la zone de surface, c'est-à-dire la plus sensible aux variations. Enfin, parce que l'étude en fatigue de ces pièces a illustré le rôle fort du gradient d'orientation des fibres sur la localisation de l'amorçage : il sera donc vraisemblablement nécessaire de localiser le point critique à cette échelle, c'est-à-dire également à celle du gradient induit par l'environnement. Ces différents aspects sont développés actuellement dans le cadre du projet DURAFIP, et feront l'objet d'un stage de Master 2 (financement Rhodia) au laboratoire en 2013.
- **Le polychloroprène (CR).** Les développements nécessaires à la mise en place d'une démarche complète de dimensionnement en environnement marin visent la levée de deux verrous. Le premier concerne les modèles cinétiques. Ce matériau a révélé des mécanismes de vieillissement complexes, liés à l'hydrolyse de la silice mais également à l'évolution de la matrice, comme le confirment des investigations récentes (stage de M2 de C. Castro). Il est donc nécessaire de mieux comprendre ces mécanismes avant de mettre en place les simulations physico-chimiques. Le deuxième verrou concerne l'identification du paramètre microscopique pertinent (par exemple l'augmentation relative de la bande de la liaison Si-OH) et sa relation avec l'évolution des paramètres mécaniques. Ces différents points pourraient être abordés prochainement dans le cadre d'un projet soumis auprès du Pôle Mer Bretagne (VITEM, collaboration TrelleborgVibracoustic, Ifremer, DCNS).
- **Le caoutchouc naturel chargé de noirs de carbone (NR).** Un premier point concerne la passerelle de la physico-chimie vers la mécanique, en effet, une relation linéaire entre la quantité d'oxygène consommée et le module élastique local ne permet pas de prédire les gradients observés. Un autre enjeu, plus important, serait ici de comprendre les couplages entre la mécanique et les cinétiques chimiques. Cette problématique est en particulier cruciale pour les pièces anti-vibratoires, pour tous les domaines industriels d'applications et implique des problématiques scientifiques passionnantes (destruction/reformation de réseaux vulcanisés sous sollicitation, permettant dans certains cas de mieux résister au chargement après une phase de vieillissement sous charge !). Là encore le projet VITEM évoqué plus haut permettrait de répondre à ces questions.

## **b. Identification des propriétés mécaniques locales par micro-dureté instrumentée**

Le deuxième volet de ces perspectives concerne l'utilisation de la micro-dureté instrumentée, qui s'est révélé un instrument précieux de caractérisation du comportement mécanique local, permettant ainsi une passerelle entre les modèles cinétiques et la simulation numérique de structures hétérogènes. Différentes pistes sont d'ores et déjà poursuivies :

- **Améliorer la transition d'échelles pour les matériaux élastomères chargés.** Les études en cours cherchent à optimiser le rapport entre le volume et la profondeur affectés par l'indenteur. Une première étude a permis de tester l'influence de la géométrie de l'indenteur et de cibler le meilleur candidat parmi les géométries standard. Un approfondissement pourra consister à définir une géométrie optimale d'indenteur. Une deuxième piste possible est de considérer d'autres protocoles expérimentaux (identification pour un chargement anhystérétique, empilement ou juxtaposition de plaques d'échantillon, ...).
- **Enrichir la modélisation et la caractérisation mécanique.** Comme l'ont illustré les réponses des matériaux chargés, une modélisation hyper-élastique seule ne permet pas de décrire la réponse pour les chargements d'indentation. Il est donc naturel de chercher à étoffer la modélisation en intégrant des caractéristiques visqueuses et plastiques, par exemple. De manière à éviter la problématique de changement d'échelle observée pour les matériaux chargés, nous nous basons dans cette étude sur des matériaux Polyuréthanes formulés spécialement, dans le cadre d'une collaboration avec l'université d'Oxford (P. Buckley) et l'institut macromoléculaire roumain (C. Prisacariu). La comparaison entre le comportement cyclique observé aux échelles macroscopiques et microscopiques en particulier, devrait permettre de mieux comprendre quelle est l'échelle pertinente d'analyse de l'effet Mullins, par exemple.
- **Améliorer la compréhension du lien entre les paramètres mécaniques et les caractéristiques physico-chimiques.** Cette étude sera menée sur les matériaux Polyuréthanes évoqués plus haut, qui ont été synthétisés par C. Prisacariu. Ces matériaux présentent en effet de très nombreuses combinaisons d'éléments (types de liaisons, longueurs de chaînes entre nœuds de réticulation, densité de nœuds, ...). La comparaison entre l'évolution de ces formulations et celle des paramètres des lois de comportement sera précieuse pour mieux décrire les liens entre formulation et réponse mécanique à cette échelle.
- **Comparer essais de micro-dureté et essais de traction sur micro-films.** Ces études sont menées en collaboration avec P-Y. Le Gac (Ifremer), qui dispose du matériel (et du savoir faire !) pour réaliser des essais de traction sur des films minces découpés dans des échantillons massifs. Cette technique est bien évidemment précieuse pour permettre de caractériser localement un matériau présentant des gradients ou pour faire vieillir un échantillon mince en évitant de générer des gradients. La comparaison entre les résultats obtenus par ces essais de traction et ceux issus de mesures par micro-dureté instrumentée est très intéressante pour garder la même échelle de description. Elle peut s'appliquer à toutes les perspectives déjà décrites et est utilisée en particulier dans le cadre d'une collaboration avec A. Muhr (TARRC de Londres) pour l'analyse de structures élastomères très âgées [90], qui se poursuit aujourd'hui.

Il me paraît important de souligner que ce volet de mes activités de recherche et en particulier les perspectives menées, permet d'étendre les collaborations, à la fois à l'international (P. Buckley, C. Prisacariu, A. Muhr), avec des partenaires nationaux (P-Y. Le gac) mais également d'associer d'autres collègues du laboratoire (G. Blès).

### 1- Synthèse

Comme expliqué dans le préambule, ce document cherche à donner plusieurs niveaux de lecture de mes activités de recherche. La partie A dresse un panorama des points abordés aux différentes échelles, ce qui paraît une grille de lecture naturelle pour ces matériaux hétérogènes et à gradients de propriétés. Les paragraphes dédiés aux perspectives des parties B et C proposent, eux, une vision détaillée des pistes en cours pour chacun des grands axes de recherche. Ce paragraphe de conclusion souhaite avant tout proposer une vision synthétique des points marquants développés au cours de ces travaux de recherche et des principaux thèmes de développement à poursuivre.

#### a. Principaux objectifs atteints

Avant de reprendre ici les différents résultats obtenus, je tiens à souligner qu'ils sont majoritairement issus, directement ou indirectement de la collaboration très efficace mise en place avec notre partenaire industriel principal (TrelleborgVibracoustic) et au sein de l'équipe « Fatigue » du laboratoire LBMS. Lorsque d'autres partenaires sont impliqués, je le précise dans ce paragraphe.

##### i. Thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes

- Proposition d'un modèle de comportement phénoménologique visco-élasto-plastique endommageable intégrant les effets de dépendance à l'environnement et au procédé de fabrication. Intégration dans une chaîne numérique de dimensionnement tenant compte de l'influence du procédé ;
- Unification des effets de température et de conditionnement en environnement humide au travers du paramètre (T-Tg). Identification de courbes maîtresses sur les différentes composantes du modèle de comportement proposé ;
- Validation d'un critère énergétique pour différentes éprouvettes et modes de sollicitation ;

Ces trois résultats ont été obtenus dans le cadre de la thèse d'A. Launay, et sont donc issus de son travail et d'une collaboration assidue avec H. Maitournam (LMS) et I. Raoult (PSA).

- Développement de protocoles de caractérisation de l'énergie dissipée moyenne ou des champs de sources de dissipation, à partir de mesures de champs de températures ;
- Validation d'un critère de fatigue énergétique à 2 paramètres, unifiant les résultats obtenus pour différentes géométries d'éprouvettes, différentes microstructures et différents conditionnement en température et en humidité ;
- Réduction drastique du temps et du nombre d'éprouvettes nécessaires à la caractérisation en fatigue (de 3 semaines et 30 éprouvettes à 2 jours et une éprouvette) ;
- Validation d'un outil de diagnostic rapide de la tenue en fatigue sur pièce et éprouvettes de structure ;

## **ii. Matériaux élastomères chargés ou non**

- Description des mécanismes d'initiation en fatigue par micro-tomographie aux rayons X pour un Polychloroprène et un caoutchouc naturel chargé de noirs de carbone ;
- Validation d'un critère de fatigue énergétique utilisant 1 seul paramètre, pour un Polychloroprène chargé de silice et de noirs de carbone. Ce critère utilise les mesures de température pour évaluer l'énergie totale dissipée et des mesures par tomographie aux rayons X pour évaluer la part de cette énergie dissipée en fatigue ;
- Réduction drastique du temps et du nombre d'éprouvettes nécessaires à la caractérisation en fatigue (de 3 semaines et 50 éprouvettes à 3 jours et 5 éprouvettes), pour un Polychloroprène chargé de silice et de noirs de carbone ;
- Développement d'un outil de caractérisation du lien entre énergie élastique et énergie dissipée (utilisant un modèle de la littérature [97]), sur la base d'un unique essai sur éprouvette de structure ;
- Développement de protocoles de caractérisation de l'énergie dissipée moyenne ou des champs de sources de dissipation, à partir de mesures de champs de températures. Un couplage à une technique de marqueurs permet d'analyser les champs de déplacement directement à partir des champs de température, sans perturber la mesure des champs énergétiques ;
- Utilisation de la micro-dureté instrumentée pour identifier de manière inverse les paramètres de la loi de comportement locale. Validation de la pertinence de ces paramètres à l'échelle macroscopique pour du caoutchouc naturel non chargé, pour des éprouvettes avec ou sans gradients de propriétés ;
- Développement et validation d'essais de vieillissement accélérés pour des environnements thermo-oxydatifs et en environnement marin. Corrélation des effets en moyenne et des gradients mesurés entre les indicateurs physico-chimiques et mécaniques ;

Ce dernier point n'aurait pu être obtenu sans une collaboration riche avec P-Y. Le Gac (Ifremer).

## **b. Principaux thèmes de développement**

### **i. Approfondissement de l'approche de caractérisation rapide des propriétés en fatigue utilisant la moyenne sur un élément de volume**

- Extension à la prédiction de la dispersion en fatigue, soit sur la base des mesures microstructurales, soit par un cadre probabiliste de modélisation ;
- Confrontation de la démarche de caractérisation rapide et de dimensionnement énergétique à des chargements thermomécaniques complexes en uni-axial. Développement de lois de cumul de dommage thermomécanique ;
- Confrontation de la démarche de caractérisation rapide et de dimensionnement énergétique à des chargements mécaniques multi-axiaux. Cette approche peut être menée sur des éprouvettes et des tests standards, ou via des éprouvettes de structure et une analyse locale ;

- Application de l'approche à d'autres matériaux, qu'il s'agisse d'autres formulations élastomères ou d'autres matériaux composites. Ce point nécessitera très certainement une diversification des stratégies d'intégration des scénarii de ruine et de description des populations de défauts ;
- Application à des matériaux présentant des gradients dans l'épaisseur. Il sera alors nécessaire de décrire les gradients de propriétés, y compris pour la dissipation, avant d'améliorer les outils d'identification inverse proposés aujourd'hui ;

## **ii. Utilisation des outils de caractérisation des champs de sources de dissipation**

- Description des gradients de dissipation à l'échelle de la microstructure des matériaux considérés. Les premiers développements viseront bien sûr la poursuite de la caractérisation en fatigue, à la fois pour déterminer l'échelle pertinente mais également pour décrire les mécanismes élémentaires. Rien n'empêche par ailleurs de viser la caractérisation thermomécanique d'autres phénomènes tels que les changements de phase ;
- Description des champs de sources de dissipation à l'échelle de l'éprouvette, de manière à alimenter, par exemple, la détection de la population de défauts de surface.
- Description des champs de sources de dissipation pour des éprouvettes de structure ou des structures. Il s'agit ici d'une perspective de développement extrêmement riche, qui couvre les aspects de diagnostic rapide et de validation de modèles par comparaison des champs énergétiques prédits et simulés.

## **iii. Amélioration des modèles cinétiques permettant d'intégrer les effets de l'environnement.**

- Description et prédiction des gradients de teneur en eau dans les pièces thermoplastiques pour les conditions de service. Cette question est aujourd'hui cruciale pour le dimensionnement des pièces automobiles ;
- Amélioration des modèles de vieillissement thermo-oxydatif et en milieu marin. Ce point passe par une meilleure compréhension des mécanismes physiques, par la détermination du lien entre le ou les indicateur(s) physico-chimique(s) et les paramètres mécaniques. Les problématiques industrielles visées nous orientent également vers le développement passionnant de modèles intégrant le couplage aux sollicitations mécaniques ;

## **iv. Développement de la caractérisation par micro-dureté instrumentée.**

- Amélioration de la transition d'échelle pour les élastomères chargés. Ce point pourrait profiter de la réception récente au laboratoire d'un appareil de mesure de nano-dureté nous permettant d'étendre la caractérisation vers des échelles plus fines et donc vers celle des phases en présence. Par ailleurs, les différences entre identifications micro- et macroscopiques pourraient également être utilisées pour évaluer la taille de volume élémentaire représentatif (VER) pour ces matériaux hétérogènes.

- Enrichissement de la modélisation mécanique proposée pour permettre une comparaison plus complète aux mesures réalisées. Cette comparaison profiterait alors de la souplesse de pilotage accessible et permettrait de confronter les caractérisations micro- et macroscopiques. Ce développement devra être mené idéalement sur un matériau présentant à la fois un comportement cyclique complexe, et une microstructure homogène à l'échelle de l'essai ;
- Poursuite de l'investigation de l'évolution des paramètres mécaniques aux échelles fines en fonction du vieillissement, pour mieux comprendre les mécanismes physico-chimiques impliqués. Ce point profitera des comparaisons aux mesures physiques locales et à des essais de traction sur films ;

## 2- Présentation des projets à 4 ans

Mes activités de recherche dans les 4 prochaines années s'organisent autour de plusieurs projets ou thématiques, dont les détails sont donnés ci-dessous.

### **a. Influence du procédé sur la tenue en fatigue des matériaux élastomères : PROFEM (ANR, 2011-2014, thèse d'I. Masquelier) :**

Ce projet, dont je suis le coordinateur global, vise la caractérisation de l'influence du procédé sur la tenue en fatigue des matériaux élastomères. Cette influence est liée aux différentes étapes du procédé (mélangeage, injection, cuisson) et se manifeste à différentes échelles (inclusions, VER, éprouvette). Nous abordons donc ce problème en suivant une stratégie multi-échelles.

La première échelle est de quelques microns. Nous nous intéressons ici à la caractérisation thermomécanique fine des mécanismes d'endommagement afin de mieux comprendre les phénomènes à l'œuvre à l'échelle de quelques inclusions et pour un nombre limité de cycles. Des mesures physiques de la microstructure seront réalisées (en particulier par micro-tomographie à l'École Centrale de Nantes en collaboration avec B. Huneau), ainsi qu'une caractérisation thermomécanique fine à l'aide d'une caméra infra-rouge et d'un objectif spécifique. Cette dernière étape est un réel challenge expérimental, qui est en passe d'être relevé. En parallèle, une démarche de modélisation micro-macro récente est également développée (en collaboration avec P. Pilvin à l'Université de Bretagne Sud) pour permettre d'analyser les données expérimentales et de faire ressortir les mécanismes dissipatifs du premier ordre (viscosité, rupture d'interface, voire plasticité).

La deuxième échelle est celle des éprouvettes : un volume de quelques mm<sup>3</sup>, supposé homogène, nous permettra de poursuivre le développement de la technique de caractérisation rapide des propriétés en fatigue et de développer un critère de dimensionnement à la fatigue. Ces deux étapes seront appliquées à une large gamme de matériaux et de conditions de mélangeage afin de mieux comprendre l'influence de cette étape cruciale sur la ruine en fatigue de ces matériaux.

Dernière échelle d'investigation, la structure, qui nous permettra d'étudier les influences du procédé (plan de joint, écoulement, cuisson, ...) et de confronter les prédictions du critère de dimensionnement dans le cas de structures élastomères à gradients de propriétés. Outre les mesures de thermographie évoquées plus haut, les outils de micro-dureté ainsi que les mesures par tomographie pourront alimenter la description de ces effets du procédé.

**b. Fatigue des thermoplastiques renforcés de fibres courtes : caractérisation rapide, lois de cumul et influence du procédé (FUI, 2012-2016, thèse de L. Serrano) :**

Il s'agit ici de comprendre les liens entre la microstructure, le chargement thermo (hygro)-mécanique et les mécanismes de fatigue (sites d'initiation, scénarii d'évolution, critère de rupture) et proposer/valider un critère de fatigue applicable sur structure complexe. Pour cela, des outils de caractérisation thermomécanique (essais d'auto-échauffement et essais de fatigue plus classiques) seront utilisés pour différentes géométries d'éprouvettes. Ces données, obtenues pour des géométries plus ou moins complexes, serviront à générer une base de comparaison aux prédictions réalisées par la chaîne numérique développée dans le projet. Les données microstructurales de ces différentes campagnes seront également analysées à l'aide de trois outils principaux, que sont les analyses des faciès de rupture, les analyses à l'aide du MEB et les analyses par micro-tomographie aux rayons X.

La démarche scientifique se décline en 3 temps :

- Se baser sur une microstructure donnée, obtenue pour une géométrie et des paramètres de procédé bien définis. Cette première partie permettra de comprendre les mécanismes et l'influence de différents facteurs sur la fatigue, de valider la technique de caractérisation rapide par auto-échauffement et les critères de fatigue. Les objectifs sont en particulier de décrire la dispersion en fatigue et les effets de surcharge ;
- Se baser sur des microstructures représentatives des zones critiques classiques des pièces industrielles, en utilisant des éprouvettes de structure, définies dans le cadre du projet. Le procédé d'injection sert ici à générer des microstructures modèles et des cas de chargements complexes, qui sont bien évidemment également représentatifs des pièces industrielles. Les objectifs de ce second volet sont de tester les limites des outils développés précédemment et de proposer des règles de définition géométrique et de dimensionnement pour ces zones cruciales des pièces industrielles ;
- Utiliser l'expérience acquise au cours de ce projet et lors des études précédentes pour enrichir la caractérisation des essais. Le premier objectif est de valider les approches de modélisation, les modèles de comportement et des critères de ruine. Le second est de valider un outil de diagnostic rapide de la tenue en fatigue sur pièces.

**c. Fatigue des élastomères : intégration des chargements complexes aux échelles locale et global (Contrat CIFRE Trelleborg-Vibracoustics, 2012-2016, thèse de C. Champy) :**

Nous nous intéressons ici à l'application des outils issus des études précédentes pour des sollicitations complexes (multiaxiales, non proportionnelles, avec surcharges, ...) afin de développer des règles d'équivalence entre des signaux synthétiques et issus de mesures sur véhicules.

**d. Caractérisation par micro-dureté instrumentée des lois de comportement locales des matériaux organiques (collaborations internationales et projet VITEM) :**

Cet item regroupe différents projets et collaborations, qui vont permettre de développer les aspects liés au vieillissement des élastomères et à la caractérisation par micro-dureté.

- Collaboration avec l'Université d'Oxford (P. Buckley) et l'Institut macromoléculaire roumain (C. Prisacariu).

Cette collaboration, amorcée depuis décembre 2011 vise à caractériser des matériaux polyuréthanes synthétisés spécialement pour cette étude. Ces matériaux nous intéressent à plusieurs titres. D'une part ils montrent un comportement mécanique complexe sans pour autant présenter d'hétérogénéités microstructurales importantes. Ils permettront ainsi de comparer les réponses sous chargements cycliques complexes aux échelles micro- et macroscopiques. Un autre aspect intéressant est la richesse de variation des paramètres de synthèse (types de liaisons, longueurs de chaînes entre nœuds de réticulation, densité de nœuds, ...), qui permettra de comparer ces variations à celle des paramètres mécaniques identifiés par micro-dureté.

- Collaboration avec le TARRC de Londres (A. Muhr) et IFREMER (P-Y. Le Gac).

Cette collaboration a débuté en décembre 2010 et a donné lieu à une communication commune à l'ECCMR 2011. L'idée est ici de croiser les techniques de mesures pour décrire le vieillissement sévère subi par des structures ayant évolué à très long terme dans les conditions de service (pneu de 1930, suspension de pont de 1950, par exemple).

- Projet VITEM (TrelleborgVibracoustic, DCNS, IFREMER, ENSTA Bretagne).

Ce projet est en gestation depuis environ un an et a reçu l'approbation des équipes des Pôles Mer Bretagne et PACA. Il sera soumis à la labellisation début 2013 pour un lancement en septembre 2013. Ce projet vise l'amélioration des modèles cinétiques pour les vieillissements thermo-oxydatifs et en environnement marin, avec l'ambition de permettre la caractérisation rapide d'une structure vieillie en service.

Comme on peut le voir, ces prochaines années seront bien occupées ! Associés au recrutement récent de V. Le Saux au sein du laboratoire, ces projets permettront de développer de manière cohérente et très efficace les thématiques scientifiques initiées à ce jour : à suivre, donc !





## E- BIBLIOGRAPHIE

- [1] **M. F. ASHBY AND D. R.H. JONES.** An introduction to microstructures, processing and design. 2nd edition / Oxford : Butterworth-Heinemann, 1998.
- [2] **CALLISTER WD** Science et génie des matériaux. - Canada : Dunod, 2001.
- [3] **J.-M. CHENAL, C. GAUTHIER, L. CHAZEAU, L. GUY, ET Y. BOMAL.** Parameters governing strain induced crystallization in filled natural rubber. *Polymer*, 48 : 6893–6901, 2007.
- [4] **BOWDEN P.B. ET YOUNG R.J.** Deformation mechanisms in crystalline polymers. *Journal of Materials Science*, 9(12):2034–2051, 1974.
- [5] **P.G. DE GENNES.** Reptation of a polymer chain in the presence of fixed obstacles. *Journal of Chemical Physics*, 55 : 572–579, 1971.
- [6] **DETREZ F.** Nanomécanismes de déformation des polymères semi-cristallins. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologie de Lille, Lille, 2008.
- [7] **B. FAYOLLE ET J. VERDU.** Vieillessement physique des matériaux polymères. *Techniques de l'ingénieur*, COR 108 : 1–19, 2005.
- [8] **N. GRASSIE ET G. SCOTT.** Polymer degradation and stabilisation. Cambridge University Press, 1985.
- [9] **GIJSMAN P.** Review on the thermo-oxidative degradation of polymers during processing and in service. *e-Polymers*, 1(65), 2008.
- [10] **G'SELL C. ET HAUDIN J.M.** Introduction à la mécanique des polymères. INPL, 1995.
- [11] **C. G'SELL ET A. COUPARD.** Génie mécanique des caoutchoucs et les élastomères thermoplastiques, chapitre "Formulation des élastomères - M.-N. Bouchereau". Apollor, INPL, LRCCP, FIRTECH, 1997.
- [12] **A. JEAN.** Etude d'un élastomère chargé : de la nanostructure au macrocomportement. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.
- [13] **KETTLE G.J.** Variation of the glass transition temperature of nylon-6 with changing water content. *Polymer*, 18(7):742–743, 1977. ISSN 0032-3861.
- [14] **A. KUMAR, S. COMMEREUC, V. VERNEY.** Ageing of elastomers : a molecular approach based on rheological characterization. *Polymer Degradation and Stability*, 85: 751–757, 2004.
- [15] **LAUNAY A., MARCO Y., MAITOURNAM M. H., RAOULT I.,** Influence of temperature and relative humidity on the cyclic behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide, *Mechanics of Materials*, disponible en ligne, 2012.
- [16] **LE GAC P-Y., LE SAUX V., PARIS M., MARCO Y.,** Investigation of ageing mechanisms and mechanical consequences for a polychloroprene rubber in marine environment: comparison of accelerated ageing and long term exposure. *Polymer Degradation and Stability*, Volume 97, Issue 3, Pages 288-296, 2012.
- [17] **LIN L. ET ARGON A.S.** Structure and plastic deformation of polyethylene. *Journal of Materials Science*, 29(2):294–323, 1994.
- [18] **J. MARCHAL.** Cristallisation des caoutchoucs chargés et non chargés sous contraintes : effet sur les chaînes amorphes. Thèse de doctorat, Université de Paris XI Orsay, 2006.
- [19] **MARCO Y.** Caractérisation multi-axiale du comportement et de la micro-structure d'un semi-cristallin: application au cas du P.E.T. Thèse de doctorat, E.N.S Cachan, Cachan, 2003.

- [20] **V. MIRI, O. PERSYN, J. LEFEBVRE, R. SEGUELA**, Effect of water absorption on the plastic deformation behaviour of nylon 6, *European Polymer Journal* 45 (2009) 757–762.
- [21] **T. PARENTEAU**. Modélisation micromécanique de composites thermoplastiques élastomères à matrice polypropylène. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2009.
- [22] **POITOU A., AMMAR A., MARCO Y., CHEVALIER L., ET CHAUCHE M.** Crystallization of polymers under strain : from molecular properties to macroscopic models. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, 192(28-30):3245–3264, 2003.
- [23] **S.REESE**. A micromechanically motivated material model for the thermoviscohyperelastic material behaviour of rubber-like materials. *International Journal of Plasticity*, 19 : 909–940, 2003.
- [24] **S.TOKI, T. FUJIMAKI, ET M. OKUYAMA**. Strain-induced crystallization of natural rubber as detected real-time by wide angle X-ray diffraction technique. *Polymer*, 41 : 5423–5429, 2000.
- [25] **L.R.G. TRELOAR**. The physics of rubber elasticity (third edition). Oxford (UK) : Oxford University Press, 1975.
- [26] **J. VERDU**. Vieillessement physique des plastiques. *Techniques de l'ingénieur*, A 3 150 : 1–17, 1990.
- [27] **T.A. VILGIS**. Time scales in the reinforcement of elastomers. *Polymer*, 46 : 4223–4229, 2005.
- [28] **VAN DOMMELEN J.A.W., PARKS D.M., BOYCE M.C., BREKELMANS W.A.M., ET BAAIJENS F.P.T.** Micromechanical modeling of the elasto-viscoplastic behavior of semi-crystalline polymers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51(3):519–541, 2003.
- [29] **BENVENISTE Y., DVORAK G.J., ET CHEN T.** On diagonal and elastic symmetry of the approximate effective stiffness tensor of heterogeneous media. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39(7):927–946, 1991.
- [30] **BESSON J., CAILLETAUD G., CHABOCHE J. L., ET FOREST S.** Mécanique non linéaire des matériaux. Hermès Science, 2001.
- [31] **A. K. BHOWMICK**, Fractographic investigation of tensile and fatigue fracture surfaces of rubber containing inhomogeneous inclusions, *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS* 5 ( 1 9 8 6 ) t 0 4 2 – 1044.
- [32] **BOISOT G.** Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. Thèse de doctorat, ENSMP, Paris, 2009.
- [33] **BOUAZIZ A., ZAÏRI F., NAÏT-ABDELAZIZ M., GLOAGUEN J.M., ET LEFEBVRE J.M.** Micromechanical modelling and experimental investigation of random discontinuous glass fiber polymer–matrix composites. *Composites Science and Technology*, 67(15-16):3278–3285, 2007.
- [34] **I.S. CHOI, C.M. ROLAND**. Intrinsic defects and the failure properties of cis-1,4-polyisoprenes. *Rubber Chemistry and Technology*, 69 : 591–599, 1996.
- [35] **DOGHRI I., FRIEBEL C.** Effective elasto-plastic properties of inclusion-reinforced composites. Study of shape, orientation and cyclic response. *Mechanics of Materials*, 37(1):45–68, 2005.

- [36] **DOGHRI I., TINEL L.** Micromechanical modeling and computation of elasto-plastic materials reinforced with distributed-orientation fibers. *International Journal of Plasticity*, 21 (10):1919–1940, 2005.
- [37] **ESHELBY J.D.** The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences (1934-1990)*, 241(1226):376–396, 1957.
- [38] **FOND C., G'SELL C.** Localisation des déformations et mécanismes d'endommagement dans les polymères multiphasés. *Mécanique & Industries*, 3(5):431–438, 2002.
- [39] **FUKAHORI Y, SEKI W.** Stress analysis of elastomeric materials at large extensions using the finite elements methods. II. Stress and strain distribution around rigid spherical particles. *J Mater Sci* 1993;28:4471–82.
- [40] **S. GAUCHET, K. LE GORJU, N. RANGANATHAN,** Influence du noir de carbone sur les mécanismes de rupture par fatigue de caoutchouc HNBR, 18ème Congrès Français de Mécanique, Grenoble, 27-31 août 2007.
- [41] **A.N. GENT, B. PARK,** *J. Mater. Sci.*, 19(6), 1947 (1984).
- [42] **A.N. GENT, C. PULFORD.** Micromechanisms of fracture in elastomers. *Journal of Materials Science*, 19:3612–3619, 1984.
- [43] **HORST J.J., SPOORMAKER J.L.** Fatigue fracture mechanisms and fractography of shortglassfibre-reinforced polyamide 6. *Journal of Materials Science*, 32(14):3641–3651, 1997.
- [44] **KLIMKEIT B., CASTAGNET S., NADOT Y., EL HABIB A., BENOIT G., BERGAMO S., DUMAS C., ACHARD S.** Fatigue damage mechanisms in short fiber reinforced PBT+PET GF30. *Mechanical Science and Engineering A*, 528:1577–88, 2011.
- [45] **J.-B. LE CAM.** Endommagement en fatigue des élastomères. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, Université de Nantes, 2005.
- [46] **K. LE GORJU JAGO.** Fatigue life of rubber components : 3D damage evolution from X-ray computed microtomography. Dans *Constitutive Model for Rubber V*, pages 173–178, Paris (France), September 4-7th 2007.
- [47] **C. LU.** Etude du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement des élastomères en fatigue et en fissuration par fatigue. Thèse de doctorat, Conservatoire National des Arts et Métiers, 1991.
- [48] **MORI T., TANAKA K.** Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21:571, 1973.
- [49] **Y. MURAKAMI.** *Metal fatigue : effects of small defects and nonmetallic inclusions.* Elsevier, 2002.
- [50] **MOURLIA SEIGNOBOS E.** Compréhension des mécanismes physiques de fatigue dans le polyamide vierge et renforcé de fibres de verre. Ph.d. thesis, INSA de Lyon, 2009.
- [51] **OMNÈS B, THUILLIER S, PILVIN P, GILLET G.** Non-linear mechanical behavior of carbon black reinforced elastomers: experiments and multiscale modelling. *Plast Rubber Compos* 2008;37:251–8.
- [52] **PAWLAK A., GALESKI A.** Plastic deformation of cristalline polymers: the role of cavitation and crystal plasticity. - *Macromolecules*, 2005. - Vols. 38 (issue 23), pp. 9688-9697.
- [53] **REGRAIN C., LAIARINANDRASANA L., TOILLON S., SAÏ K.** Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer : Constitutive relations and finite element implementation. *International Journal of Plasticity*, 25(7):1253–1279, 2009.

- [54] **SAINTIER N, CAILLETAUD G, PIQUES**, Crack initiation and propagation under multiaxial fatigue in a natural rubber, *International Journal of Fatigue* 28 (2006) 61–72.
- [55] **SATO N., KURAUCHI T., SATO S., KAMIGAITO O.** Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct SEM observation. *Journal of Materials Science*, 26(14):3891–3898, 1991.
- [56] **SONG DY, TAKEDA N, SHIOYA T, NAKATA K.** Approximate analysis of the stress state near the fibre ends of short fibre-reinforced composites and the consequent microfracture mechanisms. - *Composites: Part A*, 1996. - Vols. 27 (issue 5), pp. 351-364.
- [57] **ZAIRI, F., NAÏT-ABDELAZIZ, M., GLOAGUEN, J., BOUAZIZ, A., LEFEBVRE, J.**, 2008. Micromechanical modelling and simulation of chopped random fiber reinforced polymer composites with progressive debonding damage. *International Journal of Solids and Structures* 45, 5220–5236.
- [58] **L. BABOUT**, Etude par tomographie X et modélisation de l'endommagement de matériaux métalliques modèles, PhD Thesis, INSA Lyon, 2002.
- [59] **E. BAYRAKTAR, S. ANTOLONOVICH, C. BATHIAS.** Multiscale study of fatigue behaviour of composite materials by X-ray computed tomography. *International Journal of Fatigue*, 28 : 1322–1333, 2006.
- [60] **E. FERRIÉ, J.Y. BUFFIERE, W. LUDWIG, A. GRAVOUIL, L. EDWARDS.** Fatigue crack propagation : in situ visualization using X-ray microtomography and 3D simulation using the extended finite element method. *Acta Materialia*, 54(4) : 1111–1122, 2006.
- [61] **F. HILD**, Endommagement, rupture et changement d'échelles dans les matériaux hétérogènes, Mémoire d'Habilitation à Diriger les Recherches, Université Pierre et Marie Curie, 1998.
- [62] **C.M. ROLAND, C.R. SMITH.** Defect accumulation in rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 58 : 806–814, 1985.
- [63] **LANG R.W., MANSON J.A., HERTZBERG R.W.** Mechanisms of fatigue fracture in short glass fibre-reinforced polymers. *Journal of Materials Science*, 22(11):4015–4030, 1987.
- [64] **REGRAIN C.** Comportement, endommagement et fissuration par fluage du polyamide 6. Etude expérimentale et modélisation. - Thèse de Doctorat ENSMP Paris, 2009.
- [65] **LE CAM J, HUNEAU B, VERRON E, GORNET L.** Mechanism of fatigue crack growth in carbon black filled rubber. *Macromolecules* 2004;37:5011–7.
- [66] **LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P.**, Evaluation of the fatigue defect population in an elastomer using X-ray computed micro-tomography **Polymer Engineering and Science**, Volume 51, Issue 7, pages 1253–1263, 2011.
- [67] **F. MOREL**, Endommagement et dimensionnement en fatigue polycyclique : Influence du mode de chargement et rôle des hétérogénéités, Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Lille 1, 2006.
- [68] **T. PALIN-LUC**, Approche énergétique et volumique de la fatigue multiaxiale des métaux, Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Bordeaux 1, 2004.
- [69] **E. THIEULOT-LAURE**, Méthode probabiliste unifiée pour la prédiction du risque de rupture en fatigue, PhD Thesis, ENS de Cachan, 2008.
- [70] **ADVANI S.G. ET TUCKER III C.L.** The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites. *Journal of Rheology*, 31:751, 1987.

- [71] **ANDRIYANA A., BILLON N., SILVA L.** Mechanical response of a short fiber reinforced thermoplastic : Experimental investigation and continuum mechanical modeling. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 2010.
- [72] **BAPTISTE D.** Continuum damage mechanics of materials and structures : Damage micromechanics modelling of discontinuous reinforced composites. Elsevier Amsterdam, O. Allix et F. Hild édition, 2002.
- [73] **BARBOUCHI S., BELLENGER V., TCHARKHTCHI A., CASTAING PH., ET JOLLIVET T.** Effect of water on the fatigue behaviour of a PA66/glass fibers composite material. *Journal of Materials Science*, 42:2181–2188, 2007.
- [74] **BAY R.S. ET TUCKER III C.L.** Fiber orientation in simple injection moldings. Part I : Theory and numerical methods. *Polymer composites*, 13(4):317–331, 1992.
- [75] **BEN HADJ HAMOUDA H., LAIARINANDRASANA L., PIQUES R.** Viscoplastic behavior of a medium density polyethylene (MDPE) : Constitutive equations based on double nonlinear deformation model. *International Journal of Plasticity*, 23(8):1307–1327, 2007.
- [76] **J.S. BERGSTRÖM ET M.C. BOYCE.** Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 : 931–954, 1998.
- [77] **BOYCE M.C., SOCRATE S., ET LLANA P.G.** Constitutive model for the finite deformation stress–strain behavior of poly (ethylene terephthalate) above the glass transition. *Polymer*, 41 (6):2183–2201, 2000.
- [78] **E. CHARKALUK,** *Fatigue des matériaux métalliques : quelques contributions à une approche dissipative*, Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Lille 1, 2006.
- [79] **DEGRIECK, J., VAN PAEPEGEM, W..** Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: Review. *Applied Mechanics Reviews*, 2001;54:279.
- [80] **J. DIANI, M. BRIEU, ET P. GILORMINI.** Observation and modeling of the anisotropic visco-hyperelastic behavior of a rubberlike material. *International Journal of Solids and Structures*, 43 : 3044–3056, 2006.
- [81] **DRAY BENSARKOUN D.** Prédiction des propriétés thermo-élastiques d'un composite injecté et chargé de fibres courtes. Thèse de doctorat, ENSAM, 2006.
- [82] **DROZDOV A.D., AL-MULLA A., GUPTA R.K.** Finite viscoplasticity of polycarbonate reinforced with short glass fibers. *Mechanics of Materials*, 37(4):473–491, 2005.
- [83] **A.D. DROZDOV.** Constitutive equations in finite elasticity of rubbers. *International Journal of Solids and Structures*, 44 : 272–297, 2007.
- [84] **F. FAVIER,** *Modélisations physiques et micromécaniques du comportement des matériaux hétérogènes : prise en compte de la topologie et des effets du temps (viscosité et vieillissement)*, Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Metz, 2005.
- [85] **A.N. GENT.** *Engineering with rubber*. Hanser, 1992.
- [86] **S. GOVINDGEE, J.C. SIMO.** A micro-mechanically continuum damage model for carbon black filled rubber incorporating Mullins' effect. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39 : 87–112, 1991.
- [87] **GRANDCOIN J.** Contribution à la modélisation du comportement dissipatif des élastomères chargés: d'une modélisation micro-physiquement motivée vers la caractérisation de la fatigue. Ph.D. thesis, Université d'Aix-Marseille II; 2008.
- [88] **HILL R.** A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 193(1033):281–297, 1948.

- [89] **M. KALISKE, G. HEINRICH.** An extended-tube model for rubber elasticity : statistical-mechanical theory and finite element implementation. *Rubber Chemistry and Technology*, 72 : 602–632, 1999.
- [90] **S. KAMARUDDIN, P-Y. LE GAC, Y. MARCO, A.H. MUHR,** Formation of crust on Natural Rubber after long periods of ageing. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), **Septembre 2011.**
- [91] **KARGER-KOCSIS J.** Effects of processing induced microstructure on the fatigue crack propagation of unfilled and short fibre-reinforced PA-6. *Composites*, 21:243–254, 1990.
- [92] **KAROLCZUK A., NADOT Y., DRAGON A.** Non-local stress gradient approach for multiaxial fatigue of defective material. *Computational Materials Science*, 44(2):464–475, 2008.
- [93] **KICHENIN J.** Comportement thermomécanique du polyéthylène : application aux structures gazeuses. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, LMS, 1992.
- [94] **LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I., SZMYTKA F.,** Cyclic behaviour of short glass fiber reinforced polyamide: experimental study and constitutive equations, *International Journal of Plasticity*, Volume 27, Issue 8, Pages 1267-1293, **2011.**
- [95] **LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I.,** Multiaxial fatigue models for short glass fibre reinforced polyamide. Part I: Nonlinear anisotropic constitutive behaviour for cyclic response, *International Journal of Fatigue*, disponible en ligne, 2012
- [96] **LAUNAY A., MAITOURNAM M.H., MARCO Y., RAOULT I.,** Multiaxial fatigue models for short glass fiber reinforced polyamide. Part II: Fatigue life estimation, *International Journal of Fatigue*, accepté, 2012.
- [97] **Y. LE CHENADEC, I. RAOULT, C. STOLZ, T.M.-L. NGUYEN, B. DELATTRE, ET P. CHARRIER.** A novel approach to the heat build-up problem of rubber. Dans *Constitutive Model for Rubber V*, pages 345–350, Paris (France), September 4-7th 2007.
- [98] **V. LE SAUX, Y. MARCO, M. DING, C. CASTRO, G. BLES, S. MOYNE ET S. CALLOCH.** Identification inverse de loi de comportement hyperélastique de matériaux à gradients de propriétés par microindentation : application à des élastomères vieillis. 24ème DEPOS, Ecully, Septembre 2012.
- [99] **LE SAUX V.,** 2010. Fatigue et vieillissement des élastomères en environnement marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure, Ph.D. thesis, UBO/UEB.
- [100] **LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P., TAVEAU D.,** Heat build-up of rubber under cyclic loadings: validation of an efficient demarche to predict the temperature fields, *Rubber Chemistry and Technology*, Accepté, 2012.
- [101] **LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P.,** Contribution of accurate thermal measurements to the characterization of the thermomechanical properties of rubber-like materials, *Plastics, Rubber and Composites: Macromolecular Engineering*, Volume 41, Number 7, pp. 277-284(8), 2012.
- [102] **LE SAUX V., MARCO Y., BLES G., CALLOCH S., MOYNE S., PLESSIS S., CHARRIER P.** Identification of constitutive model for rubber elasticity from micro-indentation tests on natural rubber and validation by macroscopic tests. *Mechanics of Materials*, Volume 43, Issue 12, Pages 755-1014, 2011.

- [103] **R.C. LIN ET U. SCHOMBURG.** A finite elastic-viscoelastic elastoplastic material law with damage: theoretical and numerical aspects. *Computational Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 192:1591–1627, 2003.
- [104] **A. LION.** A constitutive model for carbon black filled rubber : experimental investigations and mathematical representation. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 8(3) : 153–169, 1996.
- [105] **Y. MARCO, V. LE SAUX, G. BLÈS, S. CALLOCH,** Identification of local constitutive model from micro-indentation testing on rubber. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin (Ireland), Septembre 2011.
- [106] **MARS W, FATEMI A.** A literature survey on fatigue analysis approaches for rubbers. *Int J Fatigue* 2002;24:949–61.
- [107] **A.I. MEDALIA,** Heat Generation in Elastomer Compounds: Causes and Effects *RUBBER CHEM. TECHNOL.* 64, 481 (1991).
- [108] **MEGALLY A.** Étude et modélisation de l'orientation de fibres dans des thermoplastiques renforcés. Thèse de doctorat, ENSMP, 2005.
- [109] **C. MIEHE, J. KECK.** Superimposed finite elastic-viscoelasticplastoelastic stress response with damage in filled rubbery polymers. Experiments, modelling and algorithmic implementation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48 : 323–365, 2000.
- [110] **NEMAT-NASSER S. ET HORI M.** *Micromechanics: overall properties of heterogeneous materials.* Elsevier, 1999.
- [111] **NODA K., TAKAHARA A., ET KAJIYAMA T.** Fatigue failure mechanisms of short glassfiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement. *Polymer*, 42 (13):5803–5811, 2001.
- [112] **NOURI H., MERAGHNI F., LORY P.** Fatigue damage model for injection-molded short glass fibre reinforced thermoplastics. *International Journal of Fatigue*, 31(5):934–942, 2009.
- [113] **OSHYAN V.G., PATLAZHAN S.A., REMOND Y.** Principles of structural-mechanical modeling of polymers and composites. *Polymer Science Series A*, 48(9):1004–1013, 2006.
- [114] **PIERARD O., DOGHRI I.** An enhanced affine formulation and the corresponding numerical algorithms for the mean-field homogenization of elasto-viscoplastic composites. *International Journal of Plasticity*, 22(1):131–157, 2006.
- [115]  **TSAI S.W., WU E.M.** A general theory of strength for anisotropic materials. *Journal of Composite Materials*, 5(1):58, 1971.
- [116] **VINCENT M., AGASSANT J-F.** Experimental study and calculations of short glass fibre orientation in centre gated molded disks. - *Polymer Composite*, 1986. - Vols. 7 (issue 2), pp. 76-83.
- [117] **O. ARNOULD,** Identification des modes de vieillissement d'un assemblage en nickel/cuivre électrodéposé, PhD Thesis, ENS de Cachan, 2003.
- [118] **BERNASCONI A., COSMI F., DREOSSI D.** Local anisotropy analysis of injection moulded fibre reinforced polymer composites. *Composites Science and Technology*, 2008.
- [119] **CASADO J.A., CARRASCAL I., POLANCO J.A., GUTIERREZ-SOLANA F.** Fatigue failure of short glass fibre reinforced PA 6.6 structural pieces for railway track fasteners. *Engineering Failure Analysis*, 13(2):182–197, 2006.
- [120] **LANG R.W., MANSON J.A.** Crack tip heating in short-fibre composites under fatigue loading conditions. *Journal of Materials Science*, 22(10):3576–3580, 1987.

- [121] **TANCREZ J.P., PABIOT J., RIETSCH F.** Damage and fracture mechanisms in thermoplastic matrix composites in relation to processing and structural parameters. *Composites Science and Technology*, 56(7):725–731, 1996.
- [122] **BERNASCONI A., DAVOLI P., ARMANNI. C** Fatigue strength of a clutch pedal made of reprocessed short glass fibre reinforced polyamide. - *International Journal of Fatigue* , 2010. - Vols. 32, pp. 100–107.
- [123] **PONCELET M., DOUDARD C., CALLOCH S., HILD F., WEBER B.** Steel sheets dissipation heterogeneity measurement by use of infrared thermography. - *Strain*, 2010. - Vols. 46, pp.101-116.
- [124] **AMIABLE S., CHAPULIOT S., CONSTANTINESCU A., FISSOLO A.** A comparison of lifetime prediction methods for a thermal fatigue experiment. *International Journal of Fatigue*, 28(7):692–706, 2006.
- [125] **J.R. BEATTY.** Fatigue of rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 37(5) : 1341–1364, 1964.
- [126] **A. BENNANI.** *Elaboration, comportement et durée de vie du caoutchouc naturel renforcé de silice.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [127] **BENOIT A., MAITOURNAM H., REMY L., OGER F.** Cyclic behaviour of structures under thermomechanical loadings: application to exhaust manifolds. *Int J Fat* 2012;38(0):65–74.
- [128] **A. BERREHILI, Y. NADOT, S. CASTAGNET, J. GRANDIDIER, C. DUMAS,** Multiaxial fatigue criterion for polypropylene for automotive applications, *International Journal of Fatigue* 32, 1389-1392, (2010).
- [129] **T. BOULANGER, A. CHRYSOCHOOS, C. MABRU, ET A. GALTIER.** Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels. *International Journal of Fatigue*, 26 : 221–229, 2004.
- [130] **CADWELL, S. M, MERRIL, R.A, SLOMAN, C.M & YOST, F.L.** 1940. Dynamic Fatigue Life of Rubber. *Industrial and Engineering Chemistry*, 12, n°1 : 19-23.
- [131] **CHARKALUK E., CONSTANTINESCU A.** An energetic approach in thermomechanical fatigue for silicon molybdenum cast iron. *Materials at High Temperatures*, 17(3):373–380, 2000.
- [132] **CHARKALUK E., CONSTANTINESCU A.** Dissipative aspects in High Cycle Fatigue, 2009. - *Mechanics and Materials*.
- [133] **A. CHRYSOCHOOS, H. LOUCHE,** An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation, *International Journal of Engineering Science* 38 (2000) 1759–1788.
- [134] **C. DOUDARD.** Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'échauffement. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2004.
- [135] **C. DOUDARD, S. CALLOCH, P. CUGY, A. GALTIER, ET F. HILD.** A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life predictions. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 28 : 279–288, 2005.
- [136] **DOUDARD C, PONCELET M, CALLOCH S, BOUE C, HILD F, GALTIER A** Determination of an HCF criterion by thermal measurements under biaxial cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 2007. - Vols. 29, pp. 748–757.
- [137] **FARGIONE G, GERACI A, LA ROSA G, RISITANO A.** Rapid determination of the fatigue curve by the thermographic method. *Int J Fatigue* 2002;24:11–9.

- [138] **G. GAUSSORGUES**. La thermographie infrarouge. Principes, technologie, applications (seconde édition). Technique et Documentation (Lavoisier), 1984.
- [139] **JEGOU L., MARCO Y., LE SAUX V., CALLOCH S.**, Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on Short Fiber Reinforced Plastic, International Journal of Fatigue, disponible en ligne, 2012.
- [140] **L. JEGOU, Y. MARCO, V. LE SAUX, S. CALLOCH**. Thermomechanical identification of a threshold in the cyclic response of “SFRP”: fast identification of the fatigue properties and correlation to microstructural data. 15th European Conference on Composite Materials - ECCM15, Venice (Italy), **Juin 2012**.
- [141] **M. KARAMA**, Determination of the fatigue limit of a carbon/epoxy composite using thermographic analysis, Structural Control and Health Monitoring 18 (2011) 781–789.
- [142] **KLIMKEIT B.** Etude expérimentale et modélisation du comportement en fatigue multiaxiale d'un polymère renforcé pour application automobile. Thèse de doctorat, ENSMA, 2009.
- [143] **KUJAWSKI, D., ELLYIN, F.**. A unified approach to mean stress effect on fatigue threshold conditions. International Journal of Fatigue, 1995;17(2):101–106.
- [144] **G. LA ROSA, A. RISITANO**. Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. International Journal of Fatigue, 22(1) : 65–73, 2000.
- [145] **G.J. LAKE, P.B. LINDLEY**. The mechanical fatigue limit for rubber. Journal of Applied Polymer Science, 9 : 1233–1251, 1965.
- [146] **K. LEGORJU-JAGO, C. BATHIAS**. Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers. International Journal of Fatigue, 24 : 85–92, 2002.
- [147] **J. LEMAITRE, J.L. CHABOCHE**. Mécanique des matériaux solides (seconde édition). Dunod, 2004.
- [148] **LE SAUX V., MARCO Y., CALLOCH S., CHARRIER P.**, Evaluation of the fatigue defect population in an elastomer using X-ray computed micro-tomography Polymer Engineering and Science, Volume 51, Issue 7, pages 1253–1263, 2011.
- [149] **P.B. LINDLEY**. Relation between hysteresis and the dynamic crack growth resistance of natural rubber. International Journal of Fracture, 9(4) : 449–462, 1973.
- [150] **M.P. LUONG**. Infrared thermography of fatigue in metals. SPIE, 1682 : 222–233, 1992.
- [151] **MAITOURNAM M.H., KREBS C., GALTIER A.** A multiscale fatigue life model for complex cyclic multiaxial loading. International Journal of Fatigue, 33(2):232–240, 2011.
- [152] **H. MAITOURNAM, B. POMMIER, J .J. THOMAS**. Détermination de la réponse asymptotique d'une structure anélastique sous chargement thermomécanique cyclique. C.R. Mécanique, 330:703–708, 2002.
- [153] **MUNIER R** Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique: essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique. Thèse de doctorat - UBO Brest, 2012.
- [154] **W.V. MARS**. Multiaxial fatigue of rubber. Thèse de doctorat, University of Toledo, 2001.
- [155] **MORROW J. D.** Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. American Society of Testing Materials, pages 45–87, 1965.
- [156] **PONCELET M., DOUDARD C., CALLOCH S., WEBER B., HILD F.** Probabilistic multiscale models and measurements of self-heating under multiaxial high cycle fatigue. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 58(4):578–593, 2010.

- [157] **RAOULT I.** Structures élastomères sous chargement cyclique : Comportement - Fatigue - Duréede vie. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, 2005.
- [158] **A. ROBISSON.** Comportement viscohyperélastique endommageable d'élastomères SBR et PU : prévision de la durée de vie en fatigue. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.
- [159] **SAINTIER N, CAILLETAUD G, PIQUES R.** Multiaxial fatigue life prediction for a natural rubber. *Int J Fatigue* 2006;28:530–9.
- [160] **E. VERRON ET A. ANDRIYANA.** Definition of a new predictor for fatigue crack nucleation in rubber. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56 : 417–443, 2008.
- [161] **SKELTON R. P.** Energy criterion for high temperature low cycle fatigue. *Material Science and Technology*, 7(5):427–440, 1991.
- [162] **SURESH S.** Fatigue of materials. Cambridge University Press, New York, 1998.
- [163] **ZAGO A., SPRINGER G.S., ET QUARESIMIN M.** Cumulative Damage of Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastics. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 20(7):596, 2001.
- [164] **BERNASCONI A, DAVOLI P, BASILE A, FILIPPI A** Effect of fibre orientation on the fatigue behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide-6. - *International Journal of Fatigue*, 2007b. - Vols. 29, pp. 199–208.
- [165] **BERNASCONI A, DAVOLI P, ROSSIN D, ARMANI C** Effect of reprocessing on the fatigue strength of a fibreglass reinforced polyamide. - *Composites: Part A*, 2007a. - Vols. 38, pp. 710–718. - pp. 710–718.
- [166] **L. JEGOU, Y. MARCO, S. CALLOCH, C. DOUDARD,** Evaluation of the influence of geometrical and injection parameters on the fatigue life of PA66GF50 based on heat build-up measurements, *Procedia Engineering* 2, 1741-1750, (2010).
- [167] **A. ZAGO, G. SPRINGER,** Fatigue lives of short fiber reinforced thermoplastics parts, *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 20 (2001), 606.
- [168] **A. CLAIR, M. FOUCAULT, L. MARKEY, B. BRUGIER, V. VIGNAL, E. FINOT,** Analyse statistique des déformations de l'alliage 600 : quantification et localisation à l'échelle micro et macroscopique, *MATERIAUX* 2006, 2006.
- [169] **DE MONTE M., MOOSBUGGER E., JASCKEK K., QUARESIMIN M.** Multiaxial fatigue of a short fibre reinforced polyamide 6.6 – Fatigue and fracture behaviour. *International Journal of Fatigue*, 32:17–28, 2010.
- [170] **HERMAN W.A., HERTZBERG R.W., MANSON J.A.** The influence of loading history on fatigue in engineering plastics. *Journal of Materials Science*, 25(1):434–440, 1990.
- [171] **MALLICK PK, ZHOU Y** "Effect of mean stress on the stress-controlled fatigue of a short E-glass fiber reinforced polyamide 6-6. - *International Journal of Fatigue* , 2004. - Vols. 26, pp. 941–946.
- [172] **Y. MARCO, A. LAUNAY, V.LE SAUX, L. JEGOU, C. DOUDARD, P. CHARRIER, S. CALLOCH.** Apport de la thermographie infrarouge pour la caractérisation thermomécanique de thermoplastiques renforcés de fibres de verre. 24ème DEPOS, Ecully, **Septembre 2012.**
- [173] **I.MASQUELIER, Y. MARCO, V. LE SAUX, C. DOUDARD, S. CALLOCH, P. PILVIN, B. HUNEAU, P. CHARRIER.** Caractérisation thermographique de matériaux élastomères : analyse d'éprouvettes complexes. 24ème DEPOS, Ecully, **Septembre 2012**

- [174] **M. PONCELET**. Multiaxialité, hétérogénéité intrinsèque et structurales des essais d'auto-échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2007.
- [175] **R.S. RIVLIN, A.G. THOMAS**. Rupture of rubber - I. Characteristic energy for tearing. *Journal of Polymer Science*, 10(3) : 291–318, 1953.
- [176] **B.J. ROBERTS ET J.B. BENZIES**. The relationship between uniaxial and equibiaxial fatigue in gum and carbon black filled vulcanizates. Dans *Proceedings of Rubbercon'77*, pages 2.1–2.13, Brighton (UK), May 16-20th 1977.
- [177] **ROGUET E., CASTAGNET S., GRANDIDIER J.C.** Mechanical features of the rubbery amorphous phase in tension and torsion in a semi-crystalline polymer. *Mechanics of Materials*, 39 (4):380–391, 2007.
- [178] **N. SAINTIER**. Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NRchargé : mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [179] **A. ZINE**. Fatigue multiaxiale des élastomères : vers un critère de dimensionnement unifié. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Université Sidi Mohamed Ben Abdellah de Fès, 2006.
- [180] **K. AB-MALEK ET A. STEVENSON**. The effect of 42 years immersion in sea-water on natural rubber. *Journal of Materials Science*, 21:147–154, 1986.
- [181] **M.R. BOWDITCH ET K.J. STANNARD**. Effects of water absorption on the properties of a filled elastomer. *Polymers in Marine Environments*, pp. 117–119, London (Great-Britain), 1985.
- [182] **P. DAVIES, G. EVRARD**. Accelerated ageing of polyurethanes for marine applications. *Polymer Degradation and Stability*, 92:1455–1464, 2007.
- [183] **J.V. GASA, Z. LIU, M.T. SHAW**. Relationship between density and elongation-at-break of naturally and artificially aged cable materials used in nuclear power plants. *Polymer Degradation and Stability*, 87:77–85, 2005.
- [184] **K.T. GILLEN, R. BERNSTEIN, D.K. DERZON**. Evidence of non-arrhenius behaviour from laboratory aging and 24-year field aging of polychloroprene rubber materials. *Polymer Degradation and Stability*, 87 : 57–67, 2005.
- [185] **K.T. GILLEN, R.L. CLOUGH, C.A. QUINTANA**. Modulus profiling of polymers. *Polymer Degradation and Stability*, 17:31–47, 1987.
- [186] **T. HA-ANH, T. VU-KHANH**. Effects of thermal aging on fracture performance of polychloroprene. *Journal of Materials Science*, 40:5243–5248, 2005.
- [187] **V. KERYVIN**, Contribution à l'étude des mécanismes de déformation et de fissuration des verres, Mémoire d'Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Rennes 1, 2008.
- [188] **P.H. MOTT, C.M. ROLAND**. Aging of natural rubber in air and seawater. *Rubber Chemistry and Technology*, 74:79–88, 2001.
- [189] **J.E. PEGRAM, A.L. ANDRADY**. Outdoor weathering of selected polymeric materials under marine exposure conditions. *Polymer Degradation and Stability*, 26 : 333–345, 1989.
- [190] **A. STEVENSON**. Rubber in offshore engineering. Adam Hilger Ltd, 1984.
- [191] **J.L. BOLLAND, G. GEE**. Kinetic studies in the chemistry of rubber and related materials. II. The kinetics of oxydation in unconjugated olefins. *Transactions of the Faraday Society*, 42 : 236–243, 1946.
- [192] **X. COLIN, L. AUDOUIN, J. VERDU, M. LE HUY**. Kinetic modeling of the thermal oxidation of polyisoprene elastomers. Part 2 : Effect of sulfur vulcanization on mass

- changes and thickness distribution of oxidation products during thermal oxidation. *Polymer Degradation and Stability*, 92 : 898–905, 2007.
- [193] **J. CRANK**. *The mathematics of diffusion (second edition)*. Oxford University Press, 1975.
- [194] **F. DELOR, J. LACOSTE, J. LEMAIRE, N. BARROIS-LOUDIN, C. CARDINET**. Photo- and thermal ageing of polychloroprene : effect of carbon black and crosslinking. *Polymer Degradation and Stability*, 53 : 361–369, 1996.
- [195] **K.T. GILLEN, J. WISE, R.L. CLOUGH**. General solution for the basic autoxydation scheme. *Polymer Degradation and Stability*, 47 : 149–161, 1995.
- [196] **G.R. HAMED, J. ZHAO**. Tensile behaviour after oxidative aging of gum and black-filled vulcanizates of SBR and NR. *Rubber Chemistry and Technology*, 72 : 721–730, 1999.
- [197] **G. SOCRATES**. *Infrared and raman characteristic group frequencies : tables and charts (third edition)*. Wiley, 2005.
- [198] **J. WISE, K.T. GILLEN, R.L. CLOUGH**. Quantitative model for the time development of diffusion-limited oxydation profiles. *Polymer*, 38(8):1929–1944, 1997.
- [199] **S. BEC, A. TONK, J. GEORGES, E. GEORGES, J. LOUBET**, Improvements in the indentation method with a surface force apparatus, *Philosophical Magazine A* 74: 1061–1072, 1996.
- [200] **J. BUSFIELD, A. THOMAS**, Indentation tests on elastomer blocks, *Rubber Chemistry and Technology* 75 876–894, 1999.
- [201] **Y. CHENG, C. CHENG**, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, *Materials Science and Engineering* 44 (2004) 91–149.
- [202] **J.-M. COLLIN**. *Identifiabilité des paramètres de lois de comportement de matériaux par essais d'indentation continue*. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, 2008.
- [203] **A. CONSTANTINESCU, N. TARDIEU**, On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests, *Inverse Problems in Engineering* 9 (9) 19–44.
- [204] **S.F. EDWARDS, T. VILGIS**. The effect of entanglements in rubber elasticity. *Polymer*, 27 : 483–492, 1986.
- [205] **A. GENT, O. YEOH**, Small indentations of rubber blocks: effect of size and shape of block and of lateral compression, *Rubber Chemistry and Technology* 79 (2006) 674–693.
- [206] **A.E. GIANNAKOPOULOS, D.I. PANAGIOTOPOULOS**. Conical indentation of incompressible rubber-like materials. *International Journal of Solids and Structures*, 46: 1436–1447, 2009.
- [207] **A.E. GIANNAKOPOULOS, A. TRIANTAFYLLOU**. Spherical indentation of incompressible rubber-like materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 : 1196–1211, 2007.
- [208] **W.C. OLIVER ET G.M. PHARR**. A new improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6): 1564–1582, 1992.
- [209] **L. OLIVIER, N.Q. HO, J.C. GRANDIDIER, ET M.C. LAFARIE-FRENOT**. Characterization by ultra-micro indentation of an oxidized epoxy polymer: correlation with the predictions of a kinetic model of oxydation. *Polymer Degradation and Stability*, 93 : 489–497, 2008.
- [210] **PARENTEAU, T., AUSIAS, G., MAUVOISIN, G., GROHENS, Y., PILVIN, P.**, 2008. Apport des essais d'indentation pour la modélisation du comportement mécanique d'un polymère semi-cristallin. *Matériaux & Techniques* 96, 95–103.

- [211] **G. RAUCHS, J. BARDON, D. GEORGES**, Identification of the material parameters of a viscous hyperelastic constitutive law from spherical indentation tests of rubber and validation by tensile tests, *Mechanics of Materials* 42 (2011) 961-973.
- [212] **Y. MARCO, V. LE SAUX, G. BLÈS, S. CALLOCH**, Identification of local constitutive model from micro-indentation testing on rubber. Seventh European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR), Dublin, 2011.
- [213] **V. LE SAUX, Y. MARCO, M. DING, C. CASTRO, G. BLES, S. MOYNE et S. CALLOCH**. Identification inverse de loi de comportement hyperélastique de matériaux à gradients de propriétés par micro-indentation : application à des élastomères vieillis. 24ème DEPOS, Ecully, 2012.