



HAL
open science

Etude du comportement mécanique pour différentes températures d'un élastomère: caractérisations expérimentale et numérique

Aude Vandenbroucke

► **To cite this version:**

Aude Vandenbroucke. Etude du comportement mécanique pour différentes températures d'un élastomère: caractérisations expérimentale et numérique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bretagne Sud, 2010. Français. NNT : . tel-00836556

HAL Id: tel-00836556

<https://theses.hal.science/tel-00836556v1>

Submitted on 21 Jun 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.



THÈSE / UNIVERSITÉ DE BRETAGNE SUD

UFR Sciences et Sciences de l'Ingénieur
sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

Pour obtenir le grade de :
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BRETAGNE SUD
Mention : *Science pour l'ingénieur*
École Doctorale SICMA

présentée par

Aude Vandenbroucke

Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne de
Lorient

**Etude du comportement
mécanique pour différentes
températures d'un élastomère :
caractérisations expérimentale
et numérique**

Thèse soutenue le 13 Juillet 2010,
devant la commission d'examen composée de :

M. Noelle Billon

Professeur, Mines-ParisTech, CEMEF / Présidente et Rapporteur

M. Christophe Fond

Professeur, Université de Strasbourg / Rapporteur

M. Patrick Heuillet

Responsable service Mécanique des polymères, Calculs de structure, LRCCP /
Examinateur

M. Herve Laurent

Maître de Conférence, Université de Bretagne Sud, LIMATB / Co-Directeur de thèse

M. Nourredine Aït Hocine

Professeur, ENI d Val de Loire, LMR / Co-Directeur de thèse

M. Gérard Rio

Professeur, Université de Bretagne Sud, LIMATB / Directeur de thèse

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire LIMATB de l'Université de Bretagne Sud sous la direction de Gérard Rio, Hervé Laurent et Nourredine Aït Hocine. Je remercie Gérard Rio pour ces discussions et suggestions qui ont permis de faire avancer les travaux aux cours de l'étude. Je remercie Hervé Laurent pour sa grande disponibilité et son écoute qui ont permis d'enrichir cette thèse ainsi que Nourredine Aït Hocine pour son regard extérieur sur l'approche expérimentale qui ont amenés des discussions enrichissantes.

Je remercie également la région Bretagne qui a financé cette étude.

Je tiens également à remercier Christophe Fond et Noëlle Billon qui ont apporté toute leur attention sur mes travaux en tant que rapporteurs, me permettant ainsi de l'améliorer. Je remercie également Patrick Heuillet pour avoir bien voulu faire partie des membres du jury.

Je souhaite remercier toute l'équipe EG2M les maîtres de conférence comme les doctorants pour leur accueil et leur convivialité.

Je remercie l'équipe E2PIC et entre autre Hervé Bellegou, Isabelle Pillin, Alain Bourmaud et Antoine Kervoelen pour le temps qu'ils ont consacré à m'aider pour la prise en main des moyens expérimentaux et à répondre à mes questions. Je tiens également à remercier tous les doctorants de cette équipe (Fabrizio, Tangi, Audrey, Romain, Arnaud, Fabrice, Antoine, Gijo) pour leurs discussions enrichissantes et leurs soutiens au cours de ces années.

Pour finir je souhaite remercier toute ma famille pour m'avoir soutenue tout au long de ce projet.

Table des matières

Introduction	7
1 Comportements physico-chimique et mécanique des élastomères	11
1.1 Physico-chimie des élastomères	12
1.1.1 Structure macromoléculaire des polymères	12
1.1.2 Structure des élastomères	13
1.1.3 La température de transition vitreuse	13
1.2 Propriétés mécaniques des élastomères	15
1.3 Essais spécifiques en température pour caractériser le comportement des élastomères	16
1.3.1 Le point de fragilité (Norme ISO 812)	16
1.3.2 Détermination de la rigidité à basse température (Norme ISO 1432)	17
1.3.3 Test de rétraction en température (Norme ISO 2921)	19
1.3.4 Déformation rémanente après compression à basse température (Norme ISO 1653)	20
1.4 Les élastomères fluorés	21
1.4.1 Les différentes classes et applications	21
1.4.2 Réticulation de l'élastomère fluoré	21
1.4.3 Propriétés physico-chimique et mécanique des élastomères fluorés	22
1.5 Caractérisation physico-chimique de l'élastomère fluoré étudié	24
1.5.1 Composition chimique du matériau	24
1.5.2 La température de transition vitreuse	26
1.5.3 Le coefficient de dilatation thermique	26
1.5.4 La capacité thermique massique à pression constante	28
1.6 Analyse physico-chimique des différents échantillons	29
1.6.1 Composition des différents échantillons	29
1.6.2 Taux de réticulation	31
1.7 Conclusion	34

2	Description du comportement mécanique de l'élastomère fluoré étudié par le modèle d'Hyperélasto-Visco-Hystérésis	35
2.1	Revue succincte des modèles phénoménologiques pour la représentation mécanique du comportement des élastomères	36
2.2	Décomposition du modèle Hyperélasto-Visco-Hystérétique	37
2.3	Caractérisation du matériau par des essais de chargement cyclique	39
2.3.1	Conditions expérimentales	40
2.3.2	Essais cycliques de charge/décharge en traction et compression	40
2.4	La contribution hyperélastique	45
2.4.1	Potentiel hyperélastique et approche thermodynamique	45
2.4.2	Choix du potentiel hyperélastique du modèle HVH	48
2.5	La contribution visqueuse	51
2.5.1	Evolution de la viscosité à travers les essais expérimentaux réalisés	51
2.5.2	Les modèles visqueux de la littérature	56
2.5.3	Le modèle visqueux du modèle HVH	58
2.6	La contribution hystérétique	60
2.6.1	Essais de chargement interrompu par des relaxations	60
2.6.2	Prise en compte de l'hystérésis dans la littérature	64
2.6.3	Le modèle hystérétique du modèle HVH	65
2.7	Conclusion	69
3	Identification et validation à température ambiante	71
3.1	Première méthode d'identification	72
3.2	Seconde méthode d'identification	77
3.2.1	Détermination des contributions hyperélastique et hystérétique	78
3.2.2	Détermination de la contribution visqueuse	80
3.2.3	Comportement global des essais de chargement interrompu par des relaxations	83
3.3	Validation	87
3.3.1	Tests homogènes	87
3.3.2	Essais de relaxation sur un joint	91
3.4	Conclusion	94
4	Influence de la température sur le comportement mécanique du matériau	95
4.1	Essais cycliques de charge/décharge en traction et en compression	96
4.1.1	Comportement à des températures supérieures à la température ambiante	96
4.1.2	Comportement à des températures inférieures à la température ambiante	97
4.1.3	Estimation de l'auto-échauffement sous sollicitation	101

4.2	Influence de la température sur les essais de relaxation	105
4.2.1	Comportement en relaxation à des températures supérieures à la température ambiante	105
4.2.2	Comportement en relaxation à des températures inférieures à la température ambiante	108
4.3	Influence de la température sur les essais de chargement interrompu par des relaxations : analyse de l'hystérésis	111
4.3.1	Comportement à des températures supérieures à la température ambiante	112
4.3.2	Comportement à des températures inférieures à la température ambiante	112
4.3.3	Evolution de la relaxation pour différents niveau de déformation	115
4.4	Essais de relaxation avec un cycle de température	117
4.4.1	Procédure	117
4.4.2	Résultats	118
4.5	Conclusion	121
5	Identification et validation du modèle HVH en température	123
5.1	Identification en température	123
5.1.1	Détermination des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température	124
5.1.2	Détermination de la contribution visqueuse en fonction de la température	134
5.1.3	Représentation globale des essais de chargement interrompu par des relaxations à l'aide du modèle HVH	139
5.2	Validation en température et cycle thermique	142
5.2.1	Validation sur des tests homogènes	142
5.2.2	Validation sur des essais en relaxation avec un cycle thermique	145
5.3	Conclusion	154
	Conclusion	157
	A Comparaison entre les essais de chargement interrompu par des relaxations et les essais cycliques	159
	B Evolution des contributions hyperélastique et hystérétique et des paramètres matériau en fonction de la température pour les essais en traction	161
	Références Bibliographiques	172
	Résumé	173

Introduction générale

De nos jours, les élastomères sont fréquemment utilisés dans des applications industrielles, notamment dans l'automobile et l'aéronautique. Les élastomères ont des propriétés mécaniques qui en font des matériaux à part. Leurs propriétés sont utilisées pour diverses applications comme l'étanchéité, l'amortissement, l'isolation, etc. En particulier, ils ont une grande capacité de déformabilité de l'ordre de quelques centaines de pourcent associé à un comportement élastique quasi-réversible. Ces matériaux sont généralement sujets à de sévères chargements cycliques, mécaniques et thermiques. Tous ces effets entraînent dans certaines situations, une dégradation des performances du matériau pouvant aller jusqu'à l'apparition de fissures et finalement à la rupture de la pièce.

Un grand nombre de travaux ont été menés pour caractériser et modéliser les différents aspects du comportement mécanique des élastomères. Ces études ont permis de mettre en évidence de nombreux phénomènes comme l'effet Payne [Lion and Kardelky, 2004], l'effet Mullins [Cantournet et al., 2009, Chagnon et al., 2004], la viscosité [Miehe and Keck, 2000, Amin et al., 2006]. D'autres études se sont plus particulièrement intéressées aux phénomènes de rupture [Hamdi, 2006] et l'influence des charges [Omnès, 2007] dans le matériau.

Dans ce travail, nous nous intéresserons plus particulièrement à l'influence de la température sur la tenue mécanique des élastomères. Le problème du comportement mécanique des élastomères en température n'est que partiellement traité dans la littérature. Peu de modèles sont ainsi proposés [Chadwick, 1974, Ogden, 1992, Berardi et al., 1996, Lion, 1996a]. Une des difficultés majeures rencontrées lors de l'établissement de ces modèles réside dans l'identification expérimentale des paramètres matériaux. De plus, la difficulté provient de la maîtrise des essais mécaniques et de la température simultanément. Plusieurs auteurs ont réalisé des essais en température [Beatty and Davies, 1950, Gehman et al., 1950, Brazier and Nickel, 1979, Spetz, 2001].

L'objectif de cette étude est de développer un modèle de comportement adapté pour reproduire le comportement mécanique de l'élastomère avec l'évolution de la température. Pour réaliser cette étude, un travail expérimental préliminaire [Vandenbroucke et al., 2010] est effectué pour mettre en évidence les différents phénomènes mécaniques présents pour le matériau avec l'évolution de la température. Le matériau étudié est un élastomère synthétique fluoro-carboné (FKM), le Viton[®]. Cet élastomère possède d'excellentes performances aux hautes températures et aux agressions chimiques. Ses propriétés dépendent de la teneur en fluorine, des composés élastomères fluorés et de la structure des réseaux des chaînes de copolymères [Ameduri et al., 2001, Mitra et al., 2004]. Sa température de transition vitreuse T_g se situe autour de -19°C . La caractérisation mécanique du matériau est réalisée à l'aide d'essais cycliques classiques de traction et compression ainsi que des essais de relaxation sur une plage de température allant de -35°C à 100°C . Au passage de la température de transition vitreuse le matériau passe d'un état caoutchoutique à un état vitreux. D'un point de vue mécanique, le matériau change radicalement de comportement. D'un point de

vue numérique, cela nécessite le développement de deux types de loi de comportement. Dans cette étude, nous avons fait le choix de ne considérer que la plage de température de -8°C à 100°C pour reproduire correctement le comportement du matériau.

Le modèle utilisé, pour cette étude, est une loi de comportement phénoménologique basée sur une décomposition additive des contraintes. Le modèle est constitué de trois contributions de contrainte : l'hyperélasticité, la viscosité et l'hystérésis [Zrida et al., 2009, Vandembroucke et al., 2010]. Ce modèle sera nommé Hyperélasto-Visco-Hystérésis (HVH) où la contribution hyperélastique sera prise en compte à l'aide de potentiel phénoménologique comme Mooney-Rivlin [Mooney, 1940] ou encore Hart-Smith [Hart-Smith, 1966]. La viscosité sera décrite à l'aide du modèle de Maxwell généralisé et la contribution hystérétique sera prise en compte à l'aide d'un modèle original [Vandembroucke et al., 2010].

Au cours de cette étude, nous considérons principalement le premier cycle de chargement de notre matériau. En effet, nous travaillons sur un matériau destiné à des fonctions d'étanchéité où un joint, par exemple, est comprimé dans sa gorge et ne subit pas, à priori ensuite de cycle de charge mécanique.

Le document se décompose en cinq chapitres où seront développés les différents objectifs fixés. Le premier chapitre traite du comportement des élastomères d'un point de vue physico-chimique et mécanique, avec une présentation rapide de la structure générale des élastomères. Cette étude bibliographique est centrée sur les principales caractéristiques mécaniques des élastomères et plus particulièrement l'élastomère fluoré. Une étude physico-chimique est réalisée afin d'apporter une meilleure connaissance du matériau lors de la réalisation des essais expérimentaux. Un rapide état de l'art a été effectué sur les essais spécifiques industriels pour l'étude de l'influence de la température sur les élastomères.

Le deuxième chapitre regroupe les éléments relatifs à la description du modèle de comportement Hyperélasto-Visco-Hystérésis (HVH) développé dans cette étude. Cette présentation est aussi l'occasion de faire un bilan sur différents modèles similaires existants. Afin d'étayer chaque contribution employée dans le modèle, une étude expérimentale est réalisée à température ambiante. Les essais développés dans cette étude sont des essais de traction et de compression cycliques pour 50% et 30% de déformation, respectivement, constitués de trois cycles de charge-décharge. Des essais de relaxation en traction et en compression sont aussi réalisés avec un temps de relaxation de 900s en traction et en compression. De plus, des essais de chargement interrompus par des relaxations ont aussi été effectués, pour différents taux de déformation. Les essais de chargement cyclique mettent en évidence une présence non négligeable de l'hyperélasticité pour les élastomères. Les essais de relaxation nous permettent de décrire la viscosité du matériau. Des essais de chargement interrompus par des relaxations font apparaître un équilibre hystérétique démontrant la présence de l'hystérésis pour notre matériau.

Le chapitre trois est consacré à la présentation des méthodes d'identification des paramètres matériau constituant la loi de comportement développée dans le chapitre précédent. La première méthode vise à identifier tous les paramètres matériau à l'aide d'essais homogènes simples et une optimisation paramétrique classique. Nous montrons les limitations de la méthode pour distinguer l'influence des hystérésis visqueuse et non visqueuse. La seconde méthode a été développée dans le but de mieux prendre en compte chaque contribution du modèle à travers des essais de relaxation et de chargement interrompus par des relaxations. Les essais de chargement interrompus par des relaxations font apparaître un équilibre hystérétique démontrant la présence de l'hystérésis pour notre matériau. Ils nous permettent d'identifier les contributions hyperélastique et hystérétique de

notre modèle de comportement. La contribution visqueuse est, elle, identifiée analytiquement, à l'aide des essais de relaxation, par la détermination de temps caractéristiques. Afin de valider le modèle identifié, nous testons le modèle sur des essais n'ayant pas servi à l'identification ainsi qu'une application industrielle d'un joint d'étanchéité comprimé dans une gorge à température ambiante.

Les chapitres quatre et cinq concernent l'étude de la température sur le comportement mécanique de l'élastomère fluoré et l'identification des paramètres matériau de la loi de comportement Hyperélasto-Visco-Hystérétique.

Dans un premier temps, une caractérisation du comportement mécanique du matériau en fonction de la température a été réalisée à l'aide d'essais de chargement en traction et compression ainsi que par des essais de relaxation. Le but de cette partie est d'étudier le comportement du matériau au dessus et en dessous de la température de transition vitreuse. Nous souhaitons observer l'évolution mécanique du changement d'état du matériau en passant d'un état caoutchoutique à un état vitreux pour des isothermes. Une étude plus approfondie des températures situées au dessus de la température de transition vitreuse est réalisée. Afin d'aller plus loin dans l'étude de l'influence de la température, un essai mécanique comportant un cycle de température a été mis en place pour tester le comportement du matériau. Durant ce test, le plot de compression est soumis à un essai de relaxation en compression au cours duquel différents cycles de températures sont imposés.

Le cinquième et dernier chapitre est centré sur l'identification des paramètres matériau et la validation en température. Les paramètres matériau sont identifiés à partir d'essais en isothermes sur une plage de température limitée. L'identification du matériau pour les différentes températures testées est réalisée à l'aide de la seconde méthode présentée au chapitre trois. L'identification des paramètres est réalisée séparément pour les essais de traction et de compression dues à l'accentuation des différences entre ces deux types d'essais avec la température. Une étude de l'influence de la température sur les contributions du modèle est ensuite effectuée pour mieux comprendre l'influence de la température sur le modèle de comportement. Nous avons validé le modèle à travers des essais homogènes pour des isothermes. Ces essais ne font pas partie de la base de données pour l'identification des paramètres matériau. Enfin, nous avons simulé l'essai de relaxation en compression subissant un cycle de température afin de valider le modèle de comportement en température. Nous considérons simplement les paramètres matériau en compression pour cette étude où nous rentrons les valeurs pour chaque température testée. Nous supposons, dans un premier temps, une évolution linéaire des paramètres matériaux entre chaque température étudiée mais une loi de mélange plus sophistiquée, permet de rendre compte de façon plus précise l'évolution de la relaxation au cours d'un cycle en température.

Chapitre 1

Comportements physico-chimique et mécanique des élastomères

Dans le langage scientifique, les caoutchoucs sont appelés élastomères. Ce terme résulte de la combinaison entre les mots élastique et polymère. Au regard de leurs propriétés, il est classique de faire appartenir ces matériaux à la famille des polymères au même titre que les thermoplastiques et les thermodurcissables [Oudet, 1993]. Leurs propriétés sont étroitement liées au caractère aléatoire de la distribution et de la nature de leurs chaînes macromoléculaires [Ward and Hadley, 1993].

Les élastomères peuvent être naturels ou synthétiques. Le caoutchouc naturel provient de la coagulation du suc (sève) de différentes espèces végétales, principalement l'hévéa. Ce liquide d'apparence laiteuse, appelé latex, est récolté au moyen d'une entaille faite dans l'écorce de l'arbre. A l'état brut (non cuit), le caoutchouc naturel présente des propriétés sans grand intérêt pour le monde industriel. Il est donc nécessaire d'améliorer ses propriétés par des procédés comme la vulcanisation et/ou le renforcement à l'aide de charges.

Le procédé de vulcanisation fut découvert, par hasard, par Charles Goodyear en 1839 [Trealor, 1975]. Il consiste à malaxer du caoutchouc brut en y ajoutant du soufre puis à chauffer le mélange. L'ensemble se transforme en un matériau élastique et stable dans une gamme de température beaucoup plus large. Quant au renforcement, il permet d'élargir le domaine d'utilisation d'un élastomère en introduisant une charge renforçante (noir de carbone, silice,...). La majorité des élastomères industriels sont à la fois vulcanisés et renforcés par diverses charges suivant leur utilisation [Ameduri et al., 2001].

De par leurs propriétés particulières, les domaines d'utilisation des élastomères sont de plus en plus variés. Ainsi, l'industrie automobile, l'aéronautique, l'industrie du textile mais aussi le bâtiment, l'industrie électromécanique et le secteur médical représentent quelques domaines où l'utilisation de ce matériau ne cesse de se développer. En effet, leur facilité à subir des déformations importantes tout en restant dans un domaine réversible, leur caractère plus ou moins amortissant, leur faible masse volumique font des caoutchoucs des matériaux à part. De plus, leur facilité de mise en oeuvre ainsi que leurs formulations multiples permettent un grand choix d'élastomères répondant aux critères désirés.

Dans ce chapitre nous présenterons la structure générale des élastomères en traitant de leur comportement mécanique et physico-chimique et plus particulièrement les propriétés de l'élastomère fluoré. Un rapide état de l'art a été effectué sur les essais spécifiques industriels pour l'étude de l'influence de la température sur les élastomères.

1.1 Physico-chimie des élastomères

1.1.1 Structure macromoléculaire des polymères

Qu'ils soient d'origine naturelle ou synthétique, les polymères organiques sont composés de longues chaînes d'atomes de carbone, sur lesquelles sont fixés des éléments propres à la chimie organique (carbone, hydrogène, oxygène, azote), plus quelques autres éléments comme le chlore, le fluor et le soufre. Ces longues chaînes moléculaires sont appelées macromolécules.

Une macromolécule est une molécule résultant de l'enchaînement covalent de motifs (ou unités) monomères, suivant le schéma simpliste : -A-A-A-A- où A représente une unité de monomère. Dans les cas simples, pour nommer les polymères, on utilise le préfixe "poly" devant le nom des monomères qui ont servi à les constituer. La cohésion du système est due essentiellement à des liaisons secondaires et, dans certains cas, à des liaisons covalentes (polymères réticulés). Les propriétés des polymères dépendent fortement de la façon dont les chaînes sont disposées et assemblées [Oudet, 1993].

En fonction des types d'arrangement possibles des chaînes pour les polymères, nous aurons soit un matériau amorphe soit cristallin. Pour un comportement amorphe, les chaînes se replient et se déploient dans l'espace pour adopter une configuration de pelote statique dans laquelle on ne distingue aucun ordre à grande échelle. Par contre, pour un matériau cristallin, nous observons un arrangement ordonné des chaînes avec une conformation régulière (sous forme de zigzag plan ou en hélice). La formation de cristaux nécessite une énergie importante qui est apportée par les hautes températures. En réalité, un polymère n'est jamais complètement constitué de cristaux mais possède aussi une phase amorphe : c'est un matériau semi-cristallin comme l'illustre la figure 1.1.

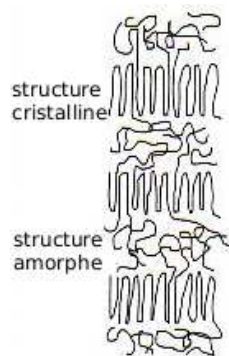


FIG. 1.1 – Structure d'un polymère semi-cristallin avec une phase amorphe et cristalline.

Les polymères peuvent être divisés en 3 classes (figure 1.2) :

- les thermoplastiques : ce sont des polymères semi-cristallins ou amorphes.
- les thermodurcissables : ce sont des polymères amorphes et ils sont formés d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont rigides compte tenu de leurs taux de réticulation élevé.
- les élastomères : ce sont des polymères amorphes réticulés que nous allons décrire dans le paragraphe suivant.


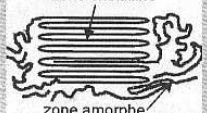
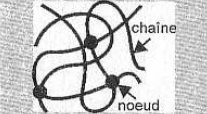

Type de polymère	État des molécules	Propriétés aux températures $T > T_g$	Fusion	Remarques	Origine de l'élasticité	
Thermo-plastiques	Amorphe 	Linéaires (ou ramifiées)	Souplesse variable avec la cristallinité. Capacité importante d'allongement irréversible.	La phase amorphe passe à l'état fluide sans fusion par désenchevêtrement des chaînes. La phase cristalline fond sur une plage de température autour de la température moyenne de fusion T_f .	Faciles à mettre en œuvre à $T > T_g$. Solubles dans les solvants organiques. Recyclables. Utilisés en général au dessous de T_g pour les amorphes.	Si $T < T_g$: élasticité enthalpique (déplacement des atomes hors de leur position d'équilibre comme dans les métaux, céramiques, ...). Si $T > T_g$: élasticité enthalpique pour la phase cristalline ; élasticité entropique pour la phase amorphe. (Allongement des chaînes moléculaires dans le sens de la contrainte appliquée).
	Semi-cristallin zone cristalline  zone amorphe	Linéaires (ou ramifiées)				
Elastomères	Amorphe 	Linéaires avec réticulation très légère	Souplesse. Grande élasticité réversible (comportement caoutchoutique).	Ne fondent pas ; mais décomposition à haute température.	Forte extension (jusqu'à 1000 %). Difficilement recyclables. Utilisés au-dessus de T_g .	Si $T < T_g$: élasticité enthalpique Si $T > T_g$: élasticité entropique
Thermo-durcissables	Amorphe 	Réseau à trois dimensions, avec réticulation forte	Souplesse moyenne. Capacité d'allongement peu élevée.	Ne fondent pas ; mais décomposition à haute température.	Insolubles dans les solvants organiques. Non recyclables. Utilisés au dessous de la température de décomposition thermique.	Si $T < T_g$: élasticité enthalpique Si $T > T_g$: élasticité entropique

FIG. 1.2 – Propriétés des principaux types de polymères [Combette and Ernoult, 2005].

1.1.2 Structure des élastomères

Les élastomères sont des matériaux amorphes constitués d'un ensemble de chaînes macromoléculaires de différentes longueurs. A l'état cru, c'est-à-dire sans vulcanisation, les chaînes constituant l'élastomère sont indépendantes. Sous l'application d'une contrainte extérieure, elles glissent irréversiblement les unes sur les autres et se relâchent, créant ainsi du fluage et une déformation permanente. Cette plasticité exclut toute stabilité dimensionnelle ainsi que toute possibilité d'utilisation mécanique classique du matériau d'où le besoin de vulcaniser celui-ci afin de créer des liaisons de pontages chimiques entre les chaînes élastomériques et ainsi les lier les unes aux autres. L'élastomère devient alors réticulé, mais le nombre de pontage est assez limité. Cela laisse des possibilités de mouvement des chaînes beaucoup plus importantes que pour un polymère présentant un réseau thermosettable [Halary et al., 2008]. La structure est alors celle d'un réseau tridimensionnel unique, toujours extrêmement déformable sous une sollicitation extérieure, mais stable.

1.1.3 La température de transition vitreuse

Quand la température augmente un polymère passe à travers trois domaines illustrés sur la figure 1.3 ainsi que sur la figure 1.4 pour les élastomères [Combette and Ernoult, 2005] :

- la température de transition vitreuse T_g caractérise le passage du matériau de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.
- la température de fusion T_f caractérise la fusion des cristaux (pour un polymère cristallin ou semi-cristallin).
- la température de dégradation T_d où les liaisons covalentes des macromolécules commencent à se rompre sous l'action de la chaleur.

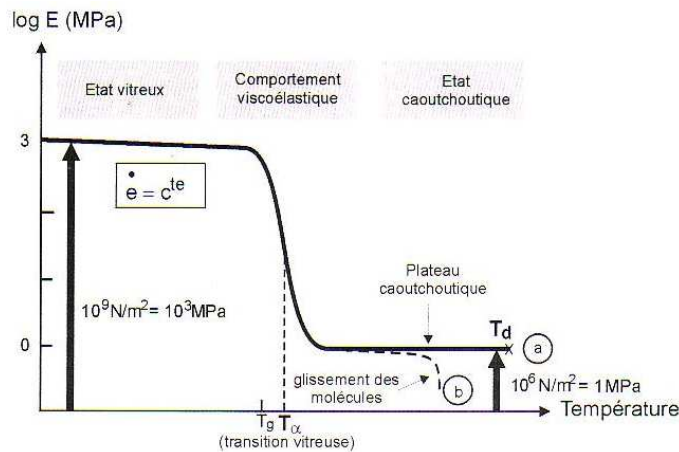


FIG. 1.3 – Évolution du module élastique en fonction de la température pour une vitesse de refroidissement $\dot{\epsilon}$ donnée [Combette and Ernout, 2006].



FIG. 1.4 – Etat d'un élastomère en fonction des domaines d'état structural ou de la température [Combette and Ernout, 2005].

Lorsqu'un élastomère est en-dessous de la température de transition vitreuse, la mobilité des molécules est d'autant plus faible que la température baisse. Ce qui confère au matériau une forte rigidité et une faible capacité de déformation. L'élasticité est alors d'origine enthalpique avec de faibles déplacements. Par contre, au dessus de la température de transition vitreuse, le matériau est à l'état caoutchoutique où la mobilité des molécules croît avec l'augmentation de la température. Cette mobilité permet un déploiement des chaînes dans le sens de la contrainte entraînant une déformation réversible (élasticité entropique). Les élastomères ne fondent pas mais ils se décomposent à haute température.

Les élastomères sont des polymères ayant une température de transition vitreuse inférieure à la température ambiante. Sans être exhaustif, le tableau 1.1 donne les températures de transition vitreuse de certains élastomères.

1.2 Propriétés mécaniques des élastomères

Quel que soit le type d'élastomère étudié, la diversité de leurs domaines d'utilisation résulte de leurs multiples formulations et de leurs taux de réticulation mais également de la nature des charges renforçantes incorporées. Plusieurs sortes de charge existent (silices, kaolin,...) mais la plus utilisée pour les élastomères est le noir de carbone.

Le comportement mécanique des élastomères est connu pour être caractérisé par différents phénomènes (figure 1.5) :

- l'hyperélasticité et la réversibilité : les élastomères sont caractérisés par une grande défor-

Elastomère	Symbole	T_g (°C)
Polybutadiène	BR	-112
Polychloroprène	CR	-45
Terpolymère éthylène	EPDM	-55
Elastomère fluoré	FKM	-18 à -50
Nitrile-butadiène	NBR	-20 à -45
Caoutchouc naturel	NR	-72
Copolymère styrène/butadiène	SBR	-50

TAB. 1.1 – Températures de transition vitreuse pour plusieurs élastomères classiques [Martinon, 1998]

mabilité et un retour rapide avec un comportement non linéaire. Un élastomère est capable de supporter des déformations très importantes qui peuvent atteindre 600% à 1000% selon la composition et les conditions d'utilisation.

- la viscoélasticité : la réversibilité du matériau n'est pas immédiate. Les élastomères présentent un comportement viscoélastique dépendant de la vitesse de sollicitation.
- l'hystérésis : lors des essais de chargement cyclique une différence est observée entre les efforts mesurés lors du chargement et les efforts mesurés lors du déchargement, ce phénomène est appelé hystérésis. Il y a dissipation d'énergie sous forme de chaleur. La quantité d'énergie dissipée correspond à l'aire entre les courbes. Cette hystérésis peut être d'origine visqueuse ou non.
- l'effet Mullins : des études ont été réalisées pour préciser le comportement des élastomères pour des essais sous chargement cyclique où un adoucissement notable est observé pour la première boucle. Ce phénomène est appelé effet Mullins [Mullins, 1947].

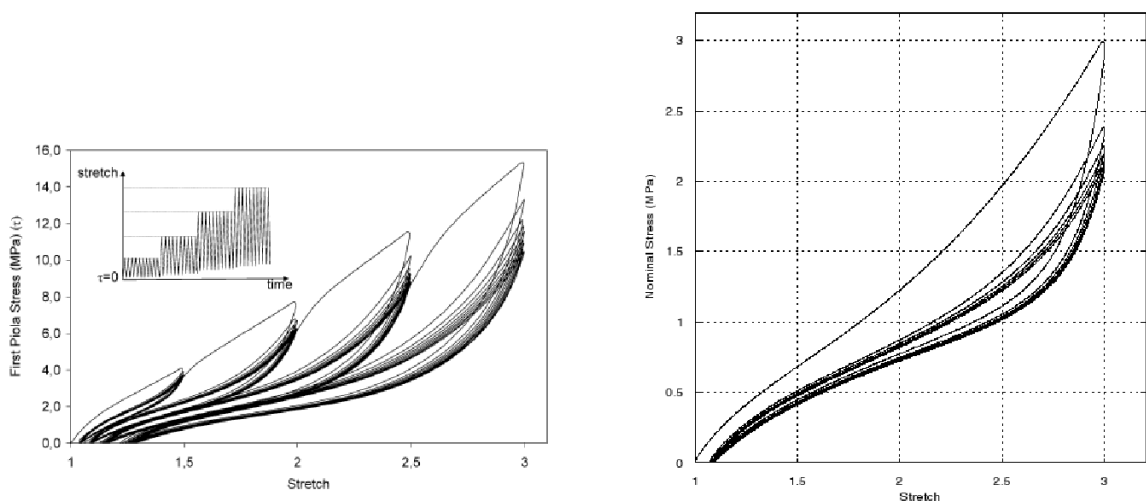


FIG. 1.5 – Courbe de charge décharge pour plusieurs cycles sur du caoutchouc naturel chargé de noir de carbone pour a)[Diani et al., 2006b] et b) 20% de noir de carbone pour [Dorfmann and Ogden, 2004].

- l'effet Payne : dans le domaine des faibles déformations, le comportement viscoélastique des élastomères chargés présente une forte non linéarité. Ce phénomène est connu sous le

nom d'effet Payne [Payne, 1963](figure 1.6). Il se manifeste par une chute du module de conservation lors d'une sollicitation périodique à une fréquence donnée.

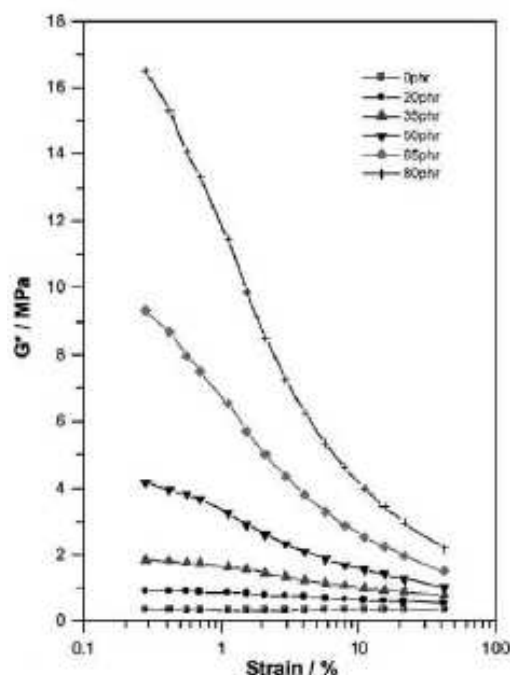


FIG. 1.6 – Evolution du module de conservation G' en fonction de l'amplitude de déformation pour différentes fraction volumiques de charges [Fröhlich et al., 2005].

Nous avons réalisé un bref récapitulatif d'un certain nombre de phénomènes mécaniques caractérisant les élastomères à température ambiante. Cependant, l'influence de la température sur ce comportement peut être mise en évidence à l'aide de plusieurs essais souvent cités dans la littérature. Quelques essais mécaniques, permettant d'aborder ce phénomène, sont présentés brièvement par la suite.

1.3 Essais spécifiques en température pour caractériser le comportement des élastomères

En dessous de la température de transition vitreuse (négatives pour les élastomères), des modifications conséquentes s'opèrent au niveau de la microstructure du matériau cela rend plus difficile l'analyse de la réponse mécanique de ce matériau. Plusieurs essais, recensés par [Spertz, 1990], sont principalement utilisés dans l'industrie pour caractériser le comportement des matériaux à basse température et ainsi les classer en fonctions de leurs applications. Pour notre part, nous n'utiliserons pas ces essais car ils ne nous permettent pas d'identifier les paramètres matériau de la loi de comportement choisi pour reproduire l'élastomère étudié.

1.3.1 Le point de fragilité (Norme ISO 812)

Cet essai permet de déterminer la température à partir de laquelle les fissures apparaissent en réalisant un impact sur le matériau (figure 1.7). Une éprouvette de dimensions : $40 \times 6 \times 2$ mm est mise dans un liquide froid pendant 5 min. Un impact est réalisé à la température imposée, puis l'échantillon est examiné afin d'observer la présence ou non de fissures. L'expérience est reconduite pour une température supérieure jusqu'à ce qu'on observe l'apparition d'une fissure. L'augmentation de la température est de 2°C par essai. Le point de fragilité correspond à la plus basse température en dessous de laquelle l'élastomère peut être sollicité sans être endommagé. Le tableau 1.2 récapitule les températures de fragilité d'un certain nombre d'élastomères à titre indicatif.

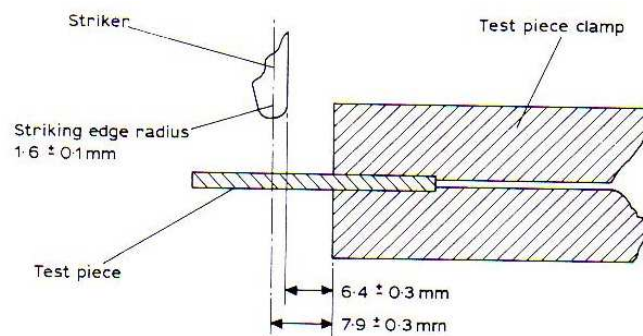


FIG. 1.7 – Montage pour l'essai de fragilité [Spertz, 1990].

Température de fragilité ($^\circ\text{C}$)	Elastomères
-75	Silicones Q
-55	NR, BR, CR, SBR, EPDM
-40	NBR, EPDM, FKM
-25	NBR, FKM
-10	NBR, FKM

TAB. 1.2 – Différentes température de fragilités pour certains élastomères [Martinon, 1998].

1.3.2 Détermination de la rigidité à basse température (Norme ISO 1432)

Le test de Gehman est utilisé afin de connaître la rigidité des élastomères vulcanisés pour une plage de température allant de -150°C à la température ambiante.

Le principe de cet essai consiste à prendre une bande d'élastomère de dimension : $40 \times 3 \times 2$ mm et la relier en série à un câble de torsion (figure 1.8). L'ensemble est refroidi à la température voulue puis un certain angle lui est appliqué. A partir des angles de torsion enregistrés, une courbe est alors tracée en fonction du module de torsion et de la température.

Gehman [Gehman et al., 1950] a étudié la cristallisation de l'hévéa et d'un copolymère en fonction de la température à l'aide de ce type d'essai. Il a observé que l'hévéa cristallise à -35°C , cristallisation révélée par l'augmentation importante du ratio du module. Le phénomène inverse a été observé pour le second matériau avec l'augmentation de la température.

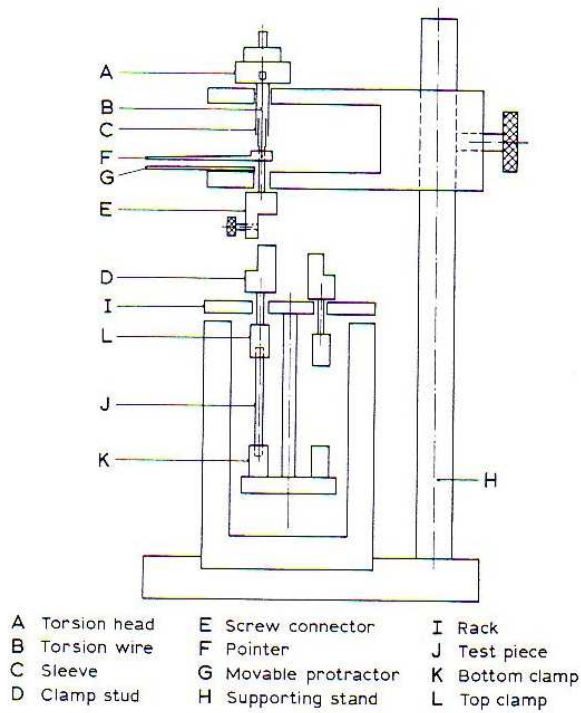


FIG. 1.8 – Montage pour l'essai de Gehman [Spertz, 1990].

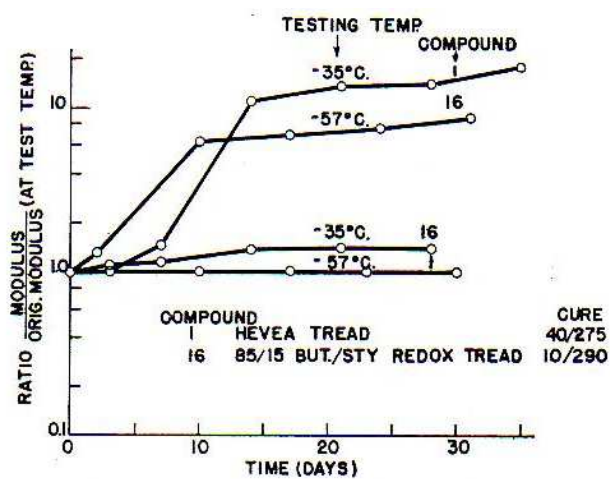


FIG. 1.9 – Evolution du raidissement pour l'hévea et un copolymère en fonction de la température [Gehman et al., 1950].

1.3.3 Test de rétraction en température (Norme ISO 2921)

Principe de l'essai

L'essai consiste au départ à mettre un élastomère en extension (environ 250%) maintenu pendant toute la durée de l'essai à l'aide d'un dispositif approprié (figure 1.10), que l'on refroidit ensuite dans un bain à -70°C pendant 10min. Une augmentation de la température de 1°C est appliquée et la mesure de la longueur de l'échantillon est effectuée tous les 2°C .

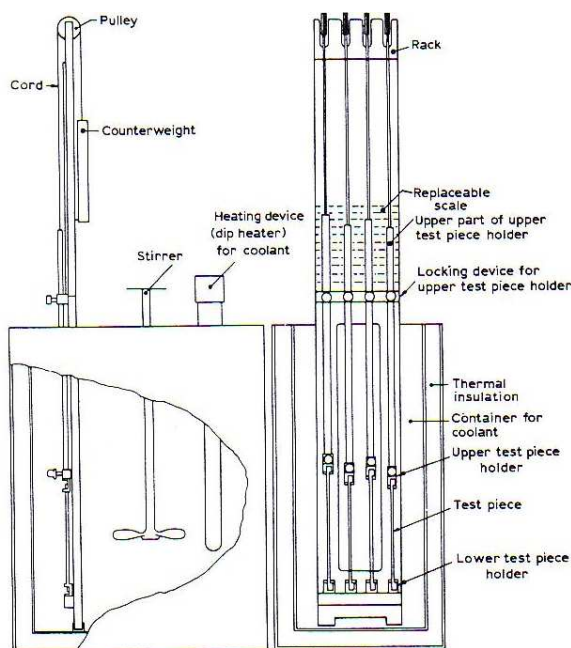


FIG. 1.10 – Dispositif pour les essais de rétraction [Spertz, 1990].

Les longueurs mesurées aux différentes températures sont ensuite utilisées pour déterminer le pourcentage de rétraction du matériau à l'aide de la formule suivante donnée par [Smith et al., 1951] :

$$\% \text{rétraction} = 100 * \left(1 - \frac{L_T - L_O}{L_e - L_O} \right) \quad (1.1)$$

où :

- L_e est la longueur de l'échantillon au début du test en fonction du pourcentage d'élongation,
- L_T est la longueur observée pour une température donnée,
- L_O est la longueur initiale.

Les températures pour lesquelles l'échantillon se rétracte de 10, 30, 50 et 70% sont appelées TR10, TR30, TR50 et TR70 respectivement.

Influence de l'élongation

[Smith et al., 1951] ont testé sur l'hévéa et le GR-S 10, l'influence des valeurs d'élongations initiales, de 50 à 350% d'élongation, sur la rétraction du matériau.

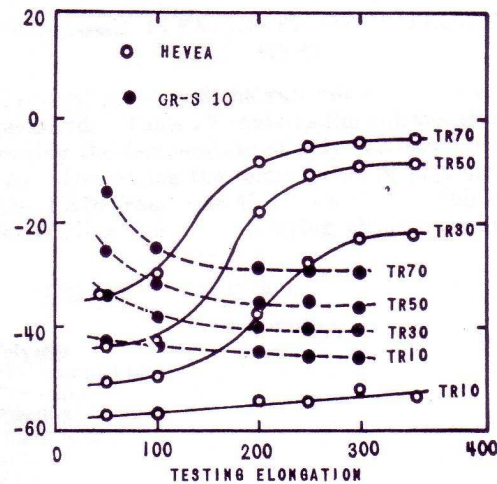


FIG. 1.11 – Effet de l'élongation sur les valeurs de la rétraction [Smith et al., 1951].

On peut constater sur la figure 1.11 que l'augmentation de l'élongation sur l'hévéa (autour de 100%) entraîne une augmentation brutale des valeurs de TR70 qui se stabilise à partir de 250% d'élongation. Cette augmentation est due à la cristallisation de l'hévéa au cours de l'essai. Contrairement à l'hévéa, l'augmentation de l'élongation pour le GR-S 10 entraîne une diminution brutale des valeurs à TR70 jusqu'à 200% d'élongation. Cette différence est principalement due au fait que le GR-S 10 est un matériau vulcanisé ce qui n'est pas le cas de l'hévéa.

1.3.4 Déformation rémanente après compression à basse température (Norme ISO 1653)

Principe de l'essai

La pièce qui est un cylindre de diamètre 29mm et de hauteur 12.5mm est comprimée à 25% de sa taille d'origine entre deux plateaux de compression. Après 30min, le montage est placé dans une enceinte à basse température, à la température voulue. Au bout d'un certain temps, la pièce est dégagée tout en conservant la température. Des mesures de la hauteur de l'échantillon sont ensuite effectuées après un temps d'attente donné. Les hauteurs rémanentes obtenues sont appelées déformations rémanentes en compression.

Corrélation avec l'essai de rétraction

[Smith et al., 1951] ont montré que TR70 était équivalent à 75% de déformation en compression pour déterminer la déformation rémanente. Cette déformation rémanente a été mesurée pour des échantillons ayant été maintenues à -35°C pendant 94h et à -45°C pendant 46h (figure 1.12). Par la suite, les auteurs ont comparé les températures obtenues à TR70 et les valeurs de la déformation rémanente en compression, ceci dans le but de pouvoir estimer la déformation à l'aide des essais de rétraction.

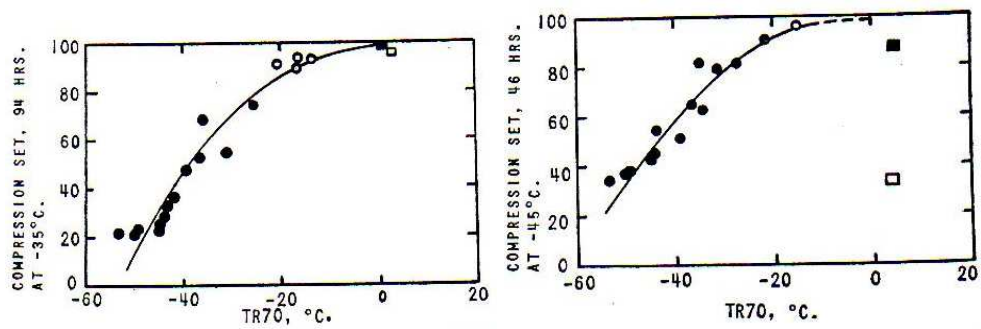


FIG. 1.12 – Compression rémanente au bout de 94h à -35°C et au bout de 46h à -45°C [Smith et al., 1951].

1.4 Les élastomères fluorés

Le matériau utilisé dans cette étude est un élastomère fluoré de nom commercial "Viton". Nous présentons dans la suite un certain nombre de caractéristiques connues sur ce type d'élastomère ainsi que ses domaines d'utilisation.

1.4.1 Les différentes classes et applications

Les polymères fluorés forment une classe bien à part dans le large éventail de composites que l'industrie met à la disposition des utilisateurs. Les principaux élastomères fluorés commerciaux sont (norme ISO 1629) [Bonnet, 2004, Biron, 2008] :

- FKM : fluorure de vilydène-hexafluorure de propylène; fluorure de vilydène-hexafluorure de propylène-tétrafluoroéthylène; fluorure de vilydène-hexafluorure de propylène-tétrafluoroéthylène apporteurs de site vulcanisation
- FEPM : tétrafluoroéthylène-propylène
- FFKM : caoutchouc fluoré à groupe fluorés

Le matériau analysé dans cette étude fait parti de la famille des FKM.

Ce type d'élastomère est généralement employé pour fabriquer des pièces assurant une étanchéité, comme les joints toriques par exemple. Il affiche la plus faible capacité de perméabilité face au fuel utilisé dans le secteur automobile, comparativement aux autres élastomères classiques.

1.4.2 Réticulation de l'élastomère fluoré

Une somme considérable d'efforts a été consacrée au cours des quarante dernières années sur le développement des processus de réticulation. En effet, il faut trouver des temps et des températures optimales de vulcanisation pour ne pas dégrader le matériau, lors de sa mise en forme. La figure 1.13 montre le comportement du caoutchouc naturel lors de l'étude du taux de réticulation en fonction du temps et de la température de vulcanisation. Cette figure montre bien que l'on passe par un optimum puis une diminution du taux de réticulation qui conduit par la suite à une perte des propriétés quelle que soit la température choisie.

La vulcanisation des élastomères fluorés s'effectue principalement avec des agents de réticulation à base de bisphénols incorporé dans la gomme. Ce procédé a pratiquement remplacé les

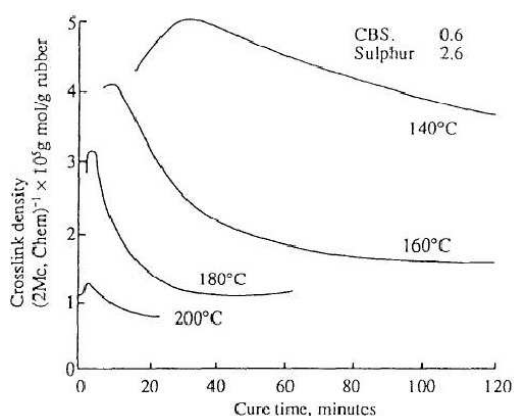


FIG. 1.13 – Influence du temps de vulcanisation sur le taux de réticulation pour le caoutchouc naturel [Akiba and Hashim, 1997].

anciennes formules à base de diamines. La vulcanisation aux peroxydes est utilisée pour des élastomères fluorés plus riche en fluor ou contenant un monomère apportant une meilleure tenue à basse température, ou encore pour améliorer certaines caractéristiques pour des élastomères plus classiques [Bonnet, 2004].

Quelque soit le système de vulcanisation, les meilleures propriétés sont obtenues par un processus en deux étapes. La première étape comprend, à la fois, la mise en température (150 – 180°C) et une mise en pression (10-30 MPa) par moulage d'un échantillon dans une presse (par exemple, le moulage par compression). La deuxième étape (post-cuisson) consiste à maintenir cet échantillon dans l'air à 200 – 250°C, à la pression atmosphérique pendant 12-24 h. La post-cuisson est utilisée pour améliorer les propriétés physiques du matériau [Ameduri et al., 2001].

Les propriétés des élastomères varient selon certains paramètres liés à la vulcanisation. Il est possible d'intervenir à plusieurs niveaux pour modifier la réticulation, par exemple en faisant varier la durée de vulcanisation. Certaines caractéristiques mécaniques sont considérablement améliorées avec la densité de réticulation telles que le module dynamique ou statique (figure 1.14). En revanche d'autres propriétés se dégradent comme la résistance à la rupture ou l'hystérésis [Bouchereau, 1997].

1.4.3 Propriétés physico-chimique et mécanique des élastomères fluorés

D'une manière générale, la substitution par le fluor des atomes d'hydrogène présents dans une chaîne macromoléculaire améliore la tenue thermique et la résistance chimique, retarde ou inhibe la propagation des flammes. Ces propriétés, dépendant de la teneur en fluorine du matériau et de la structure des réseaux de chaînes de copolymère, sont dues à la nature forte de sa structure chimique (c'est-à-dire de la liaison Carbone-Fluor (C-F), 485kJ/mol) [Ameduri et al., 2001, Mitra et al., 2004]. Les polymères fluorés sont réservés à des applications dans les milieux sévères [Bonnet, 2004]. Leur tenue aux hautes températures permet de satisfaire un grand nombre d'applications. Par contre, les basses températures sont un point faible des élastomères fluorocarbonés et peuvent se limiter à quelques degrés en dessous de 0°C alors que d'autres plus spécifiques peuvent rester opérationnels jusqu'à -30°C. On améliore un peu le comportement à basse température par l'utilisation de plastifiant, comme le phosphate de tricrésyle, mais évidemment au dépend des

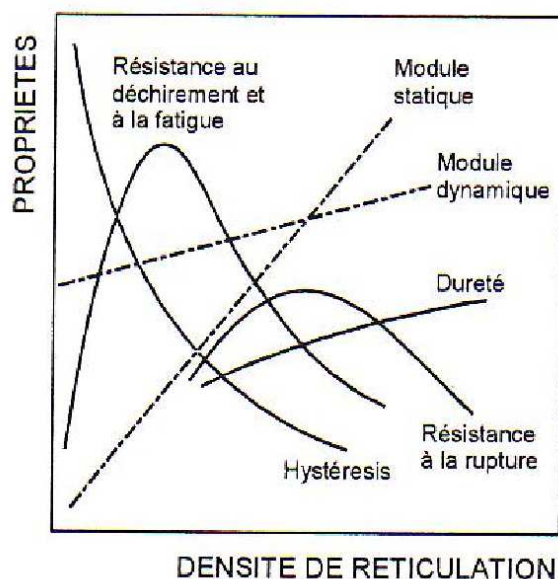


FIG. 1.14 – Evolution des propriétés physique en fonction du taux de réticulation [Bouchereau, 1997].

propriétés mécaniques aux températures élevées.

Dans l'ensemble, ce type d'élastomère résiste à un grand nombre de solvants comme les alcools, les hydrocarbures et bien d'autres. En revanche, ils sont sensibles aux esters et aux cétones. Ce type d'élastomère résiste très bien au feu dû à la présence de fluor en quantité importante. Cependant il peut se produire une dégradation oxydative et une déhydrofluoruration provoquant la formation de gazs corrosifs et toxiques.

Quelques propriétés mécaniques pour les élastomères fluorocarbonés sont récapitulés dans le tableau.1.15. Comme on peut l'observer, les propriétés du FKM se positionnent à l'interface du FFKM et du TFE. La déformation rémanente en compression est une propriété importante des élastomères fluorés parce que la plupart des applications de ces matériaux concerne les joints. L'introduction de bisphenol pendant la réticulation améliore considérablement la déformation rémanente en compression [Ameduri et al., 2001].

1.5 Caractérisation physico-chimique de l'élastomère fluoré étudié

Nous souhaitons réaliser une caractérisation physico-chimique de l'élastomère fluoré étudié afin d'en avoir une meilleure connaissance. Ces essais ne serviront pas pour l'identification de la loi de comportement du matériau étudié, mais nous permettrons de mieux connaître sa composition chimique, sa température de transition vitreuse, sa dilatation thermique et sa capacité thermique.

Property	Fluoroelastomers		
	FFKM [®]	FKM [®]	TFE/P
100% Modulus (MPa)	6.2–13.1	2.1–15.2	2.5–3.5
Tensile strength (MPa)	14.5–16.8	9.0–18.6	18.0–20.0
Elongation (%)	120–240	100–500	250–350
Compression set (%) 70 h, 200°C	35–50	≥ 10	45–50
Hardness (Shore A)	70–95	90–95	65–75
Brittle temp. (°C)	– 40 to – 30	– 59 to – 18	– 40

FIG. 1.15 – Propriétés mécaniques pour différents élastomères fluorocarbonés [Ameduri et al., 2001].

1.5.1 Composition chimique du matériau

Spectre sur Microscopie à Balayage (MEB)

Afin de définir la composition chimique, un spectre par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) a été réalisé sur ce matériau. Ce test consiste à balayer par un faisceau d'électrons la surface de l'échantillon à travers différentes focales. Le contact du faisceau sur la surface de l'échantillon engendre une série de réponses. Le dispositif Energy Dispersive Spectrometry (EDS) permet ensuite de traiter les données et nous donne un spectre contenant les différents atomes présents dans le matériau étudié.

Des images de la microstructure ont été prises au MEB sur des surfaces d'un échantillon de traction cryofracturé. Grâce à ces images dont un exemple est donné sur la figure 1.16, on peut constater que le matériau est essentiellement constitué d'une matrice (à base de fluor connu grâce au spectre) et de diverses charges.

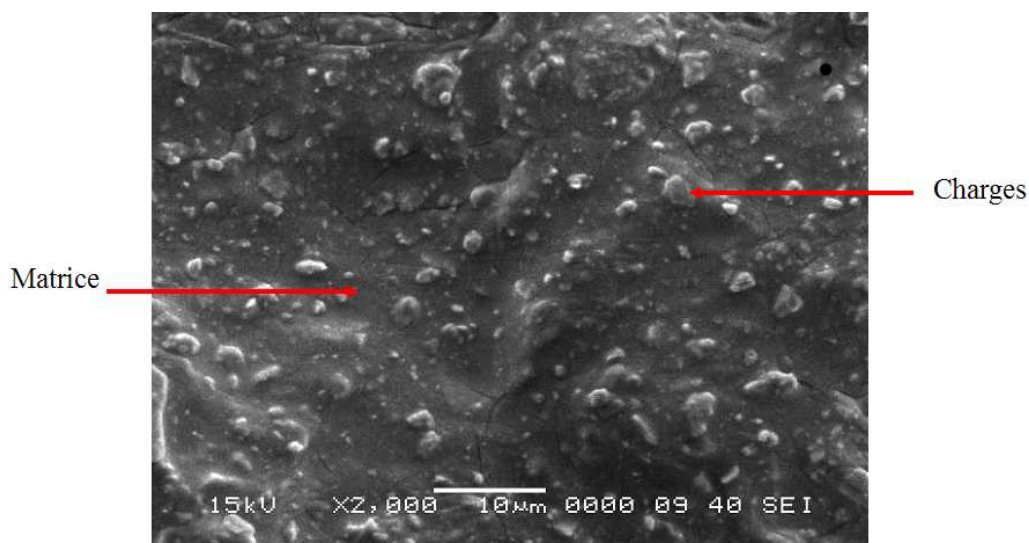


FIG. 1.16 – Image MEB du fluoroélastomère étudié.

L'analyse des spectres réalisées sur la surface de la figure 1.16, nous a permis d'établir une liste de certains éléments constituant le matériau étudié, avec leur pourcentage massique. Cette liste est consignée dans le tableau 1.3. Ce tableau indique que le matériau est principalement constitué de fluor puisque cela représente la moitié de la composition du matériau avec le carbone qui est essentiel pour les liaisons macromoléculaires.

Elément	% Massique
Fluor	50.07
Carbone	39.42
Oxygène	7.53
Aluminium	1.49
Silice	0.69
Magnésium	0.49
Calcium	0.21
Fer	0.1

TAB. 1.3 – Pourcentage massique des différents éléments constituant le matériau.

Spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge d'un échantillon est établi à l'aide d'un faisceau de lumière infrarouge passant au travers de l'échantillon. L'étude de la lumière transmise indique la quantité d'énergie absorbée pour chaque longueur d'onde. De là, un spectre en absorbance ou en transmittance est obtenu avec les longueurs d'ondes d'absorption indiquées. L'analyse de ces caractéristiques indique des détails de la structure moléculaire de l'échantillon.

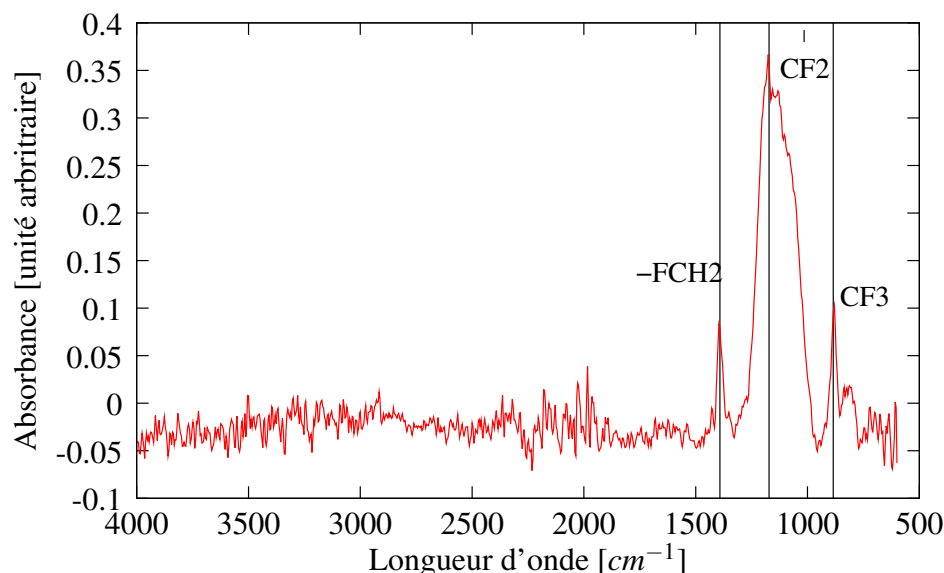


FIG. 1.17 – Spectre infrarouge réalisé sur une éprouvette de traction.

Sur le spectre obtenu (figure 1.17), on peut voir que nous avons trois pics distincts que l'on retrouve aussi sur un spectre réalisé sur un matériau similaire par Mitra [Mitra et al., 2004]. Le pic

le plus fort et le plus large se situe entre 1272 et 1103 cm^{-1} et est attribué à la liaison ν (CF₂). Les deux autres pics caractéristiques des élastomères fluorés à 1412 et 912 cm^{-1} sont dûs à ω (FCH₂) et ν (CF₃) (où ω et ν correspondent à des types de rotation de la molécule) respectivement [Mitra et al., 2004]. Grâce à cet essai, nous avons pu mettre en évidence les différentes liaisons constituant notre élastomère.

1.5.2 La température de transition vitreuse

L'élastomère fluoré est un polymère amorphe réticulé dont les éléments constitutifs sont immobiles les uns par rapport aux autres à la température de transition vitreuse. Cette température, déterminée par application stricte de la norme ISO 11359-2, est égale à -19°C pour notre matériau. Cette norme consiste à identifier la température de transition vitreuse à l'aide d'une DSC (Differential Scanning Calorimetry) avec une vitesse de refroidissement et de chauffe de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Lorsque cette vitesse est de $20^\circ\text{C}/\text{min}$, la T_g obtenue est de -13°C comme l'indique la figure 1.18.

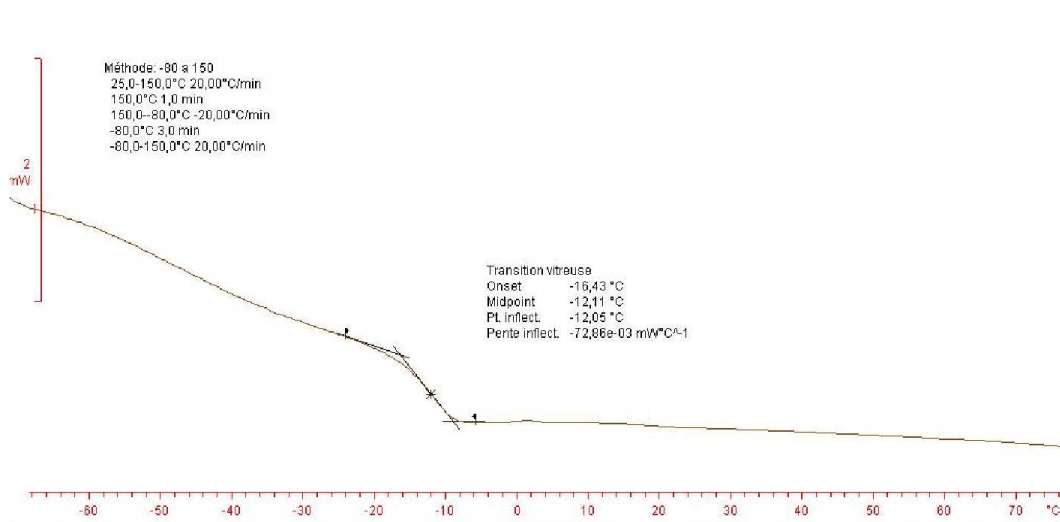


FIG. 1.18 – Température de transition vitreuse pour l'éprouvette de traction.

La valeur de la T_g mesurée dépend donc de la vitesse de chauffe et de refroidissement. Par exemple, lorsqu'on augmente la vitesse de refroidissement, on peut constater une augmentation de la température de transition vitreuse.

A travers les différents essais réalisés, le changement de comportement au passage de la température de transition vitreuse semble plutôt se localiser entre -13°C et -19°C .

1.5.3 Le coefficient de dilatation thermique

La dilatation thermique est l'expansion du volume d'un corps occasionnée par l'augmentation de la température. Le coefficient de dilatation α mesure l'augmentation relative de volume V d'un système lorsque l'on ne fait varier qu'un seul paramètre, en général la température T :

$$\alpha = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P \quad (1.2)$$

Le coefficient de dilatation linéique moyen du matériau étudié à l'aide d'une analyse thermomécanique suivant la norme ISO 11359-2 à l'aide de la formule :

$$\alpha = \frac{1}{T - T_0} \left(\frac{dL}{L_0} \right) \quad (1.3)$$

Dans cette équation, T_0 est la température de référence pour laquelle le coefficient de dilatation ne peut être déterminé.

Les échantillons utilisés pour cet essai, sont des plots de diamètre 4mm et de hauteur 10mm . Les coefficients de dilatation sont calculés en balayant deux plages de température :

- de -60°C à -40°C avec une température de référence de -40°C .
- de 0°C à 200°C avec une température de référence de 23°C .

Température ($^\circ\text{C}$)	Coefficient dilatation thermique (10^{-6}K^{-1})			
	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3	Moyenne
0	148	155	143	146
23	/	/	/	/
50	152	163	154	157
75	154	166	157	159
100	158	170	160	162
125	163	175	164	167
150	167	180	168	172
175	171	184	172	176
200	176	189	177	181
-60	58	53	53	55
-50	68	61	60	63
-40	/	/	/	/

TAB. 1.4 – Évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température avec 23°C et -40°C comme températures de références.

A l'aide de la figure 1.19 nous pouvons déterminer la température de transition vitreuse qui est alors autour de -25°C .

On peut constater au travers des résultats du tableau 1.4 et de la figure 1.19 que l'on a une forte augmentation du coefficient de dilatation du matériau avec l'augmentation de la température, une fois la température de transition vitreuse passée.

1.5.4 La capacité thermique massique à pression constante

La capacité thermique (ou capacité calorifique) d'un corps est une grandeur permettant de quantifier la possibilité qu'a un corps à absorber ou à restituer de l'énergie par échange thermique au cours d'une transformation pendant laquelle sa température varie.

La capacité thermique massique est déterminée par la quantité d'énergie à apporter par échange thermique pour élever d'un degré la température de l'unité de masse d'une substance. C'est donc une grandeur intensive égale à la capacité thermique rapportée à la masse du corps étudié. L'unité du système international est alors le joule par kilogramme-kelvin ($\text{J}.\text{kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

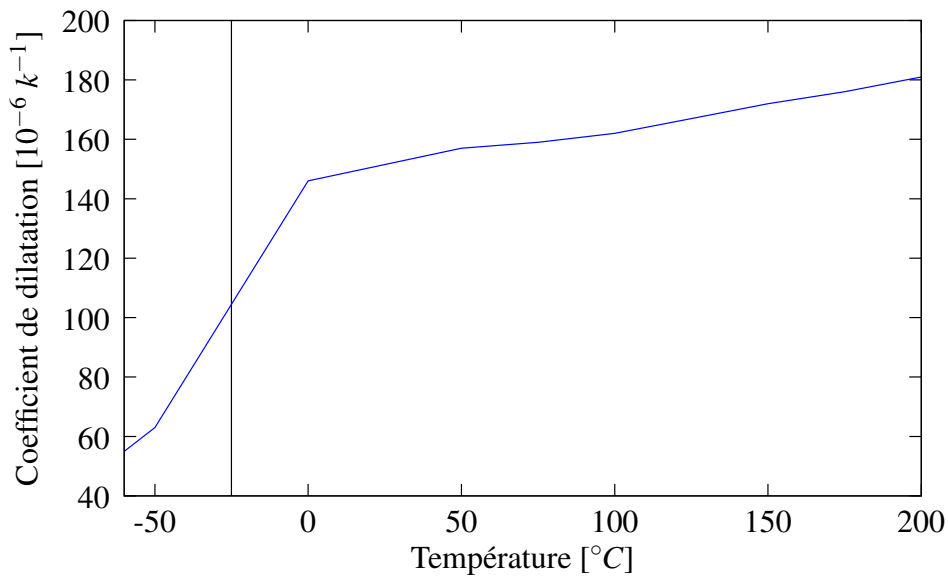


FIG. 1.19 – Évolution du coefficient de dilatation moyen en fonction de la température.

La capacité thermique massique de l'élastomère étudié est déterminée par calorimétrie différentielle par balayage (DSC) [LeBideau et al., 2009]. Trois essais sont réalisés : un creuset vide qui sert d'étalonnage, un matériau connu comme référence, le saphir dans notre cas, et le matériau analysé. Le cycle imposé pour les trois échantillons est :

- une isotherme à -40°C pendant 5min,
- une rampe de -40°C à 150°C avec une vitesse de 10°C min ,
- une isotherme à 150°C pendant 5min,
- une rampe de 150°C à -40°C avec une vitesse de 10°C min ,
- une isotherme à -40°C pendant 5min.

De là, un traitement des données est opéré pour obtenir les valeurs de la capacité thermique massique (figure 1.20) en fonction de la température sur la gamme testée.

L'analyse de l'évolution de cette capacité thermique en fonction de la température nous montre une augmentation brutale de la capacité thermique de notre matériau autour de la zone de la température de transition vitreuse. Cette technique peut donc aussi être utilisée pour déterminer la température de transition vitreuse du matériau. Dans ce cas, par cette technique, nous obtenons une température de transition vitreuse de -23°C .

La température de transition vitreuse obtenue à l'aide de la détermination du coefficient de dilatation et de la capacité thermique est donc équivalente. Cette température reste très proche de celle obtenue par DSC. Pour le reste de l'étude, nous garderons comme référence la température de transition vitreuse déterminée à l'aide de la DSC (c'est-à-dire -19°C).

1.6 Analyse physico-chimique des différents échantillons

Plusieurs essais mécaniques seront présentés au cours des chapitres 2 et 4, nous avons voulu vérifier que les différents échantillons utilisés au cours de ces essais, correspondaient bien au même matériau et avaient le même taux de vulcanisation. Une analyse physico-chimique comparative a

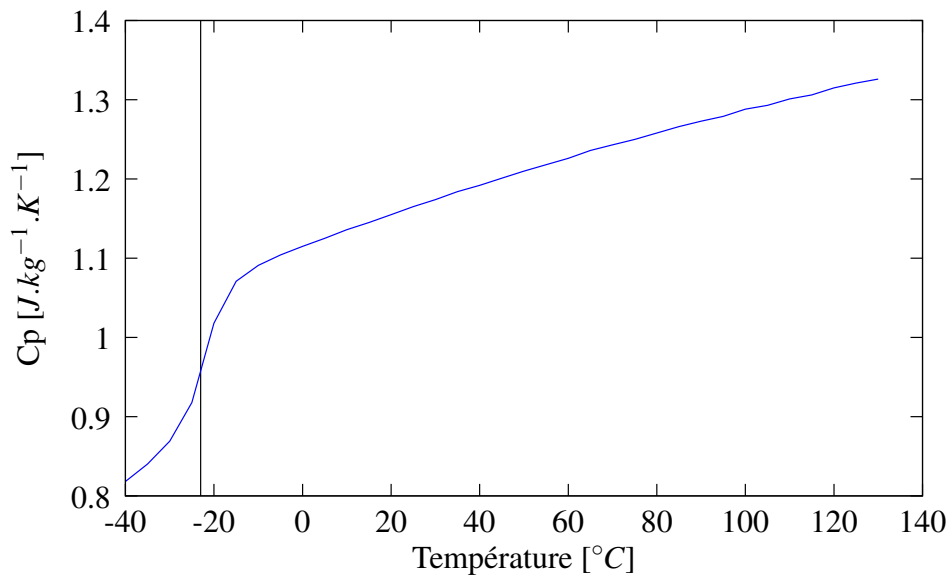


FIG. 1.20 – Evolution de la capacité thermique en fonction de la température.

ainsi été menée sur des plots de compression (plot goodrich), des éprouvettes de traction et des joints toriques.

Les plots goodrich et les éprouvettes de traction sont réalisés par moulage. Les cycles de vulcanisation sont récapitulés dans le tableau 1.5. Les éprouvettes de traction sont obtenues à l'aide d'emporte pièce pour avoir les éprouvettes de type *H2* et *H3*.

	vulcanisation	recuisson
Plot de compression	10min à 180°C	24h à 220°C
Eprouvette de traction	8min à 180°C	24h à 250°C

TAB. 1.5 – Cycle de réticulation appliqué sur le plot et l'éprouvette de traction.

Les éprouvettes H2 ont une longueur de $l=25\text{mm}$, une largeur de $w=4\text{mm}$ et une épaisseur de 2mm (figure 1.21b). Les plots goodrich ont une forme cylindrique avec une hauteur de $h = 25.5\text{mm}$ et un diamètre de $\varnothing = 18\text{mm}$ (figure 1.21a).

Les joints toriques sont réalisés par extrusion. Leur cycle de vulcanisation ne peut donc réellement être connu. Ils ont un diamètre extérieur de $\varnothing_{ext} = 37.3\text{mm}$, une hauteur de $h = 4.4\text{mm}$ et une épaisseur de $e = 2\text{mm}$ (figure 1.22).

1.6.1 Composition des différents échantillons

Nous avons réalisé un spectre infrarouge sur les différents échantillons à analyser. Comme l'indique la figure 1.23, aucune distinction n'est visible entre les spectres des trois types d'éprouvettes testées. Nous avons bien la présence de trois groupes de molécules dans ces trois échantillons.

l'aide d'un spectre par MEB pour mesurer notamment la proportion massique en fluor présent dans chaque échantillon. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau 1.6. Nous pouvons

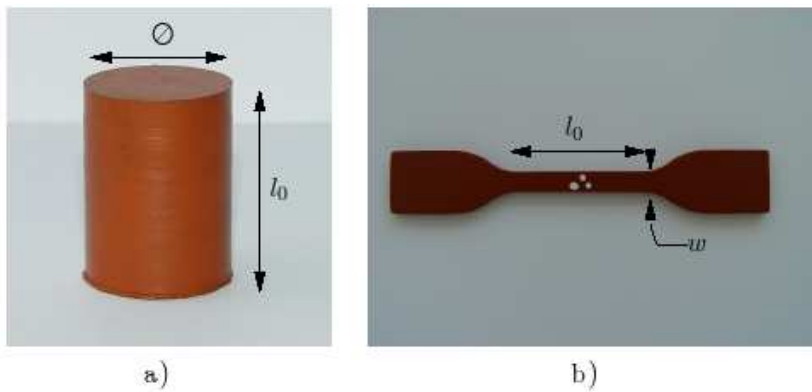


FIG. 1.21 – a) Plot de compression et b) éprouvette de traction de type H2.



FIG. 1.22 – Joint torique.

constater que nous avons une différence de 12% en pourcentage massique de fluor entre les éprouvettes et le joint. Cet écart pourra entraîner des différences entre les comportements mécaniques de ces éprouvettes.

	H3	plot	joint
pourcentage massique de fluor	50.07	48.03	44.44
	50.14	47.23	43.24
moyenne	50.1	47.63	43.83

TAB. 1.6 – Pourcentage massique de fluor pour les échantillons de traction, de compression et le joint.

1.6.2 Taux de réticulation

La température de transition vitreuse

Les facteurs modifiant la position de la température de transition vitreuse sont nombreux. Parmi ces facteurs, nous avons pu voir la vitesse de refroidissement adoptée lors des mesures (paragraphe 1.5.2), mais il y a aussi le taux de réticulation du matériau qui intervient de par deux effets :

- le réel effet de réticulation : il augmente toujours la T_g et est largement indépendant de la composition chimique du polymère.

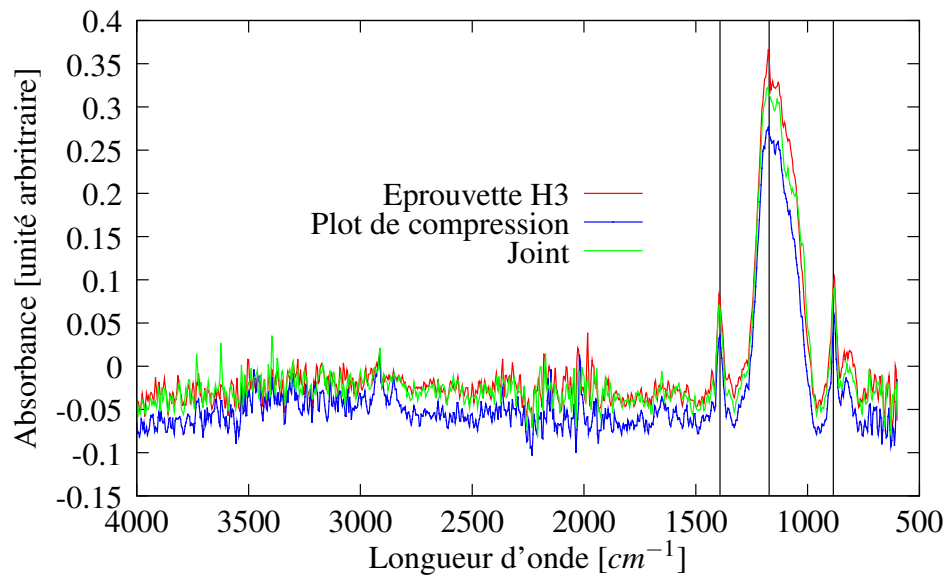


FIG. 1.23 – Spectre Infrarouge réalisé sur une éprouvette de traction H3, un plot de compression et un joint.

– effet du copolymère : peut augmenter ou diminuer la T_g , cela dépend de la nature de l'agent de réticulation. Cet effet est difficile à prédire quantitativement [VanKrevelen, 1972].

Pour observer l'influence du taux de réticulation, nous avons déterminé la T_g pour les différentes éprouvettes utilisées à l'aide d'une DSC. Les résultats obtenus donnent (figure 1.24 :

- $T_g = -11.38^\circ C$ pour le joint,
- $T_g = -12.05^\circ C$ pour l'éprouvette de traction,
- $T_g = -13.08^\circ C$ pour le plot de compression.

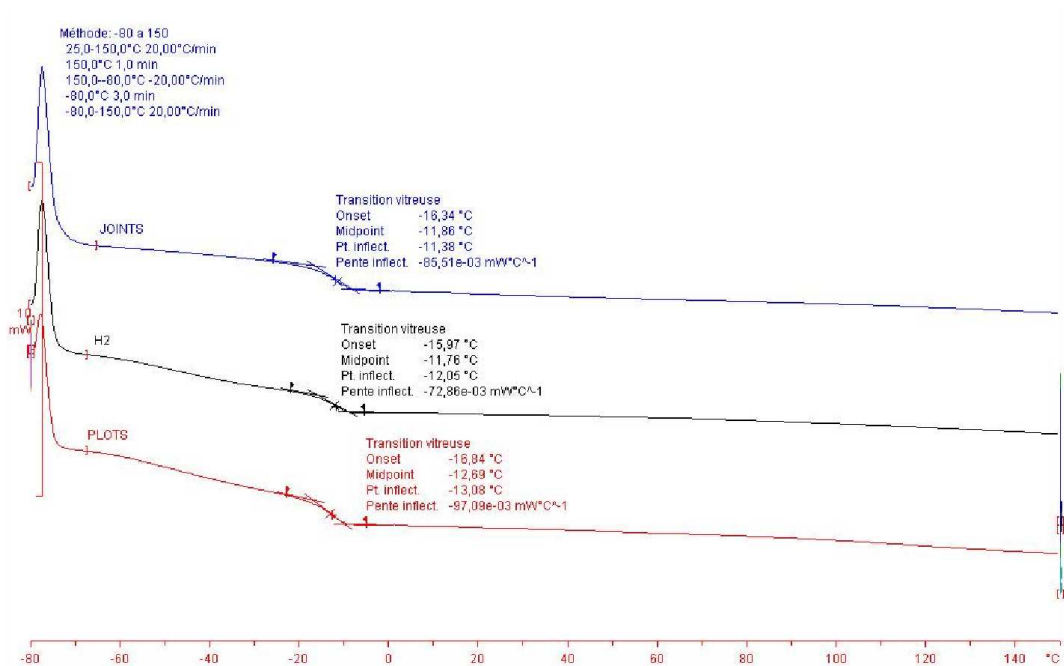


FIG. 1.24 – Température de transition vitreuse pour le plot, le joint et l'éprouvette de traction.

Nous constatons que le joint et l'éprouvette de traction ont une T_g très proche. L'écart observé entre les trois éprouvettes peut être expliqué par une légère différence entre les taux de réticulation de ces éprouvettes.

Taux de gonflement

Le taux de gonflement est un essai couramment mis en oeuvre pour qualifier le taux de réticulation d'un élastomère. Il consiste à étudier l'évolution de la prise de masse et l'évaporation du solvant en réalisant les étapes suivantes.

- Les échantillons sont plongés dans un solvant adapté, durant un certain temps jusqu'à stabilisation de la masse de l'échantillon (figure 1.25), c'est à dire jusqu'à saturation.
- Puis une étape de séchage est réalisée en effectuant régulièrement des pesées jusqu'à stabilisation (norme ISO 1817). Nous avons découpé trois échantillons de masse initiale identique pour chaque type d'éprouvette.

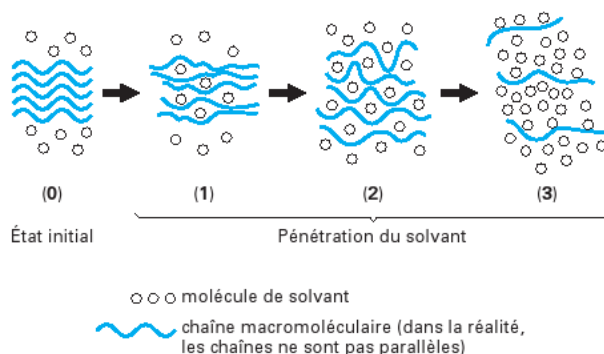


FIG. 1.25 – Schématisation de la pénétration du solvant dans un polymère [Fayolle and Verdu, 2005].

- Le solvant utilisé pour le Viton appartient à la classe des cétones qui est un MIBK (MéthylIso-ButylCétone) ayant une densité de $\rho = 0.801g/cm^3$ et un point d'ébullition de $117 - 118^\circ C$.
- Le matériau est maintenu dans le solvant pendant 30h, puis placé dans une étuve à $80^\circ C$ pendant 8h. La figure 1.26 représente les différentes étapes de gonflement subit par les échantillons.

Le taux de gonflement est quantitativement supposé proportionnel à la variation de masse pour chaque type d'échantillon, à partir de l'équation suivante :

$$\text{variation de masse} = \frac{(M_1 - M_2)}{M_2} * 100 \quad (1.4)$$

où M_1 représente la masse de l'échantillon après immersion dans le solvant et M_2 la masse de l'échantillon après séchage dans une étuve. Les résultats sont consignés dans le tableau 1.7. Nous constatons un taux de réticulation similaire entre le joint et les éprouvettes de traction, déjà observé au cours de la détermination de leur T_g . Cette similitude est logiquement assurée par la post-cuisson quel que soit le procédé de mise en oeuvre utilisé pour la fabrication des éprouvettes.

Par contre, le plot de compression a globalement un taux de gonflement supérieur de 10% correspondant à un taux de réticulation plus faible. Cet écart peut s'expliquer par le fait que les échantillons sont prélevés au coeur du plot, ce qui n'est pas représentatif de la globalité de celui-ci.

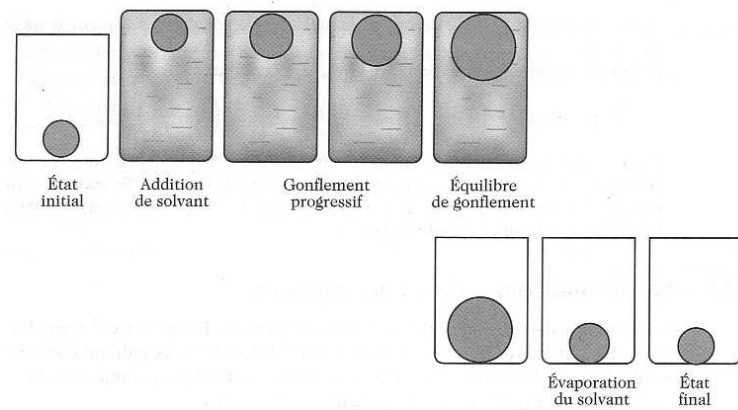


FIG. 1.26 – Gonflement réversible d’une balle de squash par du toluène [Halary et al., 2008].

	M1 (mg)	M2 (mg)	var (%)	Moyenne de la variation (%)
joint1	2485.5	1004.1	147.31	147.44
joint2	2518.6	1009	147.81	
joint3	2467.1	994.5	147.19	
H2 1	2457.3	988.2	146.39	147.02
H2 2	2494.7	995.6	147.79	
H2 3	2413	969.6	146.95	
plot 1	2594.7	1000.1	155.4	156.67
plot 2	2626.1	1009.5	158.83	
plot 3	2504.2	972.3	155.78	

TAB. 1.7 – Taux de gonflement pour les différentes éprouvettes.

1.7 Conclusion

Au vue des différentes propriétés énoncées dans ce chapitre, la caractérisation mécanique et physico-chimique du comportement d'un élastomère est complexe. Il intègre, en effet, un certain nombre de propriétés physico-chimiques et mécaniques comme la température de transition vitreuse, le degré de réticulation, l'hyperélasticité, etc. Ces propriétés s'appliquent également sur l'élastomère fluoré utilisé dans cette étude. Différents types d'essais en températures permettent de mettre en évidence ces comportements. Il apparaît que plus la température diminue, plus les propriétés mécaniques augmentent de manière prononcée.

A travers la caractérisation physico-chimique de l'élastomère-fluoré, nous avons pu observer plusieurs propriétés comme, par exemple, la température de transition vitreuse qui varie de -13°C à -25°C , suivant les moyens de mesure. De plus, nous avons mis en évidence que les différentes éprouvettes utilisées au cours de cette étude (éprouvette de traction de type H2, plot goodrich pour les essais de compression, joint torique) ont une composition et un taux de réticulation similaire.

Dans le chapitre 2, nous présenterons le modèle de comportement choisi pour décrire le comportement mécanique de l'élastomère étudié. Dans un premier temps, l'identification des paramètres matériau de ce modèle est réalisées à température ambiante. Ensuite, nous étudierons l'influence de la température sur ces paramètres matériau.

Chapitre 2

Description du comportement mécanique de l'élastomère fluoré étudié par le modèle d'Hyperélasto-Visco-Hystérésis

On distingue généralement trois grandes méthodes de formulation des lois de comportement des matériaux [Lemaitre and Chaboche, 2001] :

- une approche microscopique : elle vise à réaliser un passage du microscopique au macroscopique à partir d'une modélisation des mécanismes de déformation et de rupture, observées aux échelles atomique et moléculaire. Le comportement macroscopique est déduit d'une intégration ou d'une moyenne des variables microscopiques à l'échelle de l'élément de volume de la mécanique.
- une approche thermodynamique de nature phénoménologique et inductive : elle introduit un milieu continu équivalent au milieu réel et représente les phénomènes physiques microscopiques par des variables internes macroscopiques.
- une approche fonctionnelle (héréditaire) : elle conduit à des lois de type intégral faisant intervenir des fonctions caractéristiques du matériau, exprimées elles aussi en terme de variables macroscopiques. Ces lois sont dites héréditaires car elles introduisent le fait que la réponse ne dépend pas seulement de la sollicitation actuelle, mais aussi de toute son histoire antérieure.

Aucune de ces trois approches ne permet des identifications directes : les variables microscopiques (densité de dislocation, densité de cavités, texture,...) sont difficilement mesurables, et difficilement utilisables dans des calculs pratiques. Les potentiels thermodynamiques sont pratiquement inaccessibles aux mesures. Les variables internes, par définition, ne sont pas directement mesurables. Les fonctions héréditaires nécessitent la connaissance de toute l'histoire des variables observables ce qui pose des problèmes tant d'ordre théorique que expérimental.

La méthode phénoménologique globale consiste à étudier l'élément de volume de matière au travers des relations de cause à effet qui existent entre les variables physiquement accessibles. Elle constitue les entrées et les sorties des processus étudiés. On détermine ainsi les réponses du matériau à des entrées spécifiques. Les lois de comportement phénoménologique sont largement étudiées car elles permettent d'obtenir des outils efficaces pour des pièces industrielles. C'est ce type d'approche qui sera utilisée pour tenter de prédire le comportement mécanique de notre matériau.

Dans ce chapitre, nous présenterons le modèle de comportement phénoménologique Hyperélasto-Visco-Hystérétique utilisé pour reproduire le comportement du matériau analysé. Dans un premier temps, nous aborderons la description de la décomposition de la contrainte appliquée en se basant sur la littérature pour en dégager les trois contributions constituant notre modèle. Chacune des contributions est par la suite développée en s'appuyant sur la littérature et les essais expérimentaux qui nous permettront de les mettre en évidence afin d'identifier les paramètres matériau de notre modèle.

2.1 Revue succincte des modèles phénoménologiques pour la représentation mécanique du comportement des élastomères

Le comportement mécanique des élastomères montre un certain nombre de caractéristiques complexes, répertoriées dans la littérature et que nous avons déjà citées dans le chapitre 1. Pour de faibles déformations, les élastomères se comportent comme un matériau élastique linéaire. Pour les grandes déformations, ils présentent un comportement élastique non linéaire ([Cantournet et al., 2009]). L'effet de la dépendance à la vitesse de déformation est révélé par les essais de fluage et de relaxation ainsi que par les essais de chargement cyclique. Dans le cas de chargement cyclique, des boucles d'hystérésis se forment lors du déchargement. Un phénomène d'équilibre hystérétique a été mis en évidence par Lion [Lion, 1996a] à l'aide d'essais de chargement interrompu par des périodes de relaxation. De plus, les élastomères chargés présentent un adoucissement de la contrainte dès le premier cycle de chargement, appelés effet Mullins [Mullins, 1947, Dorfmann and Ogden, 2004, Diani et al., 2006a, Cantournet et al., 2009]. Nous allons, par la suite, tenter de tenir compte de ces différents phénomènes pour reproduire le comportement de l'élastomère-fluoré étudié. Dans cette étude, nous nous intéressons seulement au premier cycle de chargement. De ce fait, nous intégrons l'effet Mullins dans le comportement simulé en n'ayant pas de vocation pour simuler les autres cycles.

Dans la littérature, les auteurs s'appuient essentiellement sur ces données expérimentales pour dégager un modèle permettant de prendre en compte les différents phénomènes observés. Classiquement, pour traiter le comportement des élastomères par une loi de type phénoménologique, plusieurs auteurs utilisent une décomposition du gradient de déformation ou de la déformation. Pour les modèles viscoélastiques, il est souvent considéré une décomposition multiplicative du gradient de déformation en une partie élastique et une partie inélastique initialement proposée par Green et Tobolsky [Green and Tobolsky, 1946]. Elle fut approfondie par Sidoroff [Sidoroff, 1975a, Sidoroff, 1975b] et Lubliner [Lubliner, 1985]. L'énergie libre de ce système est séparée en une partie équilibrée et l'autre non équilibrée donnée par la contrainte d'équilibre élastique et la viscosité induisant de l'overstress [Huber and Tsakmakis, 2000].

Motivé par les observations expérimentales, Lion [Lion, 1996a] propose un modèle constitutif où la contrainte totale σ est composée de la somme de la contrainte d'équilibre σ_{eq} et de l'overstress σ_{ov} (contrainte dépendante de la vitesse de déformation) :

$$\sigma = \sigma_{eq} + \sigma_{ov} \quad (2.1)$$

L'idée physique derrière cette décomposition est de relier les propriétés matériau dé-

pendantes de la vitesse de déformation, c'est-à-dire l'overstress, et les propriétés indépendantes de la vitesse de déformation qui sont la contrainte d'équilibre. Cette démarche a été appliquée en suivant plus ou moins cette formulation, par plusieurs auteurs [Lion, 1997, Reese and Govindjee, 1998, Haupt and Sedlan, 2001, Krempl and Khan, 2003, Laiarinandrasana et al., 2003, Amin et al., 2006] et bien d'autres non cités.

Mais de plus en plus d'auteurs suivent une nouvelle approche basée sur la décomposition de la contrainte globale en plusieurs contributions afin de considérer un certain nombre de phénomènes. On peut citer pour les polymères et les élastomères [Miehe and Keck, 2000, Lin and Schomburg, 2003, Besdo and Ihlemann, 2003, Hasanpour and Ziaei-Rad, 2008, Hasanpour et al., 2009, Gracia et al., 2010].

Nous décrivons les différentes contributions considérées par plusieurs auteurs [Lion, 1996a, Miehe and Keck, 2000, Gracia et al., 2010] les amenant à considérer :

- le cas où il y a absence de dépendance à la vitesse de déformation et pas d'hystérésis statique ; la contrainte est alors dépendante de la loi élastique pour caractériser des déformations élastiques importantes,
- le cas où il y a présence de la dépendance à la vitesse de déformation tel que les phénomènes de relaxation et fluage, mais absence de l'équilibre d'hystérésis ; la contrainte est une fonction dépendante de la vitesse de déformation, mais la contrainte équilibrée est donnée par la relation élastique soit l'overstress viscoélastique,
- le cas où il y a absence de dépendance à la vitesse de déformation, où de manière équivalente la vitesse de déformation tend vers 0, la contrainte est déterminée par une fonction indépendante de la vitesse de déformation, de l'histoire des déformations, associée à l'état d'équilibre en relaxation, soit le comportement élastoplastique,
- dans la plupart des cas, la contrainte totale correspond à une fonction dépendante de la vitesse de déformation incluant une dépendance non linéaire à la vitesse de déformation ainsi que l'équilibre d'hystérésis, soit un comportement viscoplastique.

Afin de modéliser l'effet Mullins certains auteurs [Lion, 1996a, Miehe and Keck, 2000, Marckmann et al., 2002, Laiarinandrasana et al., 2003, Lin and Schomburg, 2003, Diani et al., 2006a] ajoutent, de plus, un modèle d'endommagement basé, par exemple, sur le modèle de Bueche [Bueche, 1961] pour prendre en compte ce phénomène dans la représentation du comportement du matériau.

Nous présentons, dans ce qui va suivre, le principe de la décomposition des contraintes que nous avons appliqué pour notre modèle.

2.2 Décomposition du modèle Hyperélasto-Visco-Hystérique

Notre approche, pour la caractérisation de la loi de comportement du matériau, est de type phénoménologique [Blès, 2002]. Cette démarche phénoménologique est caractérisée par des choix théoriques liés aux phénomènes physiques mis en jeu. Les bases de données expérimentales disponibles et les observations aux échelles pertinentes permettent de détecter un certain nombre de phénomènes physiques de base qui gouvernent le comportement macroscopique des matériaux étudiés. Une approche théorique basée sur une démarche phénoménologique consiste à identifier les phénomènes physiques essentiels et à les superposer pour décrire le comportement macroscopique global du matériau.

Nous supposons que la puissance interne mise en jeu [Pegon, 1988, Favier, 1988, Blès, 2002] qui se manifeste en réponse aux sollicitations externes, est décomposée en 3 contributions phénoménologiques classiques : élastique, c'est-à-dire réversible instantanément ; non réversible visqueuse, c'est-à-dire dépendant de la vitesse de déformation ; et non réversible non visqueuse caractérisant l'hystérésis. La décomposition est choisie additive comme il est courant dans les équations de bilan thermodynamique.

D'une manière générale une puissance interne vaut par unité de volume le produit de la vitesse de déformation D (grandeur à priori mesurable à tout instant) avec une grandeur duale "la contrainte" (à priori beaucoup plus difficile à mesurer directement). Ce produit induit naturellement une décomposition additive du terme duale dont chaque élément est sensé représenter une contribution physique particulière.

Nous supposons donc la décomposition suivante :

$$\begin{aligned} \mathcal{P}_{int} &= \mathcal{P}_e + \mathcal{P}_v + \mathcal{P}_h & (2.2) \\ \int_{\Omega} (\sigma : D) dv &= \int_{\Omega} (\sigma_e : D) dv + \int_{\Omega} (\sigma_v : D) dv + \int_{\Omega} (\sigma_h : D) dv \\ &= \int_{\Omega} ((\sigma_e + \sigma_v + \sigma_h) : D) dv \end{aligned}$$

La contrainte totale appliquée au matériau est le résultat de la superposition des contraintes hyperélastique σ_e , viscoélastique σ_v et hystérésis σ_h . Chacune de ces contributions souligne le résultat du processus physique qui se produit pendant le chargement mécanique. Pour modéliser le comportement mécanique Hyperelasto-Visco-Hystérétique (HVH) du matériau, nous avons donc pris en compte la somme des trois contraintes :

$$\sigma = \sigma_h + \sigma_e + \sigma_v \quad (2.3)$$

Classiquement, les modèles viscoélastiques reproduisent certains phénomènes hystérétiques, mais le modèle HVH distingue les comportements visco-élastique et hystérétique non-visqueux. Le comportement d'hystérésis pure σ_h modélise l'irréversibilité du comportement du matériau. C'est une fonction des déformations actuelles ε et de son histoire entre un état de référence r et le temps actuel t . La contrainte σ_v représente le comportement viscoélastique du matériau qui est une fonction de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ et de son intégration. La contribution σ_e caractérise le comportement élastique, non linéaire. Elle est représentée par un potentiel thermodynamique hyperélastique qui dépend, dans le cas d'un matériau isotrope (ce qui sera le cas supposé de ce travail), des invariants du tenseur des déformations. La figure 2.1 illustre cette décomposition pour un cas unidimensionnel, proposant un schéma du modèle phénoménologique Hyperélasto-Visco-Hystérétique. Chaque contribution est représentée par un modèle rhéologique symbolique.

Ces différentes contributions en contrainte peuvent être illustrées qualitativement sur la figure 2.2 à travers un essai expérimental de compression interrompu par des relaxations sur l'élastomère étudié. Cet essai est obtenu en imposant à différents niveaux de déformation des temps de relaxation. Nous avons réalisé une simulation de cet essai afin d'observer les différentes contributions du modèle. Chaque contribution σ_e , σ_v , σ_h , et la contrainte globale σ sont représentées en terme de contrainte PK1 en fonction de l'élongation. La contrainte totale σ (figure 2.2 d) correspond à la somme des contraintes σ_e , σ_v , σ_h représentées sur les figures 2.2 a à 2.2 c.

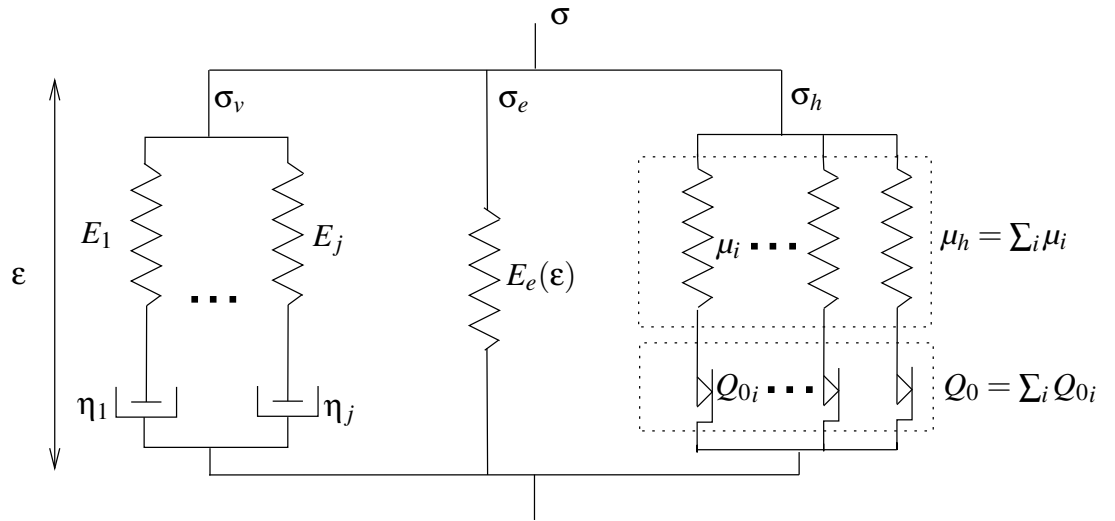


FIG. 2.1 – Schéma symbolique du modèle Hyperélasto-Visco-Hysteresis avec les contributions Hyperélastique, hystérétique et visqueuse.

Contrairement aux modèles hyperélastiques classiques, la représentation de la contribution hyperélastique, dans le modèle HVH, conduit à une boucle lors d'un essai de charge-décharge (voir par exemple les courbes de la contribution hyperélastique 2.2 a) . Ce phénomène provient de la composition additive des contraintes au sein du modèle global. Durant une charge-décharge en traction ou en compression, la contrainte d'hystérésis effectue par construction, un cycle. La contrainte transversale totale doit rester toujours nulle. La contribution hystérétique est de type déviatorique et sa trace est donc nulle. Ceci implique que la composante transverse de la partie hystérétique est égale à : $\sigma_{h \text{ transverse}} = -0.5 \sigma_{h \text{ longitudinale}}$. Cela impose que la contrainte complémentaire à celle d'hystérésis (c'est-à-dire celle d'hyperélasticité) doit-être non nulle et effectuer également un cycle d'intensité de sens contraire de manière à annuler la contrainte transversale globale.

Nous pouvons constater à travers la figure 2.2 a que la contribution hyperélastique σ_e est la contrainte prépondérante au vue de la représentation globale. La contribution visqueuse σ_v (figure 2.2 b) a aussi son importance car elle nous permet de représenter les différentes relaxations imposées au cours de l'essai. Dans ce cas, il est à noter que les points obtenus à la fin de chaque étape de relaxation (correspondant aux lettres *b*, *d*, *j* et *h*) sont coïncidents. Ce phénomène n'est pas observé avec la contribution hystérétique σ_h (figure 2.2 c) ce qui permet d'obtenir la représentation finale de la contrainte σ sur la figure 2.2 d. Cet essai mécanique de compression interrompu par des étapes de relaxation proposé initialement par Lion [Lion, 1996a] est donc un cas intéressant pour discriminer les différentes contributions du modèle HVH. Il nous servira particulièrement lors de l'identification des paramètres matériau de ce modèle.

Dans ce qui va suivre, nous détaillerons les essais réalisés qui nous ont permis de mettre en évidence les différentes contributions. Nous allons ainsi identifier les paramètres du modèle. De plus, nous nous appuyerons sur la littérature pour représenter ces contributions d'un point de vue numérique.

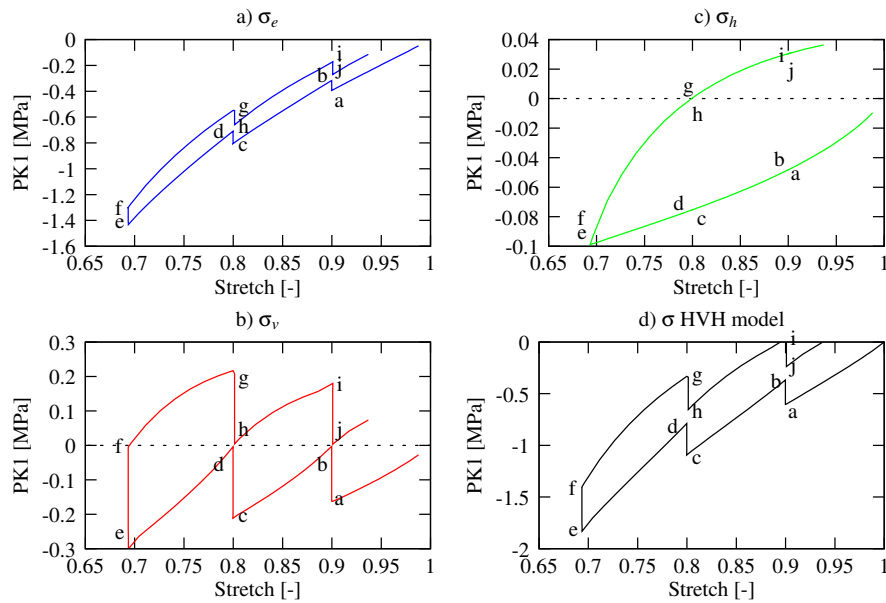


FIG. 2.2 – Représentation des trois contributions du modèle HVH pour un essai de chargement en compression interrompu par des relaxations sur le matériau étudié.

2.3 Caractérisation du matériau par des essais de chargement cyclique

La contribution hyperélastique est détaillée dans cette partie en rappelant de façon succincte quelques modèles phénoménologiques existant dans la littérature. Dans un premier temps, nous présentons les essais de chargement cycliques en traction et compression qui nous ont permis de mettre en évidence différents phénomènes présents dans notre matériau, en premier lieu l'hyperélasticité.

2.3.1 Conditions expérimentales

Des essais cycliques en traction et en compression ainsi que des essais de relaxation ont été effectués sur une machine de traction INSTRON 4505, équipée d'une cellule de force de 1kN.

Pour les essais de traction, une caméra a été utilisée [Thuillier and Manach, 2009] pour l'acquisition des déformations locales de l'échantillon. Trois tâches de différentes tailles sont appliquées au milieu de la zone utile de notre éprouvette de traction de type *H2* comme l'indique la figure 1.21b. Durant les essais, la caméra enregistre la position réelle des trois points. La définition de deux vecteurs joignant ces points permet de calculer le tenseur de déformation dans le plan d'Almansi et d'en déduire les élongations dans le sens de la traction.

Dans le cas des essais de compression, un lubrifiant a été utilisé afin de réduire les frottements entre le plot goodrich et les plateaux de compression. Pour chaque test, au moins trois essais ont été réalisés pour vérifier la reproductibilité de la réponse du matériau. Un seul de ces essais est retenu pour être représentatif du comportement du matériau.

2.3.2 Essais cycliques de charge/décharge en traction et compression

Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation de $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ initiale correspondant à une vitesse de déplacement de 5 mm/min. Les réponses du matériau sont indiquées en termes de contrainte nominale de Piola-Kirchoff 1 ($PK1 = F/S_0$) en fonction de l'élongation ($\lambda = l/l_0$) sur les figures 2.3 à 2.8.

Les essais cycliques en traction consistent à charger jusqu'à 50% de déformation et décharger successivement un échantillon, cela trois fois de suite (figure 2.3). Des essais similaires ont été réalisés en compression jusqu'à 30% de déformation (figure 2.4).

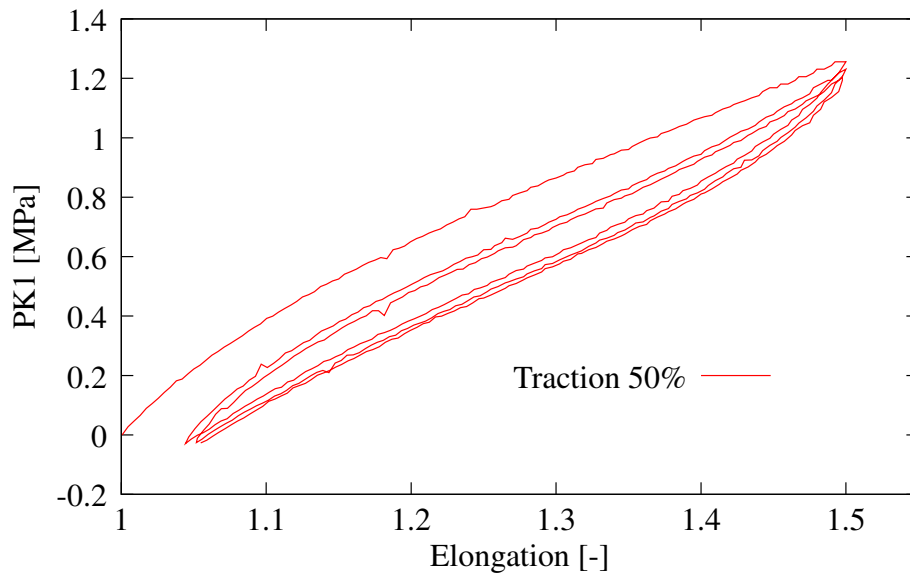


FIG. 2.3 – Essais de traction cyclés pour 50% de déformations imposés.

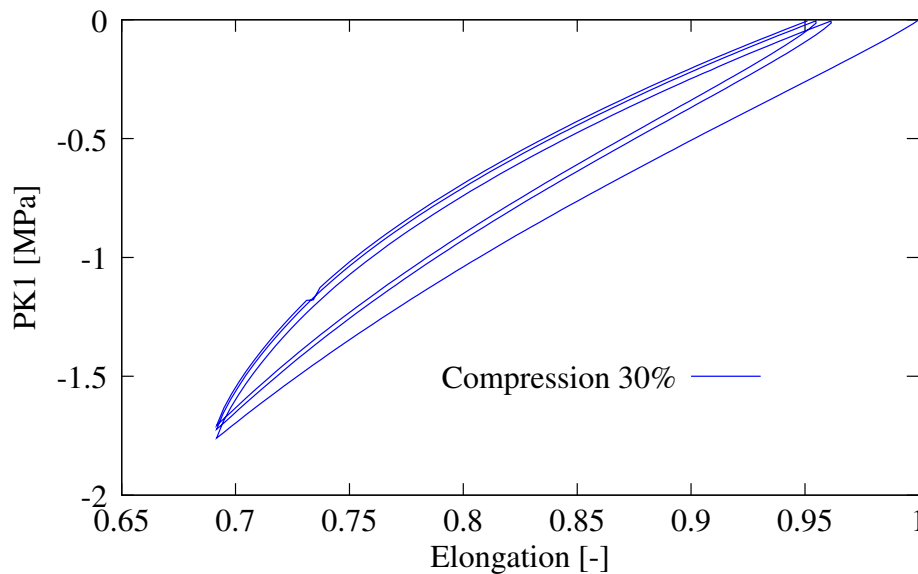


FIG. 2.4 – Essais de compression cyclés pour 30% de déformations imposés.

Les élastomères sont des matériaux réticulés dans le but de former un réseau tridimensionnel avec un taux de pontage suffisamment bas pour ne pas gêner de manière significative le mouvement des chaînes. Sous sollicitation, les chaînes glissent entre elles sauf au niveau des pontages chimiques. Ces derniers donnent au matériau une "mémoire de forme" qui est à l'origine de la quasi-réversibilité de la déformation. Ce faible nombre de pontages chimiques et le déploiement des longues chaînes confère aux élastomères une élasticité impressionnante. L'hyperélasticité dont font ainsi preuve les élastomères permettent d'allonger de façon réversible (figure 2.3 et 2.4) de plusieurs fois sa longueur. Dans notre étude, nous ne souhaitons pas tester la capacité d'allongement du matériau. Lors de la déformation, le réseau se réorganise et l'entropie diminue ce qui se traduit par une élévation de la température. Lorsque l'effort diminue, les chaînes se contractent et l'élastomère se refroidit simultanément.

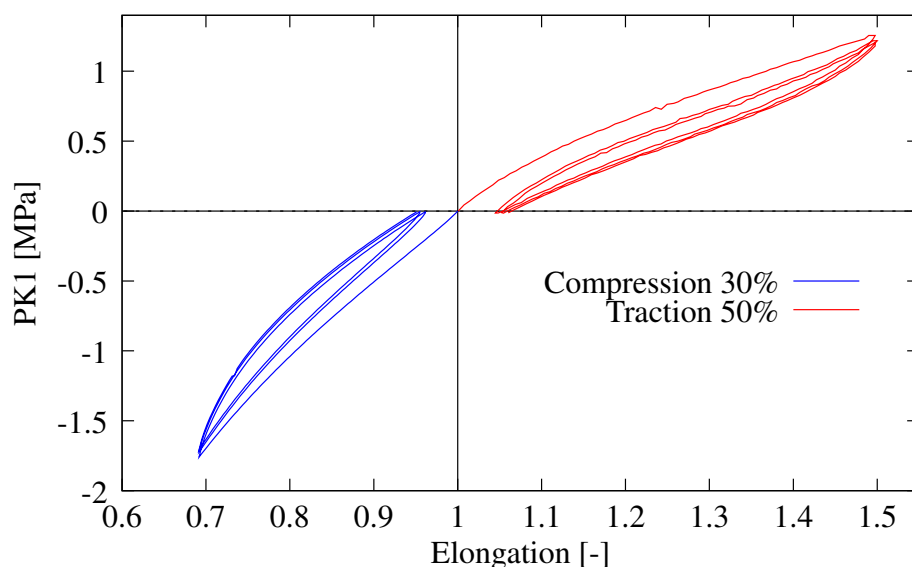


FIG. 2.5 – Essais de traction et de compression cyclés.

D'après la figure 2.5, une comparaison entre l'essai de traction et compression montre également que le matériau présente une évolution non-linéaire différente en traction et en compression. A partir d'un niveau de déformation important, pour notre matériau vers 35-40% de déformation en traction, une zone de raidissement apparaît. Quelque soit le matériau étudié, ce raidissement est principalement dû à l'alignement des chaînes du réseau. Par contre, pour certains matériaux vient s'ajouter de la cristallisation sous contrainte.

Le phénomène de "cristallisation sous contrainte" peut apparaître pour les grandes déformations sur le caoutchouc naturel et sur certains élastomères [Beatty and Davies, 1950]. Dans des conditions mécaniques particulières, les molécules tendent à s'aligner parallèlement à la direction de traction, entraînant ainsi la formation de petits cristaux. Ce phénomène peut s'observer par diffraction aux rayons X [Beatty and Davies, 1950]. L'orientation des molécules et la cristallisation associée produisent une élévation du point de fusion du polymère. Pour les élastomères, les cristaux formés sous contrainte jouent le rôle de point de réticulation, empêchant les chaînes de glisser les unes par rapport aux autres. Le caoutchouc naturel acquiert ainsi une bonne élasticité et une raideur d'autant plus grande que les cristaux sont nombreux. La cristallisation sous contrainte constitue une des causes de raidissement aux forts taux d'élongation. Deux essais ont été réalisés sur un caoutchouc naturel sur la figure 2.6, le premier étant un chargement monotone et le suivant

un chargement successif pour différents taux de déformation. Nous pouvons constater que ce matériau a un raidissement beaucoup plus accentué pour le chargement monotone lors de cet essai car le matériau cristallise sous la sollicitation.

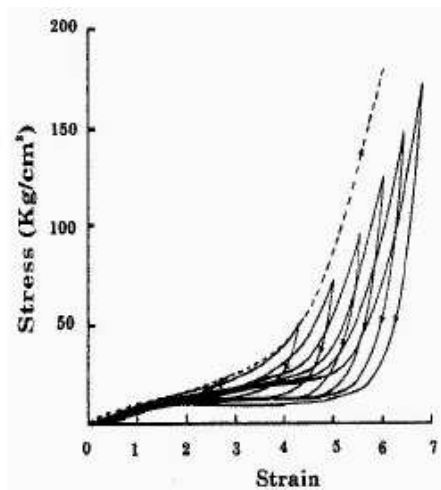


FIG. 2.6 – Courbe d'un caoutchouc naturel cristallisant pour des essais de chargement cyclé successivement ou non en terme de contrainte en fonction de la déformation [Harwood et al., 1967].

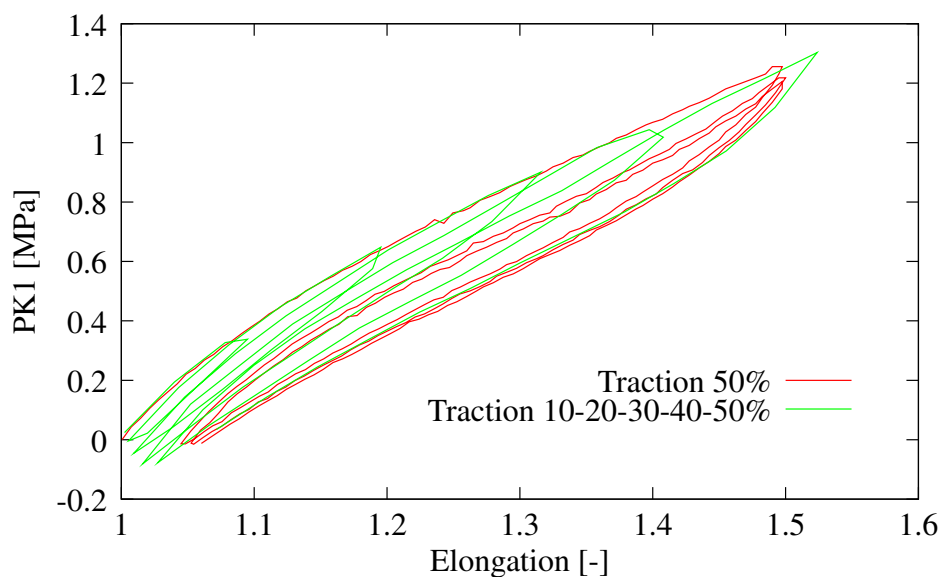


FIG. 2.7 – Essais de traction cyclés pour différents taux de déformations imposés.

Sur les figures 2.7 et 2.8, des essais similaires à ceux de Harwood [Harwood et al., 1967] ont été réalisés en traction pour des taux de déformations successives de 10%, 20%, 30%, 40% et 50% et de même en compression jusqu'à 30% de déformation. Ces essais sont comparés aux chargements monotones en traction et en compression. Le chargement successif suit l'évolution de l'essai monotone que ce soit pour les essais de traction ou de compression. Au vue des constatations expérimentales et des informations bibliographiques, nous pouvons dire que notre matériau ne cristallise pas sous contrainte pour les niveaux de déformation testés.

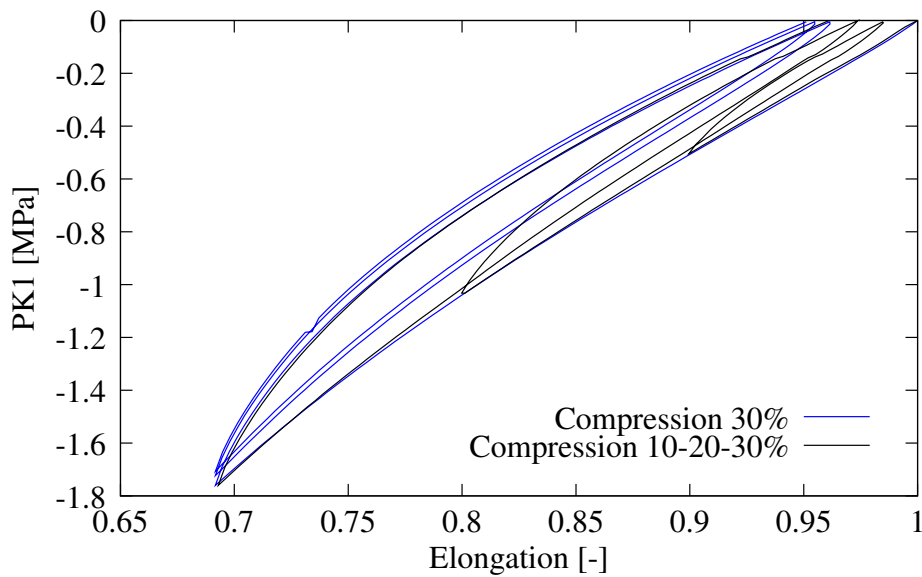


FIG. 2.8 – Essais de compression cyclés pour différents taux de déformation imposés.

Lorsque notre élastomère est sollicité de manière cyclique (figure 2.3), on peut observer une diminution de la charge d'un cycle à un autre, pour une même elongation. Ce phénomène, plus ou moins réversible, est connu sous le nom d'adoucissement sous contrainte ou d'accommodation ou encore d'effet Mullins [Mullins, 1947]. Tous les élastomères chargés ou non, vulcanisés ou non, présentent ce phénomène d'adoucissement dès le premier cycle de chargement avec une importance plus ou moins grande pour les élastomères contenant des charges. La plus grande part de l'adoucissement se produit au cours du premier cycle de chargement, mais cet adoucissement n'est pas aussi significatif que pour d'autre élastomère comme l'High Damping Rubber (HDR) et l'Ethylene-Propylene-Diene-Methyl (EPDM) [Lion, 1996a, Amin et al., 2002, Amin et al., 2006, Diani et al., 2006a]. Un certains nombre d'auteurs [Mullins, 1947, Dorfmann and Ogden, 2004, Diani et al., 2006a, Cantournet et al., 2009] ont étudié le comportement des élastomères sous chargements cycliques mettant en évidence l'accommodation de l'élastomère.

Les essais cycliques décrivent de larges boucles suggérant que le matériau présente de la viscosité et/ou de l'hystérésis non visqueuse. A travers les différents éléments observés sur les essais de chargement cyclique en traction et compression, un certains nombres d'auteurs représentent le comportement des élastomères par un comportement viscoélastique sans ce soucier du phénomène d'hystérésis non visqueuse. L'hystérésis est, dans ce cas, complètement représentée par le comportement visqueux. Dans ce travail, nous différencions les phénomènes visqueux et hystérétiques non visqueux ainsi que l'hyperélasticité affichée pour l'élastomère étudié. Il reste néanmoins que la différenciation des comportements visqueux et hystérétique n'est pas aisée et que seuls, certains essais comme par exemple l'essai de traction ou de compression avec des phases de relaxation, permettent de discriminer ces phénomènes. Dans ce qui va suivre, nous allons décrire quelques potentiels hyperélastiques classiquement rencontrés dans la littérature et celui que nous avons choisi pour notre modélisation.

2.4 La contribution hyperélastique

2.4.1 Potentiel hyperélastique et approche thermodynamique

Dans l'approche phénoménologique, le matériau est considéré comme un solide continu. Le comportement du matériau est régi par une relation non linéaire liant les contraintes et les déformations. Ces contraintes sont obtenues par dérivation d'un potentiel de déformation, noté W . En formulation Lagrangienne, ce potentiel s'exprime naturellement par unité de volume non déformé. Ainsi, l'étude du comportement hyperélastique non linéaire des élastomères nécessite la connaissance d'une densité d'énergie de déformation supposée proportionnelle à l'énergie libre par unité de volume.

Classiquement, cette densité d'énergie de déformation est postulée en terme d'invariant de déformation généralement en contrainte ou en déformation [Mooney, 1940, Rivlin, 1956, Ogden, 1972, Attard, 2003]. En utilisant les équations classiques de la thermo-élasticité (premier et second principe de la thermodynamique des milieux continus)[Lemaitre and Chaboche, 2001] et dans le cas des élastomères supposés homogènes, isotropes et incompressibles, la contrainte dérive de la densité d'énergie de déformation par la relation suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} = -p\mathbf{I} + 2\mathbf{B}\frac{\partial W}{\partial \mathbf{B}} \quad (2.4)$$

où p est la pression hydrostatique. Avec l'hypothèse d'isotropie, les densités d'énergie de déformation W sont alors écrites à partir des élongations principales λ_1 , λ_2 et λ_3 (valeurs propres du tenseur des déformations pures) ou très souvent à partir des invariants I_1 , I_2 et I_3 du tenseur des élongations de Cauchy-Green gauche \mathbf{B} . Les invariants s'expriment alors de la manière suivante :

$$I_1 = \text{trace}\mathbf{B} \quad (2.5)$$

$$I_2 = \frac{1}{2}((\text{trace}\mathbf{B})^2 + \text{trace}\mathbf{B}^2) \quad (2.6)$$

$$I_3 = \det\mathbf{B} \quad (2.7)$$

Dans le cas particulier de l'étude en repère principal, les trois invariants peuvent s'exprimer en fonction des élongations :

$$I_1 = \lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 \quad (2.8)$$

$$I_2 = \lambda_1^2\lambda_2^2 + \lambda_1^2\lambda_3^2 + \lambda_2^2\lambda_3^2 \quad (2.9)$$

$$I_3 = \lambda_1^2\lambda_2^2\lambda_3^2 \quad (2.10)$$

On définit aussi les invariants : $J_1 = I_1.I_3^{-1/3}$ et $J_2 = I_2.I_3^{-2/3}$.

Depuis 1940, de nombreux auteurs ont travaillé sur ce sujet. Ils ont proposé différentes formes de densité d'énergie basées sur deux types d'approches, physique et phénoménologique. La première cherche à décrire le comportement du réseau moléculaire du matériau ou les théories des réseaux macromoléculaires [Trealor, 1975, Arruda and Boyce, 1993, Anand, 1996,

Boyce and Arruda, 2000]. La seconde propose des fonctions mathématiques décrivant le comportement global du matériau [Mooney, 1940, Ogden, 1972, Heuillet and Dugautier, 1997]. Dans notre étude nous avons fait le choix d'utiliser l'approche phénoménologique (la seconde approche). De ce fait seul les modèles issus de cette approche seront évoqués. Les modèles présentés par la suite sont issus de la littérature. Classiquement, nous supposons, dans un premier temps lors de cette présentation, un comportement incompressible de l'élastomère. Notre modélisation, par contre, prendra en compte la compressibilité du matériau.

Potentiel de Treloar

Le premier potentiel a été proposé par Treloar en 1944 [Treloar., 1944] sous la forme :

$$W = 1/2\mu(I_1 - 3) \quad (2.11)$$

avec μ le module de cisaillement à l'état initial. Treloar [Treloar., 1944] mena ensuite une série d'essais uniaxiaux et démontra que son modèle était capable de prédire ces expériences avec une précision acceptable.

Potentiel de Mooney-Rivlin

Mooney [Mooney, 1940] et Rivlin [Rivlin, 1949] ont par la suite démontré que la fonction d'énergie de déformation pouvait se mettre sous la forme d'un développement en série où figurent les deux invariants I_1 et I_2 du tenseur des déformations de Cauchy-Green droit :

$$W = \sum_{m,n=0}^i C_{mn}(I_1 - 3)^m(I_2 - 3)^n \quad (2.12)$$

avec C_{mn} des constantes ($C_{\infty} = 0$) et i peut prendre des valeurs infinies. Cette équation nous permet de retrouver la forme néo-hookéenne lorsque $m = 0$ et $n = 1$ et le potentiel le plus classique de Mooney-Rivlin à deux paramètres :

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) \quad (2.13)$$

L'équation de Treloar 2.11 apparaît donc comme un cas particulier de l'équation 2.12.

Potentiel de Ogden

En 1972, Ogden [Ogden, 1972] reprit le concept de la méthode des élongations principales et proposa une fonction d'énergie de déformation sous forme d'une combinaison linéaire des invariants telle que :

$$W(\lambda_i) = \sum_n \frac{\mu_n}{\alpha_n} (\lambda_1^{\alpha_n} + \lambda_2^{\alpha_n} + \lambda_3^{\alpha_n} - 3) \quad (2.14)$$

avec $\mu_n, \alpha_n > 0 \forall n = 1$ où les couples α_n, μ_n sont les paramètres matériau du potentiel.

Ogden a ramené les équations des contraintes de Cauchy aux cas particuliers de traction uniaxiale, de cisaillement pur et de traction équi-biaxiale. Dans ces trois exemples, les déformations sont homogènes et les axes principaux ne subissent pas de rotation dans l'espace.

Sur la figure 2.9, on peut observer les résultats obtenus pour les modèles de Mooney-Rivlin et Ogden pour trois modes de chargement sur les courbes expérimentales de Treloar [Treloar., 1944], réalisé par [Arruda and Boyce, 1993].

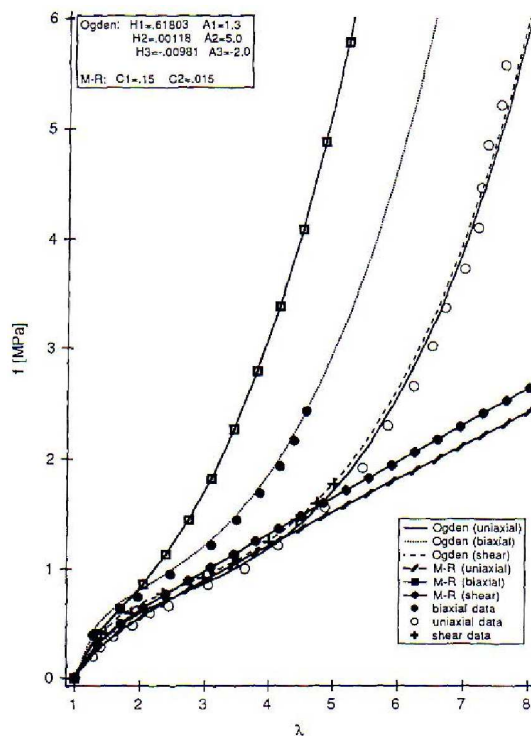


FIG. 2.9 – Comparaison entre les essais expérimentaux de Treloar [Treloar., 1944] en traction uniaxiale, biaxiale et cisaillement, et les modèles de Mooney-Rivlin et Ogden [Arruda and Boyce, 1993].

Pour le modèle de Mooney-Rivlin, on peut constater qu'il offre une certaine limite pour représenter le raidissement du matériau. Par contre, jusqu'à une élongation de 2, les résultats sont tout à fait corrects. Pour le modèle de Ogden, la corrélation est bonne pour des déformations principales inférieures à 2, par l'ajustement du paramètre α . Mais en ajoutant un deuxième terme dans la loi constitutive, un choix judicieux des deux paramètres α_1 et α_2 lui permet d'approximer les courbes expérimentales jusqu'au grandes déformations avec une très bonne précision pour les chargements en traction uniaxiale et cisaillement pur. Un troisième terme est nécessaire pour reproduire les essais de traction biaxiale. Il faut rappeler que les lois d'Ogden sont rapidement instables car le potentiel n'est pas systématiquement convexe et ces lois sont principalement utilisées pour de faibles nombres de paramètres [Marckmann and Verron, 2006].

Potentiel de Hart-Smith

Hart-Smith [Hart-Smith, 1966] a cherché à déterminer les fonctions mathématiques les plus à même de décrire les dérivées de l'énergie de déformation par rapport aux invariants sur une large gamme de déformations. Il a proposé des fonctions exponentielles et logarithmiques.

Le potentiel proposé, par Hart-Smith, suppose que le matériau est isotrope et incompressible :

$$W = C_1 \int_3^{J_1} \exp [C_3(J_1 - 3)^2] dJ_1 + C_2 \log \left(\frac{J_2}{3} \right) \quad (2.15)$$

où C_1 , C_2 et C_3 sont les paramètres matériau.

Le premier terme permet de décrire le comportement global du matériau avec notamment le phénomène de raidissement tandis que le second terme permet de reproduire la courbure à l'origine du matériau. Ce modèle fut le premier capable de décrire le raidissement en gardant une formulation en invariant avec un nombre de paramètres limité. Ce modèle a aussi été retenu par [Chagnon, 2003]. Il offre une représentation pertinente du comportement hyperélastique des élastomères.

2.4.2 Choix du potentiel hyperélastique du modèle HVH

Nous avons pu voir qu'il existe différents modèles hyperélastiques basés sur les lois de comportement phénoménologique où un certain nombre de paramètres matériau sont à identifier. Nous avons testé différents potentiels hyperélastiques afin de choisir celui qui représente au mieux le comportement de notre matériau.

Avant de présenter cette comparaison, il est important de signaler que nous avons modifié les potentiels classiques présentés auparavant en ajoutant la prise en compte de la compressibilité du matériau. En effet, classiquement, les élastomères sont souvent considérés comme des matériaux incompressibles en raison de leurs grandes capacités à se déformer sans subir de changement de volume. Toutefois, lorsque la pièce est utilisée dans un environnement confiné, cette hypothèse peut entraîner des erreurs de modélisation non négligeables. Il est alors préférable d'ajouter une contribution volumique au modèle.

Plusieurs auteurs [Peng and Landel, 1975, Ogden, 1976, VanDenBogert and DeBorst, 1994, Attard and hunt, 2004, Ghaemi et al., 2006] ont pris en compte la variation de volume ou la compressibilité du matériau dans leurs travaux sur la modélisation des élastomères. Cette possibilité de compressibilité est d'ailleurs également prise en compte dans le logiciel Abaqus [Abaqus, 2007]. L'énergie de densité de déformation est alors décomposée en deux parties [Attard and hunt, 2004], W_{incomp} associé à l'énergie de déformation incompressible et W_{comp} associé à l'énergie de déformation compressible ou au changement de volume spécifique :

$$W = W_{incomp} + W_{comp} \quad (2.16)$$

Pour notre part, nous supposons une décomposition additive du potentiel hyperélastique en deux parties, une déviatorique et l'autre volumique [Moreau, 2000] :

$$W = W_d(J_1, J_2) + W_v(I_3) \quad (2.17)$$

La partie déviatorique $W_d(J_1, J_2)$ s'exprime à l'aide du potentiel de Hart-Smith avec l'équation 2.15 ou de Mooney-Rivlin avec l'équation 2.13.

La partie volumique $W_v(I_3)$ [Moreau, 2000, Abaqus, 2007] s'exprime :

$$W_v(I_3) = \frac{K}{2} (V - 1)^2 \quad (2.18)$$

où K le module de compressibilité et $J_3 = I_3 = V^2$, avec V le changement relatif de volume.

Nous ne présenterons ici que le potentiel de Mooney-Rivlin et celui de Hart-Smith pour lesquels les résultats sont relativement probants. Les identifications ont été réalisées sur des essais de traction et compression pour une seule boucle de chargement. Dans le cadre d'utilisation prévu du matériau (industriel par exemple) nous ne nous intéressons qu'au premier cycle de chargement. Cela implique l'intégration de l'effet Mullins pour notre matériau non stabilisé.

Sur les figures 2.10 et 2.11, nous avons comparé les deux potentiels hyperélastiques, Mooney-Rivlin et Hart-Smith sur les courbes expérimentales de traction et compression. Le module de compressibilité est fixé à 2700 MPa. Les paramètres matériau obtenus pour ces deux potentiels sont récapitulés dans le tableau 2.1 :

Potentiel de Mooney-Rivlin	Potentiel de Hart-Smith
$C_{01} = 0.29 \times 10^{-9}$ MPa	$C_1 = 0.346$ MPa
$C_{10} = 0.401$ MPa	$C_2 = 0.1$ MPa
	$C_3 = 0.638$

TAB. 2.1 – Coefficients matériaux des potentiels hyperélastiques de Mooney-Rivlin et de Hart-Smith.

Afin de représenter le comportement de la première boucle de chargement en traction et en compression du matériau nous avons imposé une contribution visqueuse et une contribution hystérétique constantes et identiques pour les deux sens de sollicitation (tableau 2.2). Le rôle de ces deux contributions sera expliqué dans la suite de ce manuscrit.

1 ^{ère} branche de Maxwell	2 nd branche de Maxwell	Hystérésis
$E_1 = 2.554$ MPa	$E_2 = 0.789$ MPa	$n_p = 0.1$
$\nu_1 = 0.45$ MPa.s ⁻¹	$\nu_2 = 0.45$ MPa.s ⁻¹	$\mu = 0.5$ MPa
$\eta_1 = 33.24$ MPa.s ⁻¹	$\eta_2 = 159.115$ MPa.s ⁻¹	$Q_0 = 0.384$ MPa

TAB. 2.2 – Paramètres matériaux visqueux et hystérétiques imposés.

Nous pouvons constater qu'en compression il y a très peu de différence entre les prédictions des deux modèles. En revanche, en traction, une nette différence est affichée entre les résultats de ces deux modèles. En effet, seul le modèle de Hart-Smith permet de représenter le début de raidissement observé sur la courbe expérimentale. De ce fait, ce modèle a été choisi puisqu'il offre un bon compromis entre le nombre de paramètres matériau et la représentation du raidissement.

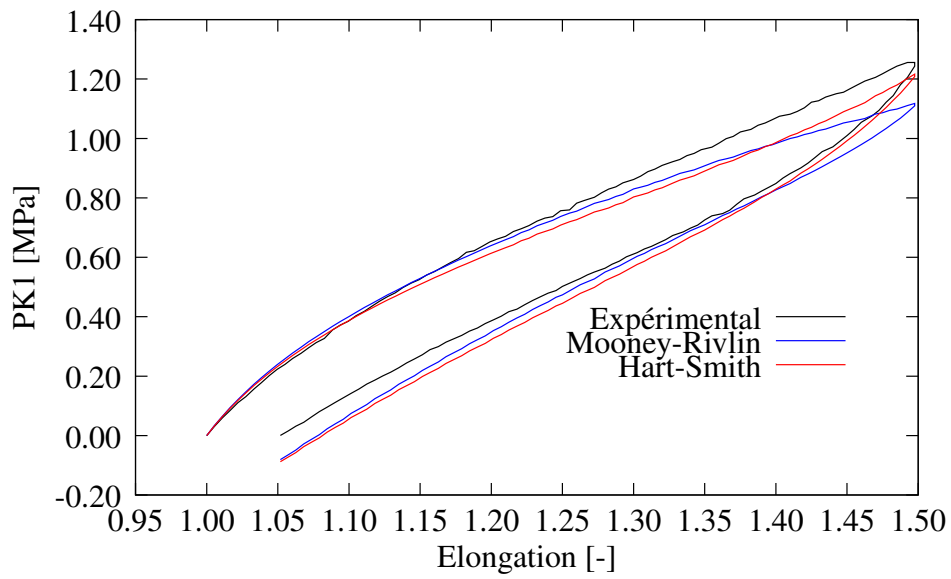


FIG. 2.10 – Comparaison des potentiels de Mooney-Rivlin et Hart-Smith sur l'essai de traction.

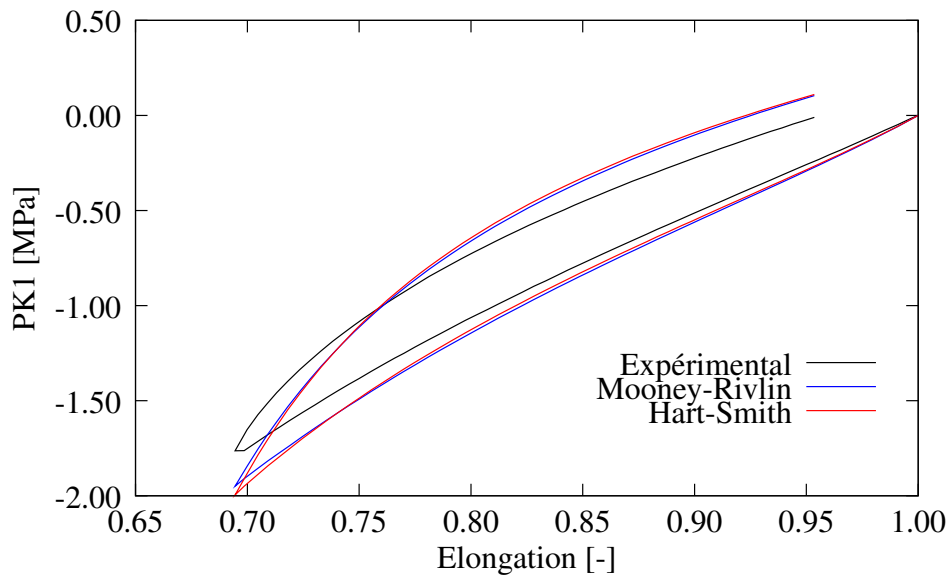


FIG. 2.11 – Comparaison des potentiels de Mooney-Rivlin et Hart-Smith sur l'essai de compression.

2.5 La contribution visqueuse

Les polymères présentent des phénomènes dissipatifs associés à l'élasticité que l'on peut traduire par de la viscosité et de l'hystérésis non visqueuse. La théorie de la viscoélasticité permet de rendre compte des évolutions réversibles fonction du temps. Dans un premier temps, nous présentons les essais expérimentaux réalisés qui nous ont permis de mettre en évidence la présence de viscosité dans le matériau. Il s'agit d'essais cycliques fonctions de la vitesse de déformation ainsi que d'essais de relaxation. Différents types de modèles existent. Nous présentons les plus intéressants, permettant de décrire le comportement visqueux d'un matériau. Nous expliciterons plus particulièrement le modèle de comportement visqueux choisi pour cette étude.

2.5.1 Evolution de la viscosité à travers les essais expérimentaux réalisés

Les élastomères intègrent classiquement une composante viscoélastique. C'est-à-dire que leur réponse à un chargement mécanique, en terme de déformation, dépend de la vitesse de sollicitation. Il existe un retard entre la contrainte imposée et la déformation. Ce retard est causé par les frottements entre les chaînes macromoléculaires. La dépendance au temps, et plus particulièrement à la vitesse de déformation [Ward and Hadley, 1993], est mise en évidence, en général, par deux essais classiques : le fluage et la relaxation. Un essai de fluage est un essai au cours duquel le matériau testé est soumis à une force constante, la variation de la déformation au cours du temps indique le caractère visqueux du matériau. Pour un essai de relaxation, c'est la déformation qui est maintenue constante au cours du temps, la viscosité entraîne une diminution de la force de réaction.

Dans notre étude nous avons mis en évidence le phénomène de viscosité en réalisant des essais de compression à différentes vitesses de sollicitation. Ce phénomène a aussi été révélé à l'aide des essais de relaxation en traction et en compression.

Influence de la vitesse de déformation

Les essais présentés ont été réalisés dans les conditions expérimentales décrites au paragraphe 2.3.1. Pour étudier l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement du matériau, des cycles de compression ont été réalisés pour quatre vitesses de déplacement constantes de 1.53, 5, 15.3 et 153 mm/min correspondant aux vitesses de déformation initiales de 1×10^{-3} , 3.3×10^{-3} , 1×10^{-2} et $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ respectivement, évaluées par rapport aux dimensions initiales de l'éprouvette. Seul le premier cycle est montré sur la figure 2.12 en terme de PK1 en fonction de l'élongation pour mieux visualiser l'influence de la vitesse de déformation.

Les courbes de la figure 2.12 montrent que plus la vitesse de déformation est importante plus le matériau se rigidifie. Ce phénomène est aussi observé sur les courbes de chargement interrompu par des relaxations (figure 2.13).

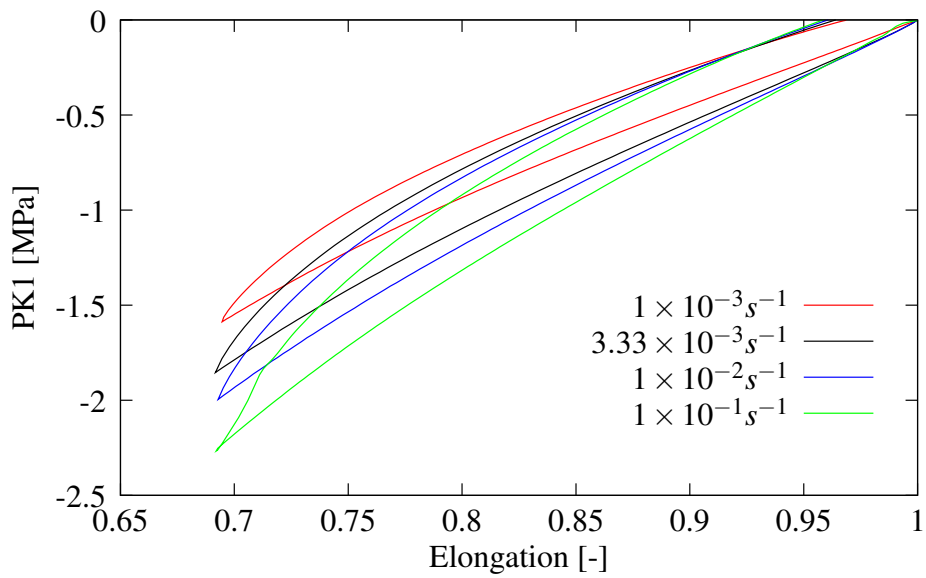


FIG. 2.12 – Influence de la vitesse de déformation appliquée sur la réponse en compression.

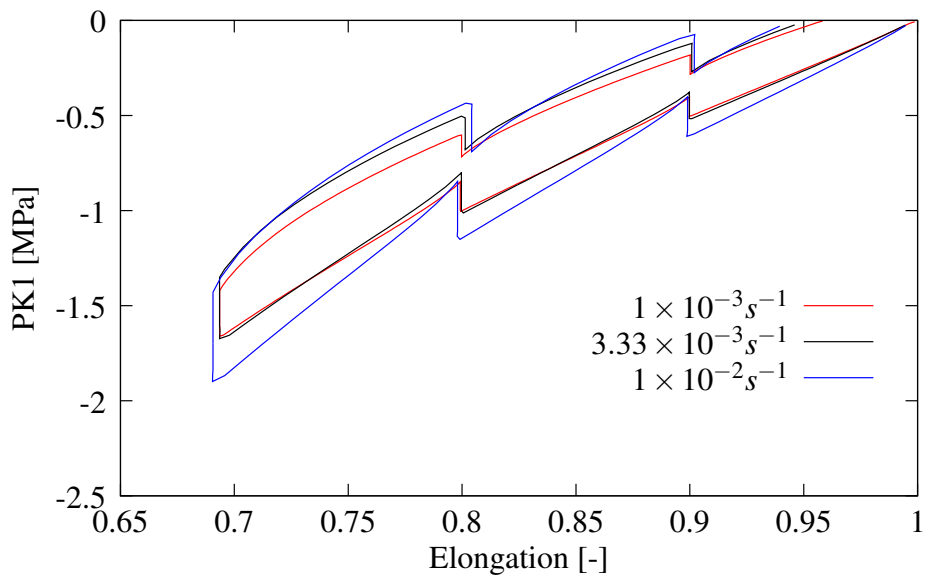


FIG. 2.13 – Influence de la vitesse de déformation sur les courbes de chargement interrompu en compression.

Sur la figure 2.13 nous pouvons observer qu'à chaque fin de relaxation nous atteignons le même niveau de contrainte pour chaque niveau de déformation quelque soit la vitesse de déformation imposée. La zone après relaxation pour chaque niveau de déformation est représentatif des phénomènes non-visqueux, en supposant les temps de relaxation suffisamment longs. Elle n'est donc pas influencée par la vitesse de déformation.

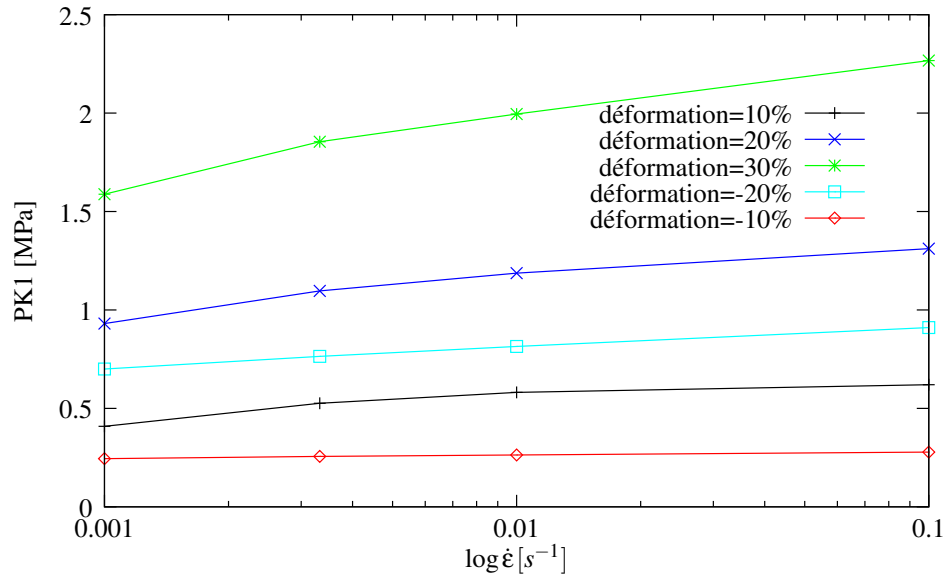


FIG. 2.14 – Evolution de la contrainte nominale en fonction de la vitesse de déformation pour différentes elongations.

La figure 2.14 montre l'évolution de la contrainte $PK1$ en fonction de la vitesse de déformation à des elongations données de 0,9 à 0,7 sont positives pour le chargement et négatives pour le déchargement (-0,8 et -0,9). Ces données sont extraites de la figure 2.12.

Pour une elongation donnée λ , l'effet de la vitesse de déformation sur les contraintes est linéaire pour un diagramme $PK1 - \log \dot{\epsilon}$, cela implique que la partie visqueuse de cet élastomère est non linéaire. De plus, l'évolution des courbes pour chaque vitesse de déformation n'est pas constante et dépend des valeurs de l'elongation. Ce phénomène a aussi été observé par Bergstrom et Boyce pour des déformations beaucoup plus importantes sur d'autres élastomères comme le nitrile ou le chloroprène [Bergström and Boyce, 1998].

Essais de relaxation

Afin de mettre en évidence la viscosité du matériau lors d'un chargement où la vitesse de déformation est nulle, des essais de relaxation ont été réalisés pour différents niveaux de déformation et de conditions de chargement. Ces essais consistent dans un premier temps à charger l'échantillon avec une vitesse de déformation constante de $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ jusqu'à la déformation souhaitée. Ensuite, en gardant cette déformation constante, l'évolution de la contrainte est récupérée en fonction du temps. Le temps de maintien en relaxation est fixé à 900s (soit 15 min) afin de correspondre au temps de charge et décharge pour les essais en traction et compression. Les résultats obtenus sont reportés sur les figures 2.15 à 2.17 en terme de contrainte normalisée de Piola-Kirchhoff $1 \frac{\sigma(t)}{\sigma_0}$ en fonction du temps, avec σ_0 la contrainte au début de la relaxation et $\sigma(t)$ la contrainte au cours de la relaxation.

La figure 2.15 montre la relaxation de la contrainte appliquée au matériau en traction et compression pour une déformation de 30%. Des résultats similaires sont montrés, pour différents niveaux de déformation jusqu'à 40% en compression et 50% en traction, sur les figures 2.16 et 2.17. Toutes les courbes affichent une diminution rapide de la contrainte durant les premières 100s, suivie d'une évolution plus lente qui tend vers une asymptote horizontale au temps longs.

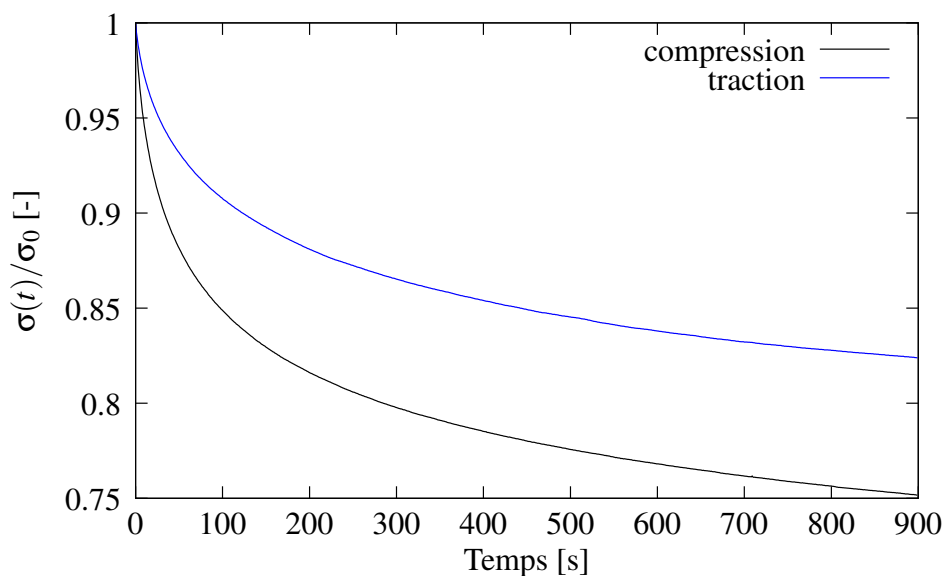


FIG. 2.15 – Essais de relaxation en traction et compression pour 30% de déformation et un temps de maintien de 900s.

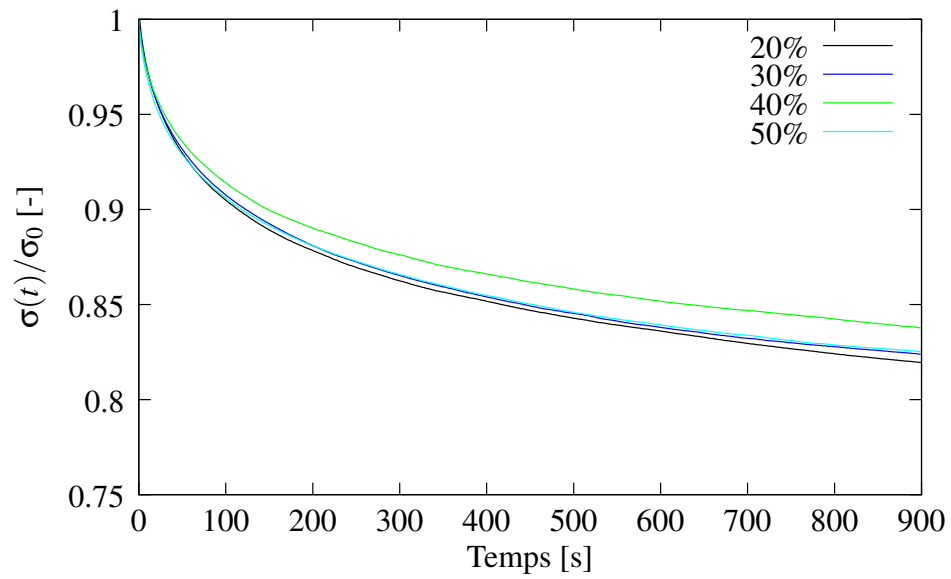


FIG. 2.16 – Essais de relaxation en traction pour des taux de déformation de 20, 30, 40 et 50% suivi d'un temps de relaxation de 900s.

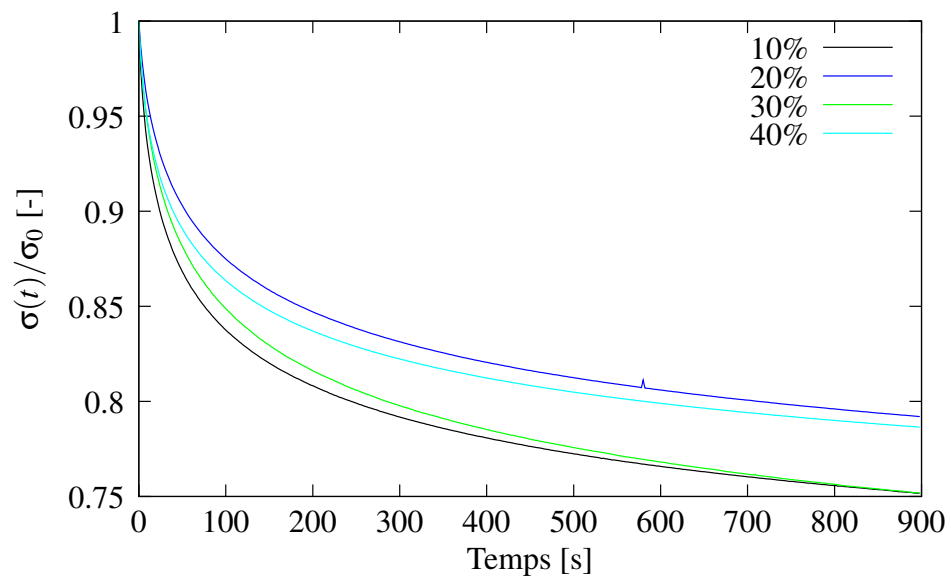


FIG. 2.17 – Essais de relaxation en compression pour des taux de déformation de 20, 30 et 40% suivi d'un temps de relaxation de 900s.

La figure 2.15 montre que la relaxation du matériau est plus prononcée pour un chargement en compression que pour la traction ce qui rend compliqué la prise en compte de la viscosité dans un modèle de comportement unifié. Une explication classique serait la dépendance à la pression (ou au confinement) où l'on considère en effet que durant l'expansion les cavités tendent à s'agrandir d'où un rôle important. Alors qu'en compression elles tendent à se refermer avec un rôle beaucoup plus faible. Les figures 2.16 et 2.17 montrent, en revanche, que les niveaux de déformation imposés semblent ne pas avoir d'influence sur le comportement en relaxation du matériau ce qui suggère que la viscosité de ce matériau est identique dans cette plage de déformation aux faibles vitesses de chargement.

2.5.2 Les modèles visqueux de la littérature

Le principe de superposition de Boltzmann

Le comportement viscoélastique linéaire peut être décrit par le principe de superposition de Boltzmann [Ward and Hadley, 1993, Blès, 2002]. Ce principe suppose une linéarité entre une cause et un effet. Autrement dit, si deux causes agissent en même temps, l'effet obtenu sera l'addition des effets des deux causes isolées. Parallèlement, si une cause est proportionnelle à une autre, son effet aura le même rapport de proportionnalité avec l'effet de l'autre cause :

$$\begin{aligned} effet(cause_1 + cause_2) &= effet(cause_1) + effet(cause_2) \\ effet(\lambda.cause) &= \lambda.effet(cause) \end{aligned}$$

Ce principe est appliqué pour la viscoélasticité où la contrainte peut être prise comme un effet de la cause que représente la déformation et inversement. Supposons que la contrainte soit la cause. Nous considérons alors une contrainte nulle avant la date $t = 0$. Puis la contrainte connaît une évolution. Si cette cause est décomposée en une somme de causes élémentaires, la contrainte totale sera la somme de ces fluages élémentaires. Par le principe de superposition de Boltzmann, la réponse en déformation à la contrainte totale sera la somme des réponses en déformation aux fluages élémentaires :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0.J(t - t_0) \quad (2.19)$$

où $J(u)$ est la fonction de retard ou fonction de fluage.

Ainsi, nous obtenons en fluage :

$$\varepsilon(t) = \sigma_t.J(0) + \int_{0^+}^t \sigma(\tau).J'(t - \tau).d\tau \quad (2.20)$$

Et en relaxation :

$$\sigma(t) = \varepsilon_t.R(0) + \int_{0^+}^t \varepsilon(\tau).R'(t - \tau).d\tau \quad (2.21)$$

où $R(u)$ est la fonction de relaxation.

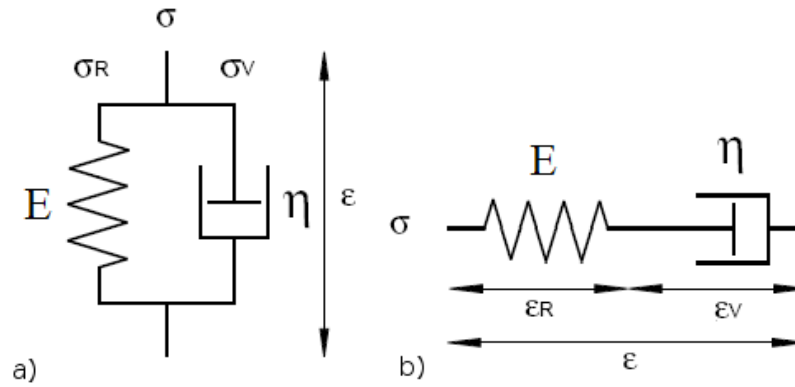


FIG. 2.18 – Schéma du modèle élémentaire de a) Kelvin-Voigt et de b) Maxwell.

La viscosité linéaire : modèle de Maxwell et Kelvin-Voigt, puis généralisé

Le comportement viscoélastique linéaire peut être représenté par un ensemble de modèles basés sur deux éléments, un ressort qui a un comportement élastique linéaire et un amortisseur qui a un comportement visqueux pur. Différentes combinaisons sont possibles à partir de ces deux éléments. Les modèles les plus utilisés sont Maxwell, Kelvin-Voigt, mais il y a aussi Zener et Oldroyd [Zener, 1948]. D'une façon générale, l'équation du modèle viscoélastique linéaire est définie par une relation entre la contrainte, la déformation et leurs dérivées par rapport au temps [Ward and Hadley, 1993, Blès, 2002, Amin et al., 2006]. Nous nous restreignons ici à la présentation des modèles de Maxwell et Kelvin-Voigt.

Pour le modèle de Kelvin-Voigt (figure 2.18 a), la déformation est commune aux deux éléments et la contrainte du modèle est la somme d'une contribution réversible σ_R représentée par l'élément ressort sur le schéma et d'une contribution visqueuse σ_V correspondant à l'amortisseur.

Il en résulte l'équation différentielle du comportement du modèle de Kelvin-voigt :

$$\dot{\sigma} = \eta D + E\varepsilon \quad (2.22)$$

où D représente la vitesse de déformation. Le modèle de Kelvin-voigt généralisé consiste en une suite en série de n éléments de Kelvin-Voigt.

Pour le modèle de Maxwell, figure 2.18b, la déformation du modèle est la somme des déformations des deux éléments, réversible ε_R représenté par l'élément ressort sur le schéma et visqueux ε_V correspondant à l'amortisseur tel que :

$$\varepsilon = \varepsilon_R + \varepsilon_V \quad (2.23)$$

tandis que la contrainte est commune aux deux éléments.

Il en résulte l'équation différentielle du comportement du modèle élémentaire de Maxwell :

$$\dot{\sigma} + \frac{\sigma}{\tau} = ED \quad (2.24)$$

avec $\tau = \frac{\eta}{E}$ où τ est le temps caractéristique de relaxation. Le modèle de Maxwell généralisé est constitué de j éléments de Maxwell en parallèle conduisant à τ_j temps caractéristiques (figure 2.19). Dans ce type de modèle, généralement une branche non-visqueuse est aussi présente. Dans notre cas, elle est représentée par la contribution hyperélastique σ_e et hystérétique σ_h .

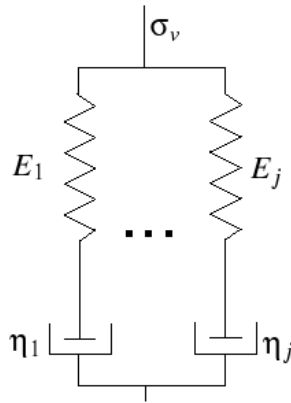


FIG. 2.19 – Schéma du modèle de Maxwell généralisé pour n branches en parallèles.

2.5.3 Le modèle visqueux du modèle HVH

Pour représenter la partie visqueuse de l'élastomère dans le modèle HVH, nous avons choisi le modèle de Maxwell généralisé à deux branches. Ce nombre est apparu comme un bon compromis pour pouvoir modéliser les temps de relaxation étudiés. L'introduction d'autres branches visqueuses de ce type ne pose aucun problème dans la formulation du modèle. Il faut aussi noter que la formulation 3D de la partie visqueuse du modèle HVH est obtenue par l'introduction d'un coefficient de Poisson ν pour chaque branche de Maxwell.

Par ailleurs, dans le cas des transformations finies que nous allons étudier, le type de dérivée matérielle retenu peut fortement influencer sur les résultats. Dans notre cas, nous avons choisi une dérivée de Jaumann [Jaumann, 1911]. Ce type de dérivée conduit après intégration de la vitesse de déformation, à une mesure approximative de la déformation logarithmique [Mora, 2004]. Dans le cas de nos simulations, ce choix est tout-à-fait justifié. De plus l'utilisation de la mesure logarithmique permet un calcul simple de la variation relative de volume, ici la trace de la déformation, d'où des significations simples des parties sphériques et déviatoriques des tenseurs de contraintes et déformations.

Dans le cas d'un modèle de Maxwell généralisé à j branches, la raideur totale E de ce modèle dépend de la vitesse. Dans un cas quasi-statique, cette raideur correspond à la branche sans viscosité, c'est-à-dire, pour le modèle HVH, à la partie hyperélastique et hystérétique. Dans le cas extrême d'une vitesse infinie, elle est égale, par contre, à $E = \sum E_j$. L'élément amortisseur a un comportement visqueux pur caractérisé par le coefficient de viscosité η . La viscosité globale dépend, tout comme la raideur, de la vitesse. A très faible vitesse, nous avons $\eta = \sum \eta_j$. Par contre, à très haute vitesse la viscosité globale correspond à l'élément le plus visqueux car tous les éléments amortisseurs des autres branches sont bloqués.

D'après l'équation 2.24, dans le cas 1D, le modèle de Maxwell pour une branche s'écrit :

$$\dot{\sigma} = E \left(D - \frac{\sigma}{\eta} \right) \quad (2.25)$$

Lors d'un essai de relaxation, une déformation constante ϵ_0 est imposée à un temps t_0 , donnant une contrainte σ_0 dont l'évolution est donnée par intégration de l'équation 2.25, soit :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad \forall t \geq t_0 \quad (2.26)$$

L'extension de cette équation au modèle de Maxwell généralisé (figure 2.19) donne :

$$\sigma_v(t) = \sum_{j=1}^n \sigma_{0j} \exp\left(-\frac{(t-t_0)}{\tau_j}\right) + \sigma_\infty \quad \forall t \geq t_0 \quad (2.27)$$

où la contrainte visqueuse totale $\sigma_v(t)$ est la somme des contraintes de chaque branche. Dans le logiciel Herezh++, le modèle de Maxwell généralisé est décomposé en une partie sphérique et une partie déviatorique. La partie sphérique s'écrit :

$$\mathbf{I}_D = \frac{1}{3K} \dot{\mathbf{I}}_\sigma + \frac{\mathbf{I}_\sigma}{\eta_p} \quad (2.28)$$

La partie déviatorique est elle systématiquement visqueuse et s'écrit :

$$\bar{\mathbf{D}} = \frac{1}{2E} \dot{\mathbf{S}} + \frac{\mathbf{S}}{\eta} \quad (2.29)$$

avec D le déviateur du tenseur vitesse de déformation et S une dérivée matérielle du déviateur des contraintes. Les paramètres matériaux d'une branche de Maxwell sont E et η .

Dans le cas du modèle HVH, cette contrainte $\sigma_v(t)$ tend vers σ_∞ quand les temps de relaxation sont suffisamment longs. Cette contrainte σ_∞ correspond aux contraintes des contributions hyperélastique et hystérétique des autres branches du modèle :

$$\sigma_\infty = \sigma_e + \sigma_h \quad (2.30)$$

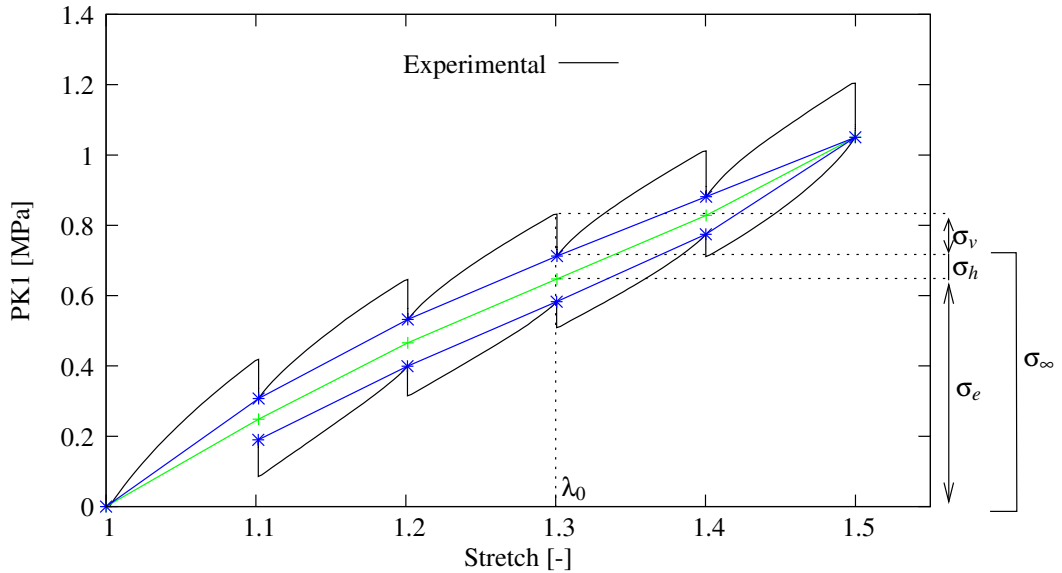


FIG. 2.20 – Estimation des contributions visqueuse σ_v , hyperélastique σ_e et hystérétique σ_h pour l'essai de chargement interrompu en traction.

Sur la figure 2.20, nous pouvons observer cette décomposition sur un essai de traction interrompu par des relaxations. La réponse de la contrainte obtenue à la fin de chaque étape de relaxation peut être considérée comme la réponse de la contrainte équilibrée ou "equilibrium stress

response" si l'on suit la dénomination adoptée par Lion [Lion, 1996a]. La partie visqueuse correspond donc à l'écart entre le début et la fin de chaque étape de relaxation. Les fins de relaxation situent la partie non-visqueuse hystérétique σ_h du comportement. Nous supposons, lors de l'étape d'identification, que la courbe verte, située au milieu de chaque fin de relaxation, correspond à la partie hyperélastique σ_e .

2.6 La contribution hystérétique

Le comportement dit hystérétique commence à être de plus en plus étudié. Par contre, il est encore peu pris en compte dans les modèles de comportement. Il est souvent considéré comme négligeable face aux autres phénomènes comme l'hyperélasticité ou la viscosité. Dans notre étude nous présentons le comportement hystérétique au travers d'une étude bibliographique et des essais expérimentaux réalisés pour tenter de mettre en évidence ce phénomène. Nous finirons cette partie par la présentation du modèle hystérétique développé. Notons que l'hystérésis d'origine non visqueuse (analogue à de la plasticité pour les métaux) a la particularité de disparaître lors de l'élévation de la température.

2.6.1 Essais de chargement interrompu par des relaxations

Les essais de chargement interrompu par des relaxation sont réalisés en traction et en compression pour des taux de déformation allant jusqu'à 50 et 30%, respectivement, dans les conditions expérimentales présentées dans le paragraphe 2.3.1. Durant ces essais, le déplacement a été interrompu par plusieurs relaxations à des déformations de 10, 20 et 30% en compression et 10, 20, 30, 40 et 50% en traction (figure 2.21). Nous pouvons constater que la contrainte diminue lors de la relaxation en traction et augmente lors de la relaxation en compression. Ces résultats sont en accord avec les observations faites par plusieurs auteurs [Bergström and Boyce, 1998, Lion, 1996a, Miehe and Göktepe, 2005, Diani et al., 2006b, Blès et al., 2009]. Le dernier point, à la fin de chaque période de relaxation, correspond à un état d'équilibre, qui est appelé, *équilibre hystérétique*, par Lion [Lion, 1996a]. Ce comportement peut être attribué à un processus de glissement irréversible entre les charges dans la microstructure de l'élastomère [Bhuiyan et al., 2009] qui résulte du phénomène de rupture des liaisons élastomère-charges [Kilian et al., 1994]. La différence entre la contrainte équilibrée et la contrainte totale représente l'*overstress* de la partie visqueuse [Lion, 1996b].

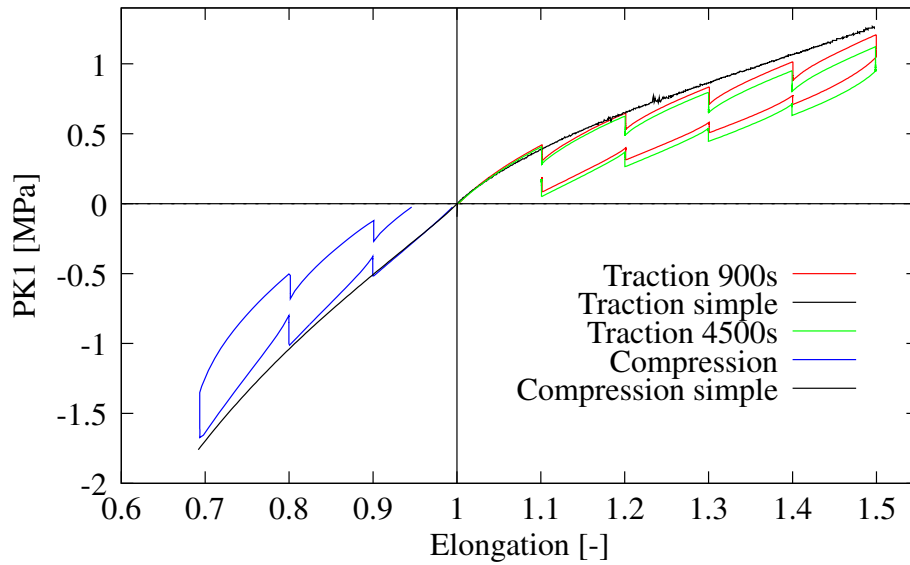


FIG. 2.21 – Essais de chargement interrompu en traction et compression à température ambiante pour la contrainte en fonction de l'élongation.

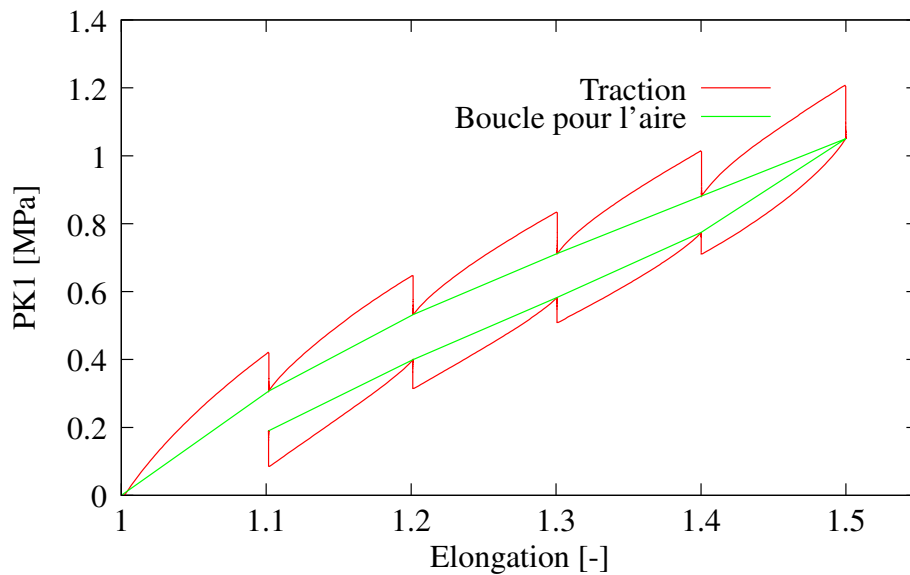


FIG. 2.22 – Essais de chargement interrompu en traction ainsi que la boucle pour le calcul de l'aire d'hystérésis.

Le temps de relaxation imposé pour l'essai de compression interrompu par des relaxations est de 900s (figure 2.21). Pour les essais de traction interrompu, deux temps de relaxation ont été testés 900s et 4500s. Il semble que l'état d'équilibre soit similaire quelque soit le temps de relaxation. Afin de mieux évaluer l'écart entre les deux temps de relaxation imposés, l'aire de la courbe à chaque fin de relaxation, c'est à dire l'aire de l'hystérésis (figure 2.22), est calculée à l'aide de la méthode des trapèzes.

Les valeurs des aires trouvées dans les deux cas sont presque égales. Elles sont de 0.45 et 0.43, respectivement, pour les temps de relaxation de 900s et 4500s. L'aire d'hystérésis est donc pratiquement stable quelque soit les temps de relaxation utilisés. Nous supposons, dans la suite, qu'un temps de relaxation de 900s est suffisant pour obtenir l'"effacement" de la partie visqueuse. Ce temps s'avère également un compromis intéressant pour éviter des durées d'essais trop longues (en particulier pour les essais à basse température).

La figure 2.21 inclut également des essais de chargement simple monotone en compression et en traction pour la même vitesse de déformation que l'essai de chargement interrompu par des relaxations. La courbe de chargement interrompu par des relaxations suit le comportement de l'essai simple. Pour cette vitesse de déformation, il apparaît que le comportement mécanique du matériau n'est pas altéré pas le processus de relaxation. Cela indique que le processus de relaxation ne modifie pas la structure interne de l'élastomère étudié durant le chargement. Khan et Lopez-Pamies [Khan and Lopez-Pamies, 2002] obtiennent les mêmes conclusions pour un polymère Adiprene-L100.

La figure 2.23 présente, l'évolution de la contrainte PK1 pour les essais en traction et en compression interrompus par des relaxations, en fonction du temps afin de mieux observer l'évolution de la relaxation pour chaque niveau de déformation.

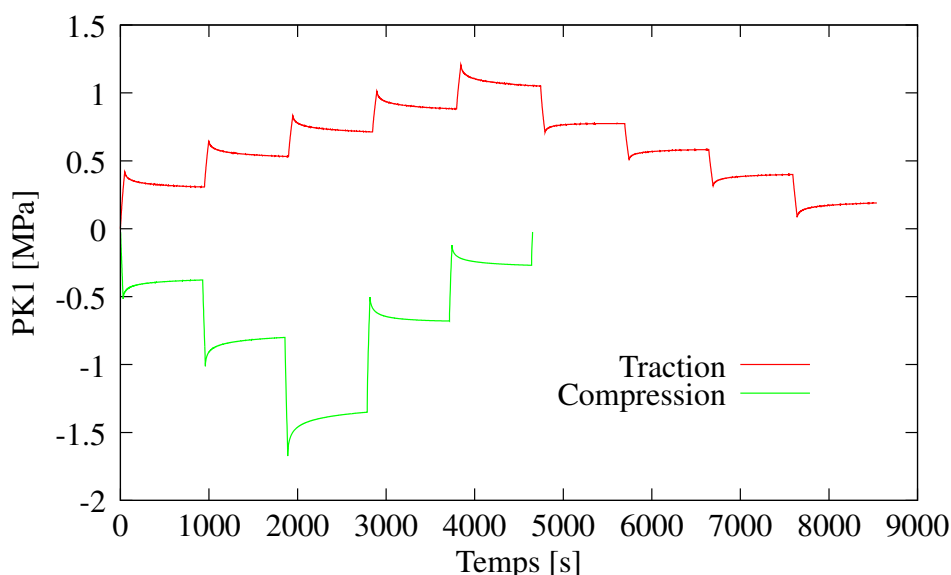


FIG. 2.23 – Essais de chargement interrompu en traction et compression, à température ambiante, contrainte en fonction du temps.

Les figures 2.24 et 2.25 montrent l'évolution de la relaxation pour les différents niveaux de déformation obtenus lors des essais de chargement en traction et compression interrompu par des relaxations imposées. Nous comparons la contrainte normalisée en fonction du temps. De plus,

deux essais de relaxation à 50 et 30% de déformation en traction et en compression sont ajoutés pour comparer la réponse du matériau.

Sur ces figures, nous pouvons remarquer que plus le niveau de déformation est élevé et plus la relaxation diminue, en relatif, et tend vers une stabilisation pouvant conduire à un comportement similaire comme pour les relaxations à 40 et 50% en traction. L'évolution de la relaxation est du même ordre de grandeur entre les essais en traction et ceux en compression.

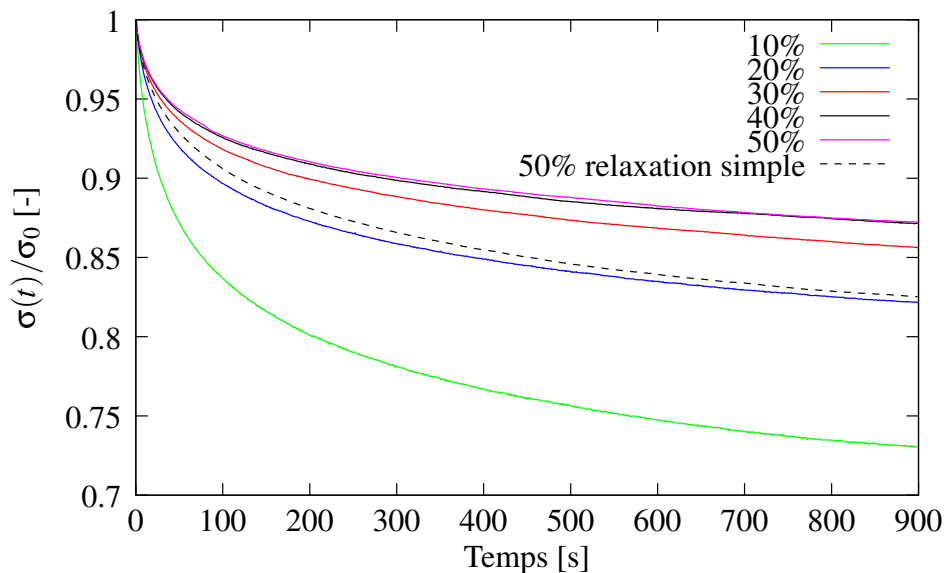


FIG. 2.24 – Evolution de la relaxation pour l'essai de chargement interrompu en traction avec la contrainte normalisée en fonction du temps.

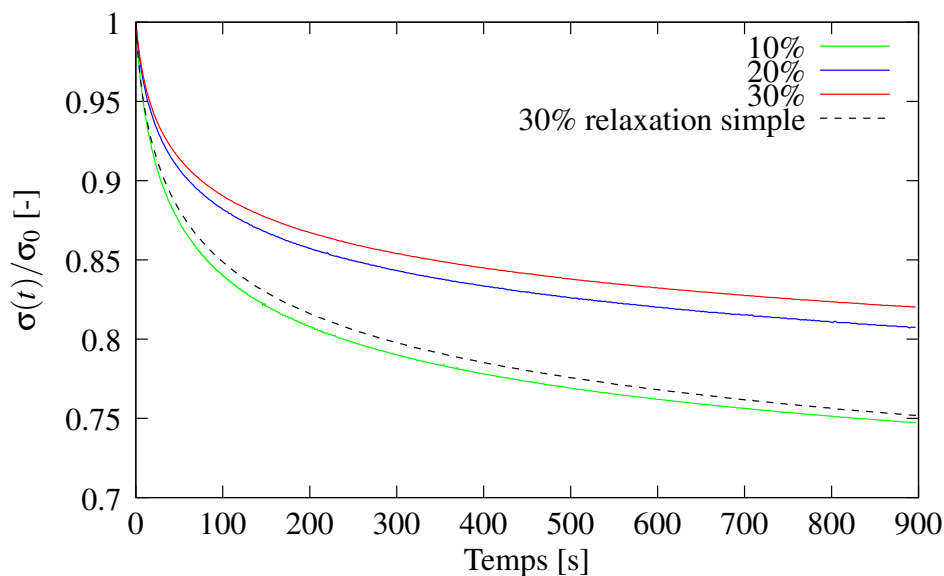


FIG. 2.25 – Evolution de la relaxation pour l'essai de chargement interrompu en compression avec la contrainte normalisée en fonction du temps.

Les courbes de relaxation simple en traction et compression pour des niveaux de déformation, respectivement de 50% et 30%, montrent un comportement similaire aux courbes de relaxation pour les faibles niveaux de déformation. Nous avons montré (section 2.5.1) que nous avons un comportement similaire pour les essais de relaxation simples à différents niveaux de déformation. Il apparaît donc cohérent que nous retrouvions ce même comportement pour les faibles niveaux de déformation lors des essais de chargement interrompu par des relaxations.

2.6.2 Prise en compte de l'hystérésis dans la littérature

Actuellement, différentes interprétations sont proposées pour expliquer le phénomène d'hystérésis. Harwood et al. [Harwood et al., 1965] l'attribuent tout d'abord à la rupture de liaisons entre charges et matrice pour les faibles déformations, puis à l'alignement des chaînes (problème de cristallisation) pour les niveaux de déformation plus importants. Pour Lion [Lion, 1996b], Kilian et al. [Kilian et al., 1994], ce phénomène est expliqué par le glissement des chaînes entre les particules adjacentes. Bergstrom et Boyce [Bergström and Boyce, 1998] l'imputent au glissement des chaînes inactives dans l'élasticité. Pour eux, celles-ci ne transmettent pas d'effort mais ont la possibilité de changer de configuration sous charge. Kucherskii [Kucherskii, 2003] pense que l'hystérésis s'explique par la raideur des chaînes : pour de faibles déformations, il estime qu'elles sont très flexibles, ce qui limite l'hystérésis du matériau, tandis que pour des déformations plus importantes, elles deviennent rigides et présentent de fortes interactions ce qui a pour effet d'augmenter l'hystérésis.

La réponse identifiée comme l'hystérésis à la fin de chaque période de relaxation dans les essais de déformation cyclique est généralement désigné comme un effet plastique par certains auteurs dont [Kilian et al., 1994, Lion, 1996a, Lion, 2000, Haupt and Sedlan, 2001, Hasanpour et al., 2009]. Des auteurs considèrent que si l'effet d'hystérésis est suffisamment important, alors la théorie de l'élastoplasticité peut être appliquée. Par contre, si l'hystérésis apparaît négligeable une théorie viscoélastique paraît suffisante pour reproduire le comportement des élastomères étudiés [Lion, 1998, Haupt and Sedlan, 2001, Laiarinandrasana et al., 2003, Marvalova, 2007].

La description du comportement hystérétique a été décrit par Lion [Lion, 1997] en supposant une décomposition du gradient de déformation en partie élastique et plastique conforme aux règles d'élastoplasticité finie proposées par Lee [Lee, 1969] et Mandel [Mandel, 1971]. Les formulations théoriques et numériques de ce type d'élastoplasticité isotrope sont exposés par Miehe [Miehe, 1998]. Un cadre approprié de la plasticité indépendante de la vitesse de déformation dans les matériaux caoutchoutiques évite l'introduction de l'élasticité qui est un ingrédient clé de la théorie de la plasticité pour les métaux [Miehe and Keck, 2000]. Le cadre qui en résulte est donc lié à la théorie endochronique de la plasticité finie qui fut initialement proposée par Valanis [Valanis, 1971]. L'élasticité est présente par l'hyperélasticité développée par les différents modèles utilisés pour décrire le comportement des élastomères.

D'autres auteurs, représentent l'hystérésis par des modèles de type viscoplastique [Krempl and Khan, 2003, Colak, 2005]. Cette théorie est basée sur le modèle d'overstress (que nous avons déjà présenté à la section 2.1) utilisé pour décrire le comportement du matériau pour des sollicitations monotones, de relaxation et fluage. La réponse inélastique est décrite par des équations d'évolution linéaire d'un ensemble de tenseurs overstress qui sont traités comme des variables.

2.6.3 Le modèle hystérétique du modèle HVH

Le modèle d'hystérésis que nous avons utilisé au cours de cette étude a été proposé initialement par [Guelin, 1980] et ensuite appliqué à la modélisation de cycle de charge-décharge par [Pegon, 1988, Favier, 1988]. Cette loi de comportement a été utilisée pour décrire les effets d'hystérésis de différents types de matériaux tels que les aciers ferromagnétiques [Tourabi, 2005], les alliages à mémoire de forme [Orgeas, 1997], des aciers pour construction navale [Couty, 1999] et des polymères comme le Polyamide 66 [Blès, 2002] et le Polypropylène [Zrida, 2009].

Ce modèle peu courant comporte d'une part, une partie incrémentale (relation constitutive) et d'autre part, un algorithme de gestion des instants particuliers que sont les moments d'inversion et les moments de coïncidence. Nous rappelons que nous supposons une décomposition additive de la contrainte totale en trois parties σ_e , σ_v et σ_h .

Représentation rhéologique en 1D

Le modèle symbolique unidimensionnel de l'hystérésis pure proposé est composé d'un ressort linéaire de raideur G et d'un frotteur de seuil constant s montés en série. Ce modèle rhéologique est appelé modèle de Saint Venant à un élément et correspond à un modèle élastoplastique parfait (Figure 2.26).

Tant que la contrainte dans l'élément est comprise dans l'intervalle $]-s; +s[$, le comportement de l'élément est celui d'un ressort seul. Le frotteur est bloqué. Si la contrainte est égale à $+s$ (ou $-s$) le frotteur glisse avec une vitesse de déformation indéterminée mais positive (ou négative). Dans ce cas, le ressort est figé, compte tenu du fait que la contrainte est constante.

Pour rendre compte du comportement d'hystérésis pure, il est nécessaire d'envisager une association en parallèle de plusieurs modèles élémentaires de Saint Venant. Plus on ajoute de ressort-frotteur en série, plus le modèle sera à même de représenter l'évolution de la partie hystérésis (Figures 2.27 et 2.28)[Blès, 2002].

Le modèle discret de Saint Venant généralisé a été étendu au modèle continu de l'hystérésis pure par Persoz en 1960 [Persoz, 1960] et étudié de façon plus complète par Guélin en 1980 [Guelin, 1980]. Le nombre d'éléments n tend alors vers l'infini (figure 2.28). La suite d'éléments de Saint Venant a été remplacée par une suite continue d'éléments indexée par le seuil en déformation e des éléments qui varie de 0 à +1. Une tranche comprise entre e et $e + de$ est équivalente à un modèle élémentaire de Saint Venant unique défini par le couple de paramètres (dG, e) . La raideur dG est caractérisée par la donnée d'une fonction générique $g(e)$ telle que $dG = g''(e).de$.

Comportement incrémentale

Dans le cadre de cette étude, le matériau est considéré comme isotrope et la contribution d'hystérésis est purement déviatorique [Rio et al., 2005]. Ceci signifie que la partie sphérique du tenseur des contraintes (partie pression) est sensée ne pas intervenir sur l'hystérésis, d'une manière analogue à la plasticité classique. Seule la partie déviatorique S_h de la contrainte hystérétique est en fait utilisée pour reproduire la branche hystérétique σ_h . La relation constitutive est obtenue par une intégration temporelle (en utilisant la dérivée de Jaumann) de la relation :

$$\dot{S}_h = 2\mu_h D + \beta \cdot \phi(\Delta_r^t S_h, D) \cdot \Delta_r^t S_h \quad (2.31)$$

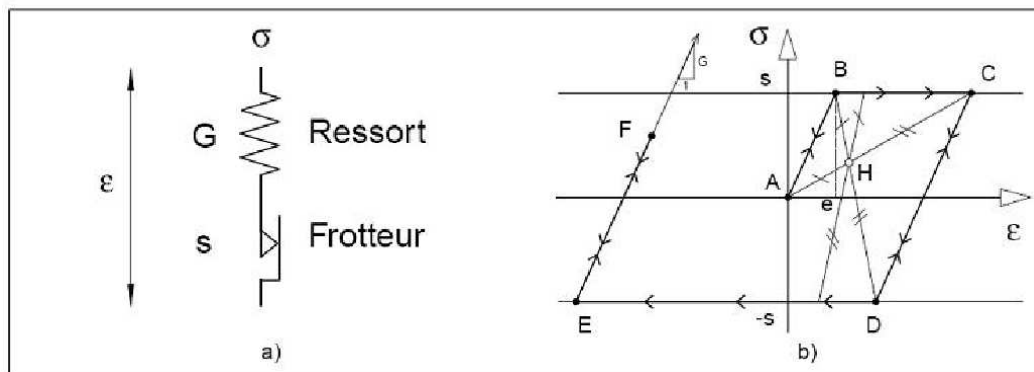


FIG. 2.26 – Modèle de Saint Venant à un élément (a) et son comportement (b) [Blès, 2002].

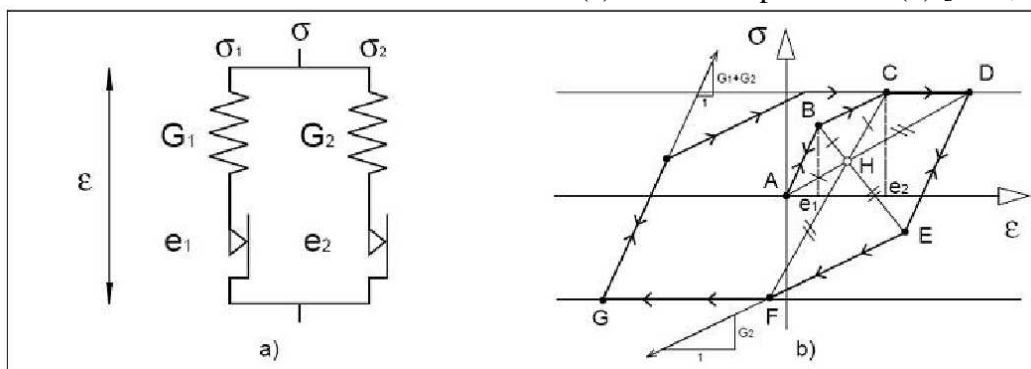


FIG. 2.27 – Modèle de Saint Venant à deux éléments (a) et son comportement (b) [Blès, 2002].

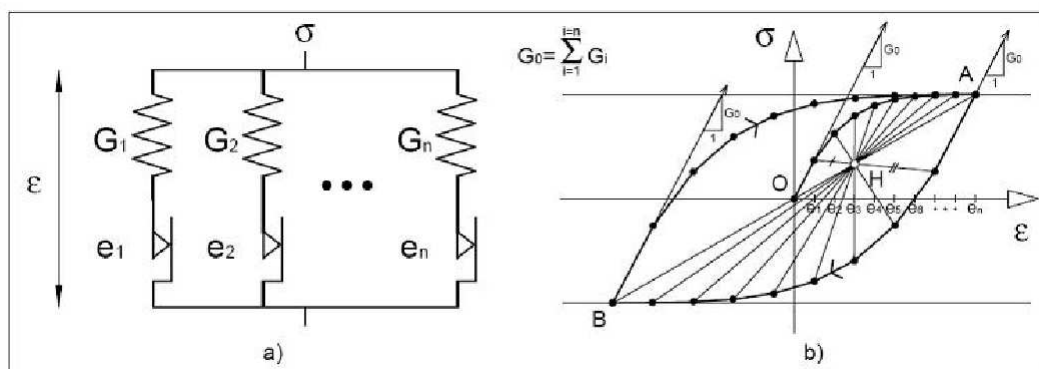


FIG. 2.28 – Modèle de Saint Venant à n éléments (a) et son comportement (b) [Blès, 2002].

Dans cette relation, les différents termes sont :

- S_h est le déviateur du tenseur de contrainte ce qui montre que seule la partie déviatorique de la contrainte est concernée par l'hystérésis. La partie sphérique (pression hydrostatique) est déterminée par les autres comportements, par exemple celui d'hyperélasticité.
- D représente la partie déviatorique du tenseur vitesse de déformation.
- $\Delta_r^t S_h$ correspond à l'évolution de la contrainte déviatorique entre la situation de référence mémorisée, notée r et le temps actuel t .
- $\phi(\Delta_r^t S_h, D) = tr(\Delta_r^t S_h \cdot D) - \frac{(Q_{\Delta S_h})^2}{2\mu_h} \cdot \frac{\dot{\omega}'}{\omega'}$ est la dissipation intrinsèque non-réversible et égale à la dissipation d'origine thermique plus la dissipation d'origine entropique.
- le paramètre β est l'amplitude de l'accroissement donné par :

$$\beta = \frac{-2\mu_h}{(\omega' Q_0)^{n_p} (Q_{\Delta S_h})^{2-n_p}} \quad (2.32)$$

où $Q_{\Delta S_h} = \sqrt{tr(\Delta_r^t S_h : \Delta_r^t S_h)}$

- Le paramètre $\omega' = \omega \cos(\alpha)$ représente la fonction de Masing. Pour le premier chargement, ω' vaut 1 et l'état de référence est l'état initial. Pour les autres trajets ω' est égale à $2\cos(\alpha)$. α est l'angle entre les directions du tenseur de contrainte, exprimé dans le plan déviatoire, avant et après le dernier point de référence. Le point de référence est le dernier point d'inversion enregistré. Dans le cas de la première charge il s'agit de l'origine. Sur la branche de charge AD (sur la figure 2.27) nous avons une homothétie de centre H et de rapport -2 qui représente l'effet Masing.

Les paramètres de la contribution hystérétique sont décrits sur la figure 2.29, dans le cas d'un essai de cisaillement pur :

- μ_h représente le module à l'origine de la courbe charge-déformation en cisaillement,
- Q_0 le seuil de saturation en cisaillement,
- n_p , le paramètre de Prager ($0 \leq n_p \leq 2$) qui pilote le passage au domaine plastique ou saturé 2.29.

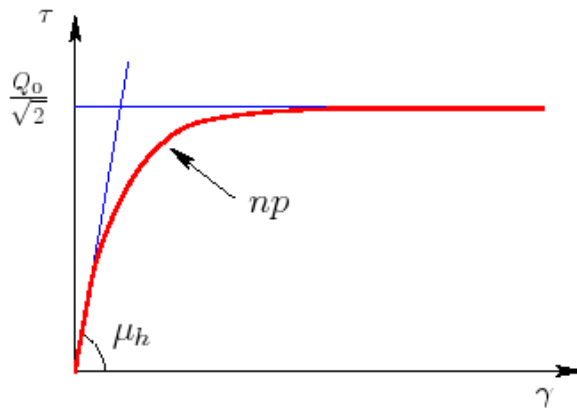


FIG. 2.29 – Paramètres matériau de la contribution hystérétique sur une courbe charge-déformation en cisaillement [Rio et al., 2005].

Gestion de la mémoire discrète

Le modèle repose sur la mémorisation des moments particuliers que sont les points d'inversion et les points de coïncidence. Il est alors nécessaire de pouvoir déterminer l'apparition et la disparition de ces moments particuliers.

L'apparition d'un point d'inversion est déterminée par un changement de signe de ϕ . En effet, pour des raisons thermodynamiques, cette grandeur doit toujours être positive ou nulle. L'effacement de points particuliers intervient lorsque un cycle se referme. Dans ce sens, les moments particuliers déterminés au cours du cycle doivent être effacés.

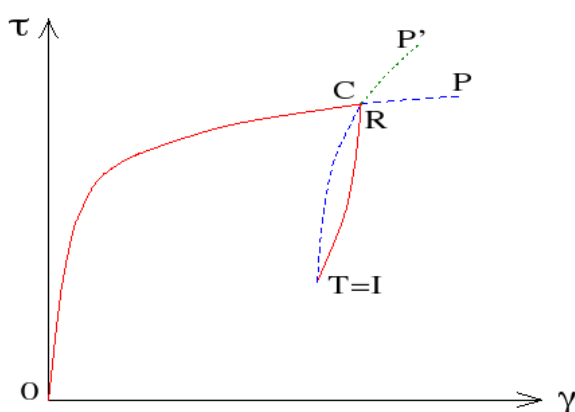


FIG. 2.30 – Hystérésis : point d'inversion et de coïncidence au cours d'un cycle. [Rio et al., 2005]

D'une manière qualitative, considérons la figure 2.30. Durant l'évolution OC, le moment de référence est l'origine O. Au point R a lieu une première inversion, durant l'évolution RT le moment de référence devient R. L'évolution se poursuit par une nouvelle inversion en T. Durant TC, le moment de référence est donc T. Arrivé en C, on observe une coïncidence. Les moments particuliers R, T, C sont effacés et l'évolution se poursuit sur la courbe de première charge OP. La détermination des points de coïncidence s'effectue à l'aide d'une mesure des énergies échangées au cours des différentes branches. On s'attache ainsi à respecter la thermodynamique du cycle [Blès, 2002] [Rio et al., 2005]. Enfin, remarquons qu'une succession de n cycles fermés n'alourdit en aucune sorte le modèle constitutif ce qui peut être particulièrement attractif lorsque l'on a pour objectif de prendre en compte un grand nombre de cycles.

2.7 Conclusion

A travers ce chapitre, nous avons montré le modèle phénoménologique HVH développé pour reproduire le comportement des élastomères, appliqué dans notre cas à un élastomère fluoré. Ce modèle est basé sur l'additivité des contraintes. Il se décompose en trois contributions qui correspondent à la contrainte hyperélastique, la contribution d'hystérésis pure irréversible et un comportement viscoélastique dépendant de la vitesse de déformation. La présence de ces trois contributions s'appuie sur les essais expérimentaux réalisés ainsi que les observations faites dans la littérature.

Ces essais nous ont permis de mettre en avant un comportement non linéaire à la fois en traction et en compression. Les essais expérimentaux nous ont permis de montrer que l'hyperélasticité est prépondérante à température ambiante pour les élastomères. Afin de décrire le phénomène hyperélastique présent pour le matériau étudié, nous avons choisi le potentiel de Hart-Smith. Ce potentiel est constitué de trois paramètres matériau permettant de reproduire le début de raidissement observé sur les essais de traction. La viscosité du matériau a été mise en évidence par les essais de relaxation et montre une dépendance à la vitesse de déformation. La modélisation du comportement visqueux de l'élastomère est pris en compte grâce à un modèle de Maxwell généralisé à deux branches. Grâce aux essais de chargement interrompu par des relaxations, nous avons fait apparaître un état d'équilibre après chaque relaxation appelé équilibre hystérétique, démontrant la présence de l'hystérésis non visqueuse pour notre matériau. La prise en compte de l'hystérésis se fait à l'aide d'un modèle original constitué de deux parties, une partie incrémentale et un algorithme de gestion des instants particuliers (moments d'inversions et de coïncidences).

Dans ce qui va suivre, nous présenterons les méthodes d'identification appliquées pour déterminer les paramètres matériau du modèle de comportement HVH.

Chapitre 3

Identification et validation à température ambiante

Dans ce chapitre, nous présentons les identifications réalisées pour déterminer les paramètres matériau de la loi de comportement HVH présentée précédemment. Deux méthodes ont été développées. La première méthode vise à identifier tous les paramètres matériau à l'aide d'une identification automatique au travers d'une base de données expérimentales simple. La seconde méthode a été développée pour mieux caractériser le comportement de chaque contribution du modèle à l'aide de deux types d'essais que sont les essais de relaxation et les essais de chargement interrompu par des relaxations. Afin de vérifier la pertinence des coefficients obtenus, des validations ont été faites sur des essais n'ayant pas servi pour l'identification et un calcul sur un joint en compression subissant un essai de relaxation.

Au cours de l'identification des paramètres matériau, le logiciel d'identification inverse SiDoLo a été utilisé [Pilvin, 1996]. Cet outil a été principalement employé lors de la première méthode d'identification. Il s'appuie sur une méthode des gradients qui est une combinaison entre deux techniques de minimisation classique : la méthode de la plus grande pente qui améliore l'ensemble des paramètres initiaux et la méthode de Levenberg-Marquardt qui est utilisée pour accélérer la convergence dans l'étape finale du processus d'optimisation [Andrade-Campos et al., 2007, Chaparro et al., 2008]. La recherche d'un jeu optimum de paramètres représenté sous la forme d'un vecteur A , est basée sur la minimisation d'une fonctionnelle $\mathcal{L}(A)$ qui mesure l'écart entre les données expérimentales et les prévisions du modèle numérique. Cette fonctionnelle peut s'écrire :

$$\mathcal{L}(A) = \sum_{n=1}^n \mathcal{L}_n(A) \quad (3.1)$$

où N est le nombre d'essais de la base expérimentale et :

$$\mathcal{L}_n(A) = \frac{1}{M_n} \sum_{i=1}^{M_n} \left(\frac{Z_{exp}(t_i) - Z_{sim}(t_i, A)}{\Delta Z} \right)^2 \quad (3.2)$$

avec M_n le nombre de points de l'essai n , t_i l'instant d'observation, Z le grandeur observable et ΔZ un coefficient de pondération. La valeur finale de la minimisation de cette fonctionnelle dépend des paramètres initiaux de l'identification et peut conduire à des minimums locaux dans le cas où ceux-ci sont mal choisis au départ.

Durant l'identification des paramètres matériau sur un essai expérimental, les conditions aux limites et les conditions de chargement de cet essai sont simulées avec le logiciel Herezh++ [Rio, 2006] sur un élément fini hexaédrique. Une interface entre Herezh++ et SiDoLo permet une optimisation des paramètres matériau par une procédure itérative. Une fonction coût est obtenue permettant de contrôler l'évolution de l'écart (au moindre carré) entre la courbe expérimentale et la courbe identifiée.

L'identification des paramètres matériau de notre modèle se fait sur des essais comportant un seul cycle de chargement. Le modèle de comportement HVH ne considère pas l'effet Mullins, cet effet est intégré dans l'ensemble du comportement. Par contre, il peut tout à fait être simulé à l'aide de la mémorisation des points particuliers du modèle d'hystérésis. Lors de la validation des paramètres matériau, des comparaisons entre les simulations et les résultats des essais comportant trois cycles de chargement seront effectuées.

3.1 Première méthode d'identification

Les équations constitutives du modèle HVH nécessitent l'identification de 10 paramètres matériau si l'on choisit de prendre seulement deux branches visqueuses pour le modèle de Maxwell généralisé :

- 3 paramètres pour la contribution hyperélastique C_1 , C_2 et C_3 ,
- 4 paramètres pour les deux branches de Maxwell E_1 , η_1 , E_2 , et η_2 ,
- 3 paramètres pour la contribution hystérétique n_p , μ_h et Q_0 .

Le module de compressibilité de la partie volumique de la contribution hyperélastique, K , a été obtenu à l'aide d'un essai oedométrique [Holownia, 1974] à température ambiante. Une valeur de $K = 2700$ MPa a été obtenue. Elle est restée identique pour toutes les identifications qui vont suivre. Pour cette première méthode, un coefficient de poisson de $\nu_1 = \nu_2 = 0.3$, nécessaire pour reproduire le comportement 3D du modèle de Maxwell généralisé, a été supposé.

Les données expérimentales utilisées au cours de cette première méthode d'identification sont composées :

- de la première boucle de charge-décharge d'un essai de traction pour 50% de déformation,
- de la première boucle de charge-décharge d'un essai de compression pour 30% de déformation,
- de l'essai de relaxation en traction avec un temps de relaxation de 200s,
- de l'essai de relaxation en compression avec un temps de relaxation de 100s.

Pour les essais de relaxation, le temps de relaxation de 200s en traction et de 100s en compression correspondent au temps de déchargement en traction et en compression. La procédure d'identification est basée sur les travaux de Zrida [Zrida et al., 2009]. Mais dans notre cas l'identification est menée à l'aide de SiDoLo en mettant simultanément tous les essais dans la base de données. Les paramètres matériau obtenus sont récapitulés dans le tableau 3.1.

Les figures 3.1 à 3.3 montrent que le modèle reproduit de façon correct l'évolution des essais pour de simples chargements. Par contre, pour les essais de relaxation, le modèle n'est pas suffisamment précis notamment lorsqu'il décrit la relaxation en compression. Cela provient du fait que les contraintes maximales obtenues à la fin du chargement présentent une erreur assez importante.

Hyperélastique	1 ^{ère} branche de Maxwell	2 nd branche de Maxwell	Hystérésis
$C_1 = 0.43$ MPa	$E_1 = 0.807$ MPa	$E_2 = 3.953$ MPa	$n_p = 0.008$
$C_2 = 0.071$ MPa	$\eta_1 = 94.90$ MPa.s ⁻¹	$\eta_2 = 19.56$ MPa.s ⁻¹	$\mu_h = 0.009$ MPa
$C_3 = 0.301$	-	-	$Q_0 = 0.008$ MPa

TAB. 3.1 – Paramètres matériau identifiés avec la première méthode.

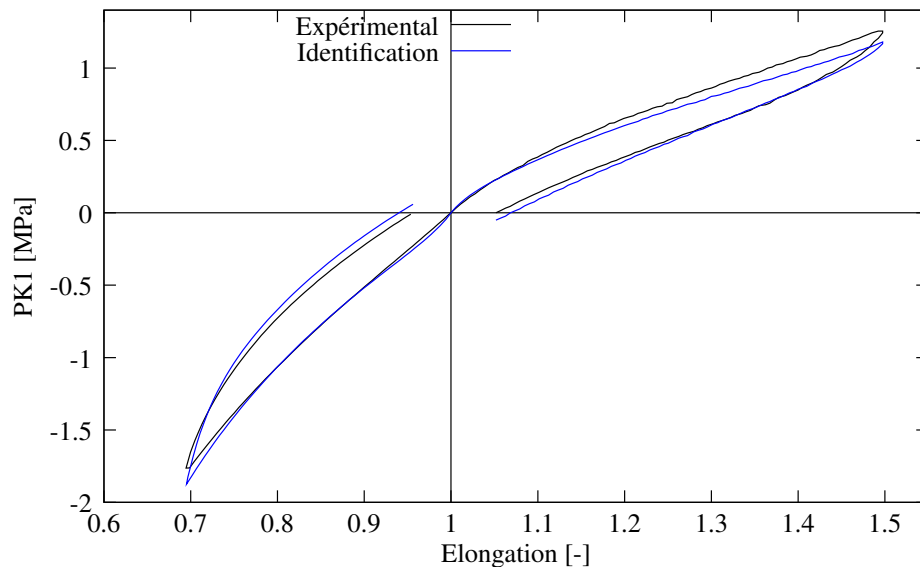


FIG. 3.1 – Comparaison entre les courbes expérimentales et l'identification pour les essais de traction et compression.

Les figures 3.6 et 3.7 représentent les effets des contributions hyperélastique, visqueuse et hystérique dans le cas de la traction et la compression. Cette première identification donne des résultats satisfaisants. Il reste que la méthode est assez difficilement "contrôlable". C'est l'outil SiDoLo qui conduit à ce résultat mais aucun sens physique n'est donné. Elle ne permet pas de discriminer la partie visqueuse et hystérique du modèle. De plus, le résultat obtenu dépend fortement des paramètres initiaux et ne conduit pas à une solution unique.

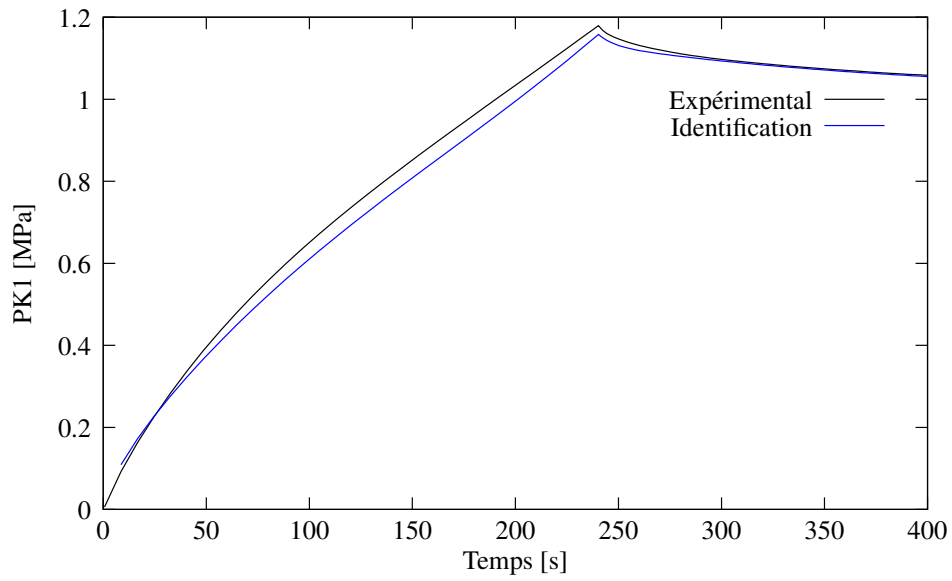


FIG. 3.2 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification de la courbe de relaxation en traction pour un temps de relaxation de 200 s.

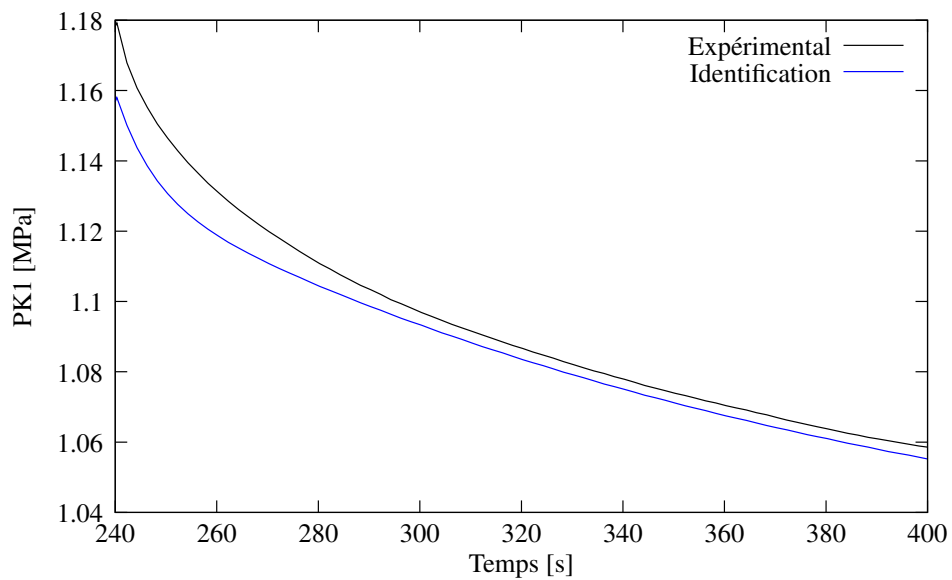


FIG. 3.3 – Zoom de la figure 3.2 pour l'essai de relaxation en traction.

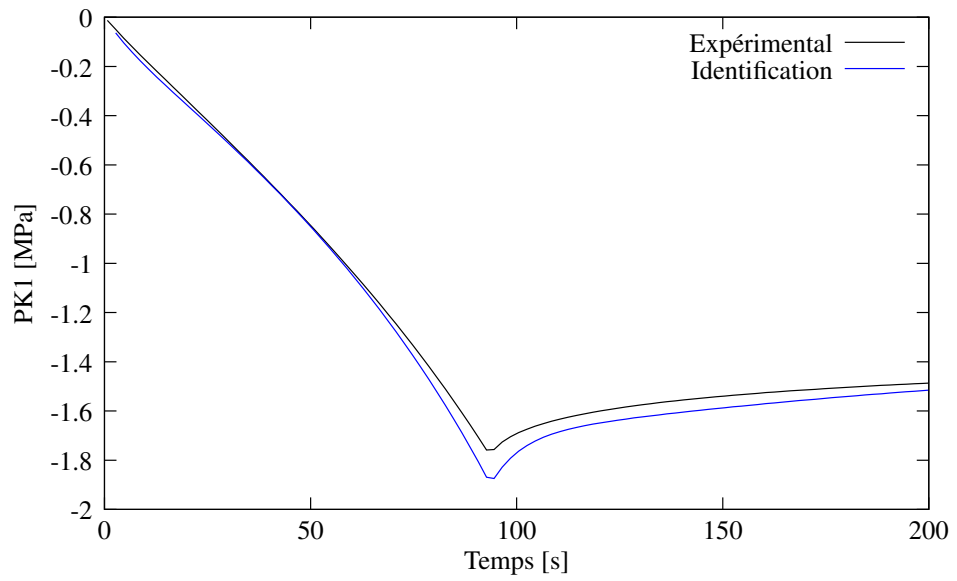


FIG. 3.4 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification de la courbe de relaxation en compression pour un temps de relaxation de 100 s.

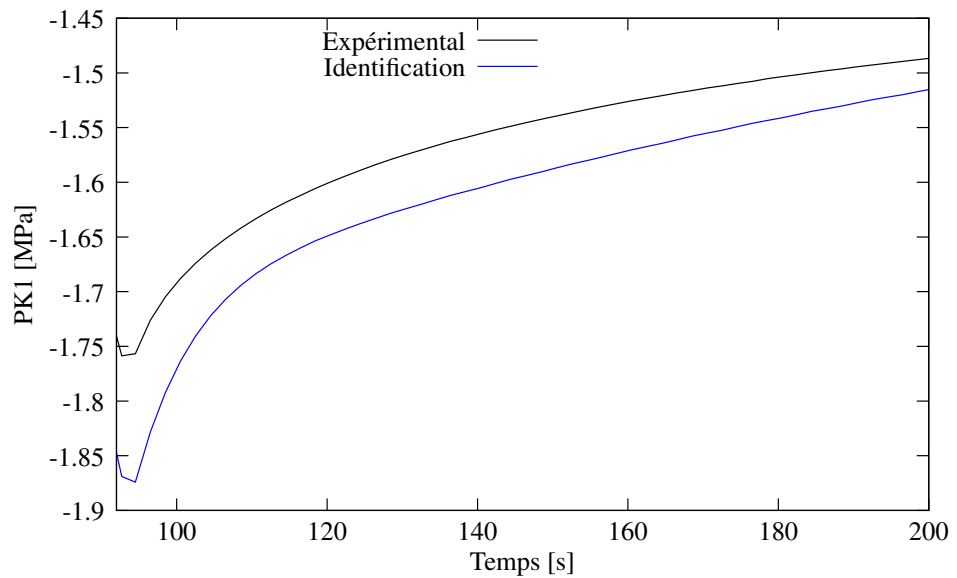


FIG. 3.5 – Zoom de la figure 3.4 pour l'essai de relaxation en compression.

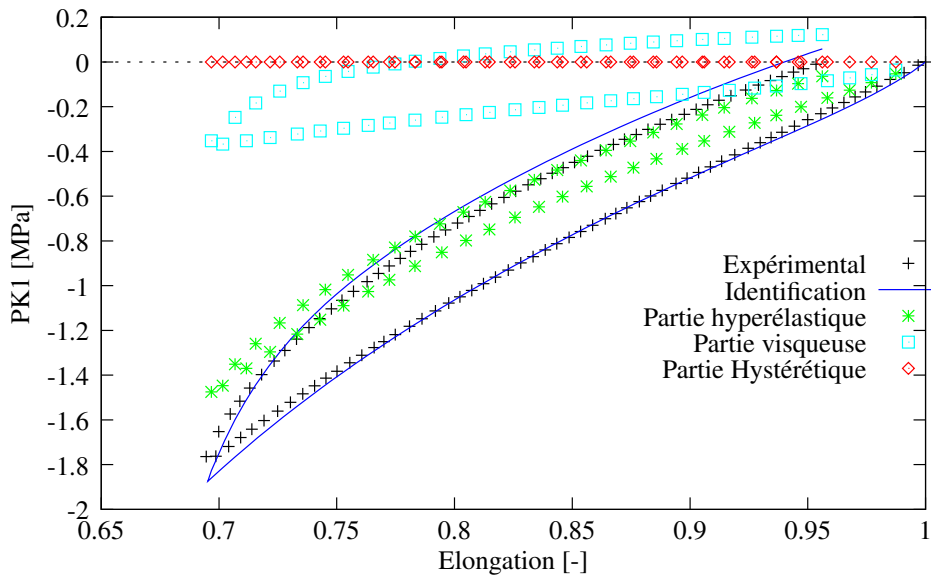


FIG. 3.6 – Les différentes contributions du modèle identifié pour l’essai de compression de la figure 3.1.

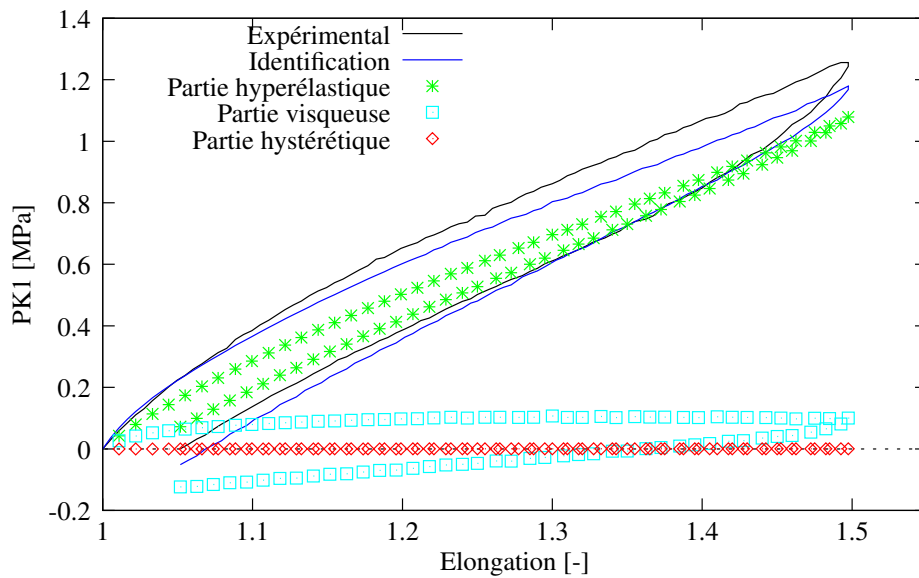


FIG. 3.7 – Les différentes contributions du modèle identifié pour l’essai de traction de la figure 3.1.

3.2 Seconde méthode d'identification

L'objectif de cette seconde méthode d'identification est de nous permettre de prendre en compte de manière plus précise les différentes contributions à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations et les essais de relaxation. Cette identification est effectuée en deux étapes avec une utilisation minimale de la procédure numérique inverse utilisant SiDoLo. La première étape consiste à identifier les contributions hyperélastique et hystérétique grâce aux essais de chargement interrompu par des relaxations. On considère seulement les fins de période de relaxation qui correspondent pratiquement à l'état d'équilibre hystérétique, autrement dit indépendant de la vitesse. Dans la seconde étape, les paramètres visqueux sont déterminés à partir des courbes de relaxation en traction et en compression. Une identification analytique est utilisée pour obtenir les temps caractéristiques des deux éléments de Maxwell.

Les contributions visqueuse σ_v , hyperélastique σ_e et hystérétique σ_h sont représentées sur la figure 3.8 pour l'essai de chargement en compression interrompu par des relaxations. Comme mentionné précédemment dans le chapitre 2, l'état d'équilibre $\sigma_\infty = \sigma_e + \sigma_h$ peut être obtenu en reliant toutes les valeurs des contraintes à la fin des périodes de relaxation pour chaque niveau de déformation. Avec l'hypothèse que la contrainte hystérétique est complètement saturée à la fin des périodes de relaxation, nous en déduisons que la contrainte hyperélastique est supposée se situer au milieu de la charge et de la décharge.

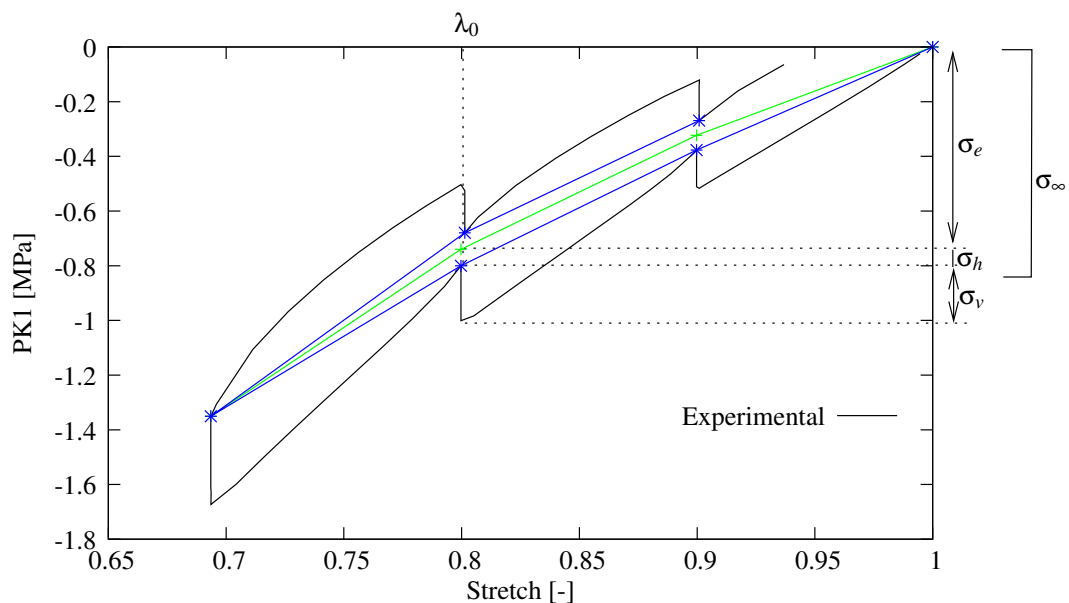


FIG. 3.8 – Estimation des comportements visqueux, hyperélastique et hystérétique pour l'essai de chargement interrompu en compression.

3.2.1 Détermination des contributions hyperélastique et hystérétique

Avec ces hypothèses de décomposition de contrainte, il est relativement aisé d'identifier les paramètres matériau pour les contributions hyperélastique et hystérétique. La base de données expérimentales pour l'identification des contributions hyperélastique et hystérétique inclut les tests présentés précédemment (figures 3.8 et 2.20), avec seulement les points à la fin de chaque période de relaxation en traction et compression. Une première identification manuelle est effectuée afin d'obtenir un jeu de coefficients cohérent à partir des quelques points expérimentaux nécessaires dans ce cas (figures 3.9 et 3.10). Une méthode d'identification inverse des paramètres hyperélastique et hystérétique est effectuée avec l'outil SiDoLo. Seulement quelques itérations sont nécessaires pour obtenir la solution finale.

Hyperélastique	Hystérétique
$C_1 = 0.4 \text{ MPa}$	$n_p = 0.38$
$C_2 = 0.09 \text{ MPa}$	$\mu_h = 0.58 \text{ MPa}$
$C_3 = 0.21$	$Q_0 = 0.09 \text{ MPa}$

TAB. 3.2 – Paramètres matériau identifiés pour l'hyperélasticité et l'hystérésis ($K = 2700 \text{ MPa}$).

Les paramètres matériau obtenus sont présentés dans le tableau 3.2. Les figures 3.9 et 3.10 montrent la comparaison entre la réponse expérimentale équilibrée et la modélisation. Contrairement à la méthode précédente, les paramètres matériau identifiés montrent que la contribution hystérétique est non négligeable. Mais la principale contribution pour le comportement en contrainte-élongation reste contrôlée par la partie hyperélastique.

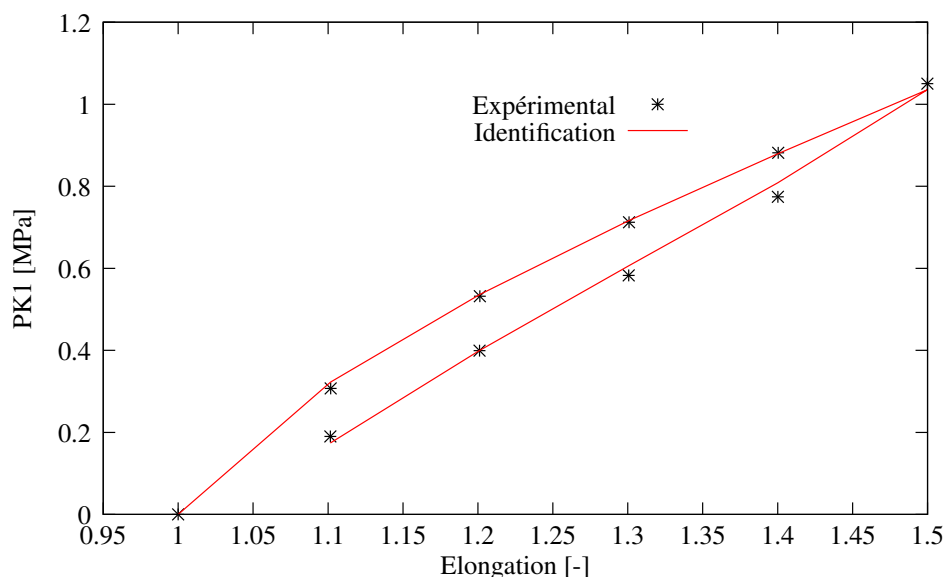


FIG. 3.9 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification en traction pour les contributions hyperélastique et hystérétique.

Il est également important de noter que le comportement en traction et en compression est très différent et non-symétrique. Pour une élongation donnée, le niveau de contrainte enregistré en

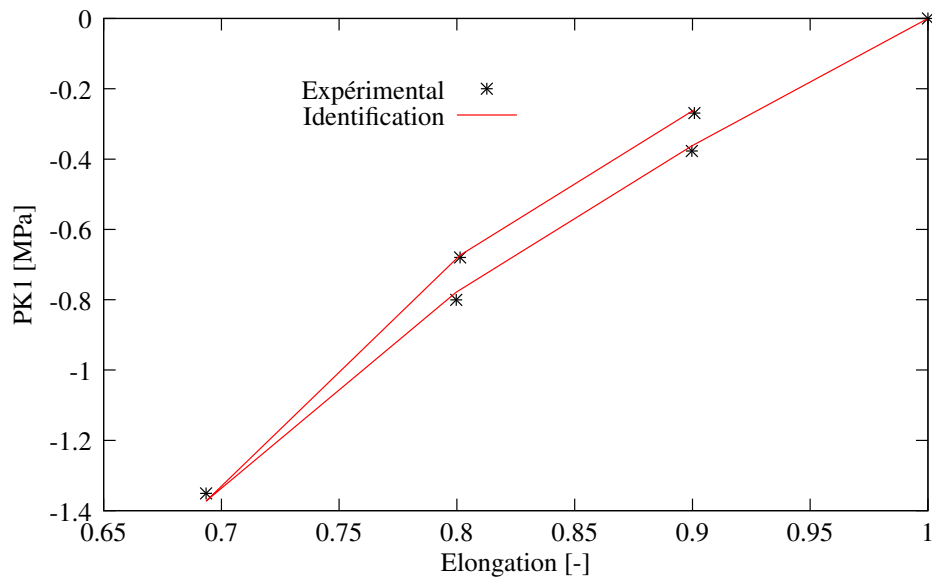


FIG. 3.10 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l’identification en compression pour les contributions hyperélastique et hystérétique.

compression est plus élevé que celui obtenu en traction. Le cycle d’hystérésis n’est pas similaire entre les deux types de sollicitation. Ces résultats mettent en évidence la forte influence du type de chargement mécanique. De ce fait les données du tableau 3.2 sont un compromis entre les deux comportements. Si nous considérons seulement l’essai en compression, les paramètres matériau sont présentés dans le tableau 3.3. L’analyse des paramètres matériau identifiés montre que seul le paramètre C_3 diffère puisqu’en compression nous n’avons pas de raidissement de la part du matériau.

La fonction coût obtenue pour l’essai de compression lors de l’identification des paramètres avec les essais en traction et en compression simultanément est $f = 0.0534$. Par contre, pour l’identification des paramètres avec seulement l’essai en compression la fonction vaut $f = 0.0219$. La fonction coût correspond à l’écart présent entre la courbe expérimentale et la réponse numérique. La comparaison de la fonction coût pour ces deux jeux de paramètres montre que les courbes ajustées s’adaptent très bien aux courbes expérimentales, avec une meilleure optimisation pour l’essai en compression seul.

Hyperélasticité	Hystérésis
$C_1 = 0.4$ MPa	$n_p = 0.32$
$C_2 = 0.08$ MPa	$\mu_h = 0.55$ MPa
$C_3 = 0.09$	$Q_0 = 0.1$ MPa

TAB. 3.3 – Paramètres matériau identifiés pour les contributions hyperélastique et hystérétique pour l’essai en compression seulement ($K=2700$ MPa).

3.2.2 Détermination de la contribution visqueuse

Dans cette partie, nous allons identifier la partie visqueuse de la contrainte et nous remplacerons σ_v par σ . Nous supposons que le comportement visqueux est représenté par un modèle généralisé de Maxwell. Dans un premier temps, nous faisons l'hypothèse que nous avons j éléments de Maxwell en parallèle. Nous souhaitons mettre en place une méthodologie permettant de déterminer le nombre d'éléments de Maxwell nécessaires pour décrire nos essais de relaxation. Nous montrerons ensuite que deux branches visqueuses suffisent pour représenter les temps de relaxation appliqués sur les essais de relaxation considérés. Nous utiliserons, dans cette deuxième méthode, des coefficients de Poisson égaux à $\nu_1 = \nu_2 = 0.45$.

La procédure d'identification de cette partie visqueuse est complètement analytique. Cette procédure consiste à déterminer les temps caractéristiques d'une courbe de relaxation sans prendre en compte le chargement comme décrit sur la figure 3.11.

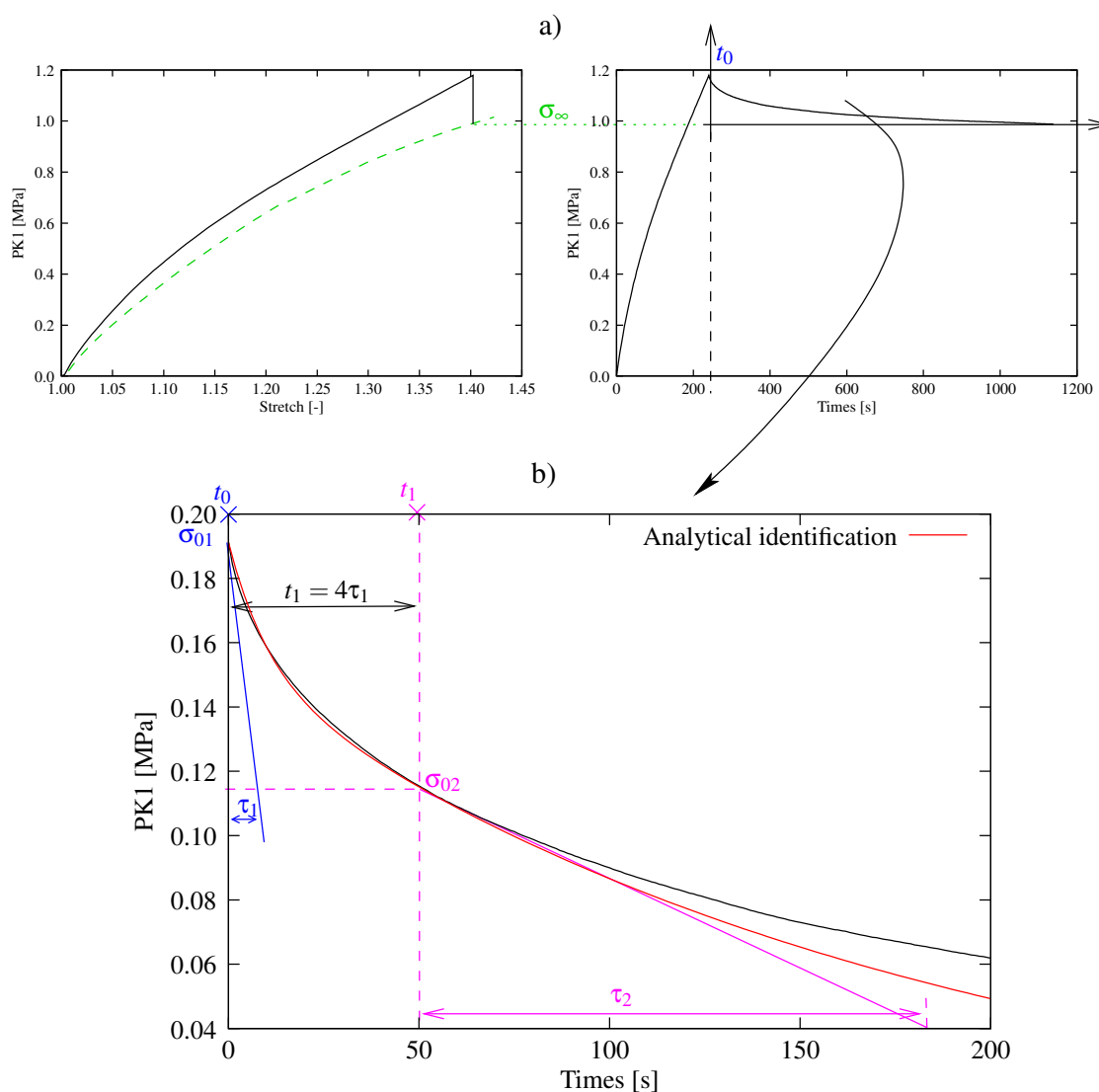


FIG. 3.11 – a) Essai de relaxation en traction en contrainte-élongation et contrainte-temps b) Détermination des temps de relaxation caractéristiques τ_j pour la courbe contrainte-temps décalée.

Considérons, dans un premier temps, une seule branche de Maxwell. Conformément à l'équation 2.25, nous avons :

$$\frac{d\sigma}{dt} = E_1 \left(D - \frac{\sigma}{\eta_1} \right) \quad (3.3)$$

où le taux de déformation D , considérant la longueur initiale l_0 et finale l de l'échantillon, est approché par la relation suivante dans laquelle on utilise une vitesse de déformation d'Almansi :

$$D = \frac{1}{t_0} \frac{1}{2} \left(\frac{l^2 - l_0^2}{l^2} \right) \quad (3.4)$$

Durant la phase de relaxation, l'intégration de l'équation 3.3 donne alors :

$$\sigma(t) = \sigma_{01} \exp\left(\frac{-(t-t_0)}{\tau_1}\right) \quad \forall t \geq t_0 \quad (3.5)$$

où l'on note σ_{01} , la contrainte maximale atteinte à la fin de la phase de chargement, au temps t_0 .

A l'aide de l'équation 3.5, en supposant que $\sigma_{01} = 1$ et $\tau_1 = \frac{\eta_1}{E_1} = 1$, il apparaît, pour un temps supérieur à $4\tau_1$ que la contrainte ne vaut seulement qu'environ :

$$\sigma(t) = \exp(-4) \simeq 0.02 \quad (3.6)$$

Nous montrons par ce résultat que seulement 2% de la première branche de Maxwell a encore une influence sur le comportement en relaxation. Nous supposons donc, dans la suite, qu'entre chaque temps caractéristique, nous avons le temps $t_j \geq 4\tau_j$ pour décrire les essais de relaxation en traction et compression. La figure 3.11.b représente uniquement la phase de relaxation de la contrainte en fonction du temps à partir du temps t_0 , début de la phase de relaxation. Sur cette figure, la valeur σ_∞ est déduite de la contrainte pour n'afficher que la contrainte visqueuse. Graphiquement, en utilisant l'hypothèse $t_j \geq 4\tau_j$, il est possible de déterminer les temps caractéristiques τ_j et les contraintes σ_{0j} correspondants à ces temps caractéristiques.

Connaissant ces temps caractéristiques τ_j , il est nécessaire maintenant de trouver les valeurs E_j et ν_j de chaque branche visqueuse. Nous nous plaçons maintenant dans l'étape de chargement de l'essai de relaxation (où la vitesse de déformation est non-nulle), l'intégration de l'équation 3.3 donne, dans ce cas :

$$\sigma(t) = E_1 \tau_1 D \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) \right) \quad \forall 0 \leq t \leq t_0 \quad (3.7)$$

D'après l'équation (2.27), pour j branches de Maxwell, cette expression peut s'étendre à :

$$\sigma(t) = D \left(\sum_{j=1}^n E_j \tau_j \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_j}\right) \right) \right) \quad (3.8)$$

Ce qui nous permet de déduire la raideur E_j ainsi que la viscosité η_j pour chaque branche j de Maxwell à l'aide des équations :

$$E_j = \frac{\sigma_j(t_0)}{D \tau_j \left(1 - \exp\left(-\frac{t_0}{\tau_j}\right) \right)} \quad \text{and} \quad \eta_j = \tau_j \cdot E_j \quad (3.9)$$

La valeur de $\sigma_j(t_0)$ correspond à la contrainte pour chaque branche de Maxwell durant la phase de chargement.

Nous appliquons cette démarche sur le cas de l'essai de relaxation de la figure 3.11. Nous supposons que deux branches de Maxwell sont suffisantes pour représenter la relaxation sur les temps étudiés. En respectant l'hypothèse $t_1 \geq 4\tau_1$, les temps de relaxation sont mesurés graphiquement et donnent :

- Première branche de Maxwell : $\tau_1 = 10.25s$ et $\sigma_{01} = 0.191$ MPa.
- Seconde branche de Maxwell : $t_1 = 50s$, $\tau_2 = 176.92s$ et $\sigma_{02} = 0.114$ MPa.

D'après l'équation (2.27), en supposant que seule la seconde branche de Maxwell est utilisée, pour le temps $t \geq t_1$, nous avons :

$$\sigma(t) = \sigma_{02} \exp\left(\frac{-(t-t_1)}{\tau_2}\right) \quad \forall t \geq t_1 \quad (3.10)$$

Dans ce cas, durant la phase de chargement :

$$\begin{aligned} \sigma_2(t_0) &= \sigma_{02} \exp\left(\frac{t_1}{\tau_2}\right) = 0.152 \text{ MPa} \\ \sigma_1(t_0) &= \sigma_{01} - \sigma_2(t_0) = 3.9 \times 10^{-2} \text{ MPa} \end{aligned}$$

Pour cet essai de relaxation en traction, le temps de chargement vaut $t_0 = 298.7s$ conduisant à une vitesse de déformation d'Euler-Almansi de : $D = 9.3.10^{-4}s^{-1}$.

Finalement, nous obtenons les paramètres matériau à l'aide de l'équation 3.9, qui sont répertoriés dans le tableau 3.4.

Jusqu'à présent nous avons traité un exemple pour un essai de relaxation en traction afin de montrer le déroulement de la méthode d'identification des paramètres matériau visqueux. Maintenant, pour obtenir un seul jeu de paramètres matériau, valide simultanément en traction et en compression, nous utilisons une moyenne des temps de relaxation en traction et en compression :

$$\bar{\tau}_j = \frac{\tau_{j_{tens}} + \tau_{j_{comp}}}{2} \quad (3.11)$$

où $\tau_{j_{tens}}$ et $\tau_{j_{comp}}$ sont les temps de relaxation en traction et compression.

Dans l'équation (3.9), au lieu de prendre τ_j , nous utilisons $\bar{\tau}_j$, soit $\eta_j = \bar{\tau}_j.E_j$. Les paramètres visqueux ainsi obtenus sont récapitulés dans le tableau 3.5. Les comparaisons entre la modélisation et les étapes de relaxation en traction et en compression sont présentées respectivement sur les figures 3.12 et 3.13.

1 ^{ère} branche de Maxwell	2 nd branche de Maxwell
$E_1 = 4.09$ MPa	$E_2 = 1.139$ MPa
$\eta_1 = 41.96$ MPa.s ⁻¹	$\eta_2 = 201.$ MPa.s ⁻¹

TAB. 3.4 – Paramètres visqueux déterminés analytiquement à l'aide des temps de relaxation en traction.

Les paramètres visqueux obtenus uniquement pour l'essai de relaxation en compression sont récapitulés dans le tableau 3.6. La comparaison avec les paramètres du tableau 3.5, montre que seulement le premier module d'Young E_1 et la seconde viscosité η_2 sont différents.

1 ^{ère} branche de Maxwell	2 nd branche de Maxwell
$E_1 = 2.6 \text{ MPa}$	$E_2 = 0.93 \text{ MPa}$
$\eta_1 = 33.4 \text{ MPa.s}^{-1}$	$\eta_2 = 169.15 \text{ MPa.s}^{-1}$

TAB. 3.5 – Paramètres visqueux déterminés analytiquement à l’aide du calcul de la moyenne des temps de relaxation en traction et en compression.

1 ^{ère} branche de Maxwell	2 nd branche de Maxwell
$E_1 = 1.55 \text{ MPa}$	$E_2 = 0.75 \text{ MPa}$
$\eta_1 = 23.85 \text{ MPa.s}^{-1}$	$\eta_2 = 139. \text{ MPa.s}^{-1}$

TAB. 3.6 – Paramètres visqueux déterminés analytiquement pour deux branches de Maxwell pour l’essai de relaxation en compression seulement.

3.2.3 Comportement global des essais de chargement interrompu par des relaxations

Enfin, l’utilisation des paramètres hyperélastique et hystérétique du tableau 3.2 et des paramètres visqueux du tableau 3.5 nous permet une comparaison entre les essais expérimentaux et la modélisation pour les essais de chargement en traction et compression interrompu par des relaxations. Les résultats sont présentés sur les figures 3.14 à 3.17. Une bonne description de ces essais est obtenue avec cette méthode d’identification. L’identification nous a permis de mettre en évidence l’influence de chacune des contributions du modèle de comportement HVH. Elle permet de mieux prendre en compte les différents phénomènes physiques observés sur les essais de chargement interrompu par des relaxations tout en discernant chaque contribution clairement. Même avec cette méthode il apparaît que la contribution hystérétique reste relativement faible. A température ambiante, seule la partie hyperélastique et la viscosité restent dominantes sur le comportement mécanique global.

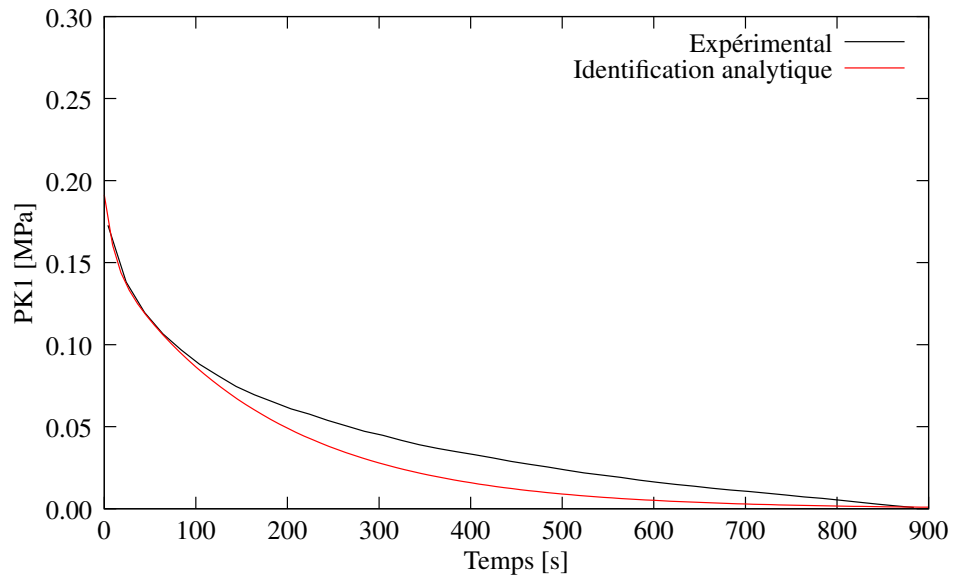


FIG. 3.12 – Courbe de relaxation en traction identifiée analytiquement sur la courbe pour une translation verticale de la contrainte non visqueuse.

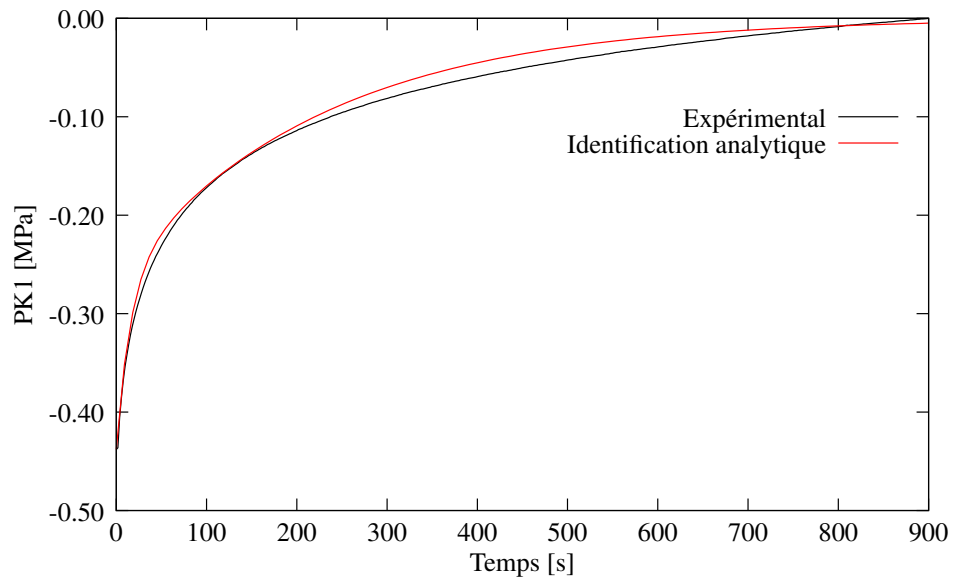


FIG. 3.13 – Courbe de relaxation en compression identifiée analytiquement sur la courbe pour une translation verticale de la contrainte non visqueuse.

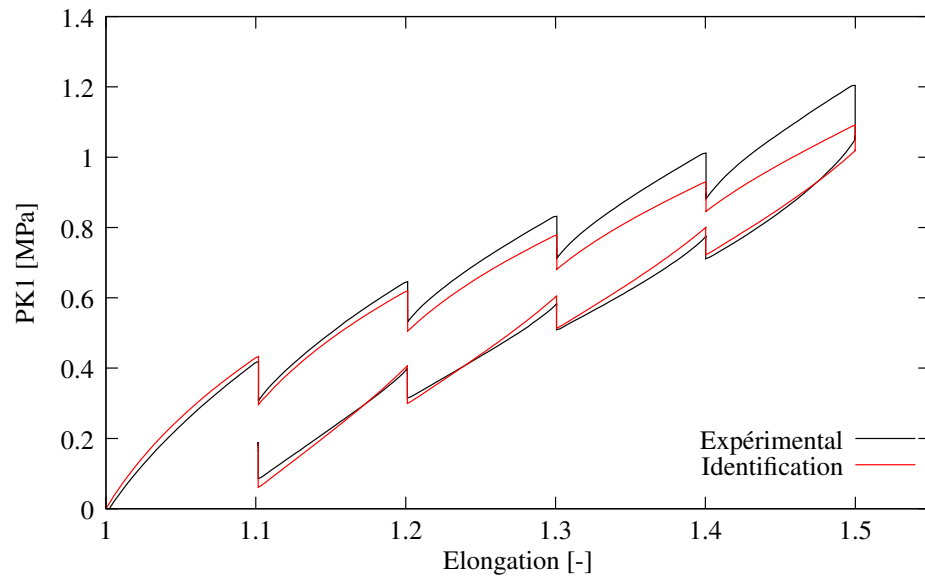


FIG. 3.14 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en traction en contrainte-élongation.

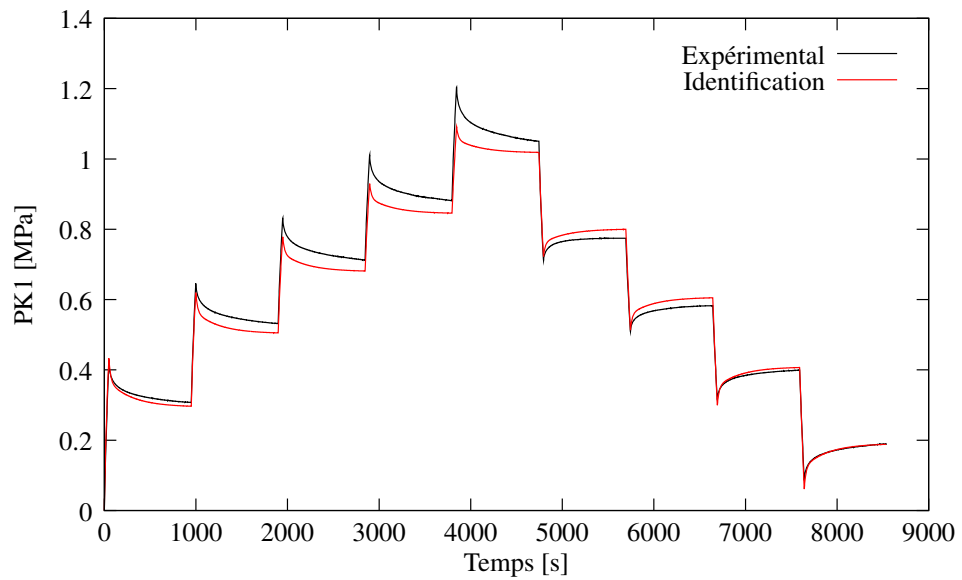


FIG. 3.15 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en traction en contrainte-temps.

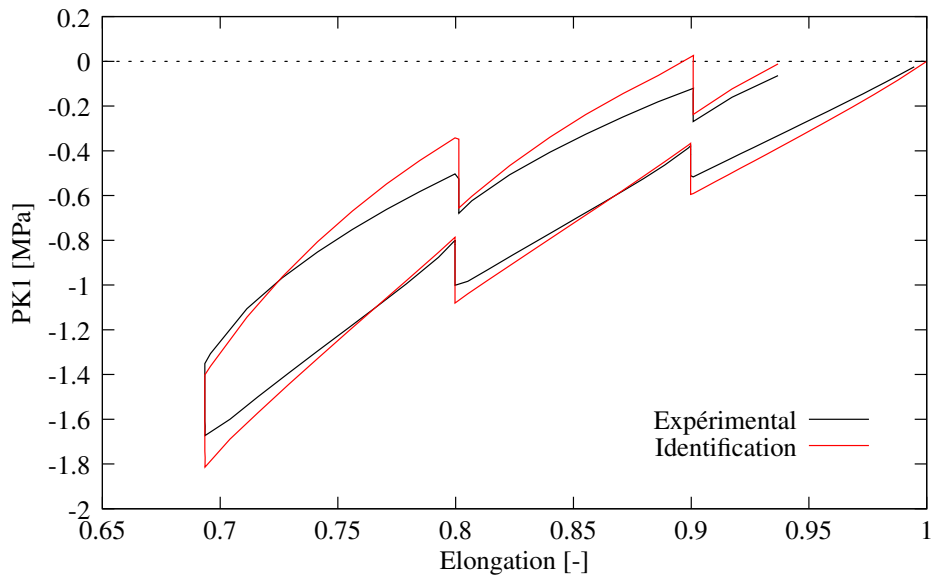


FIG. 3.16 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en compression en contrainte-élongation.

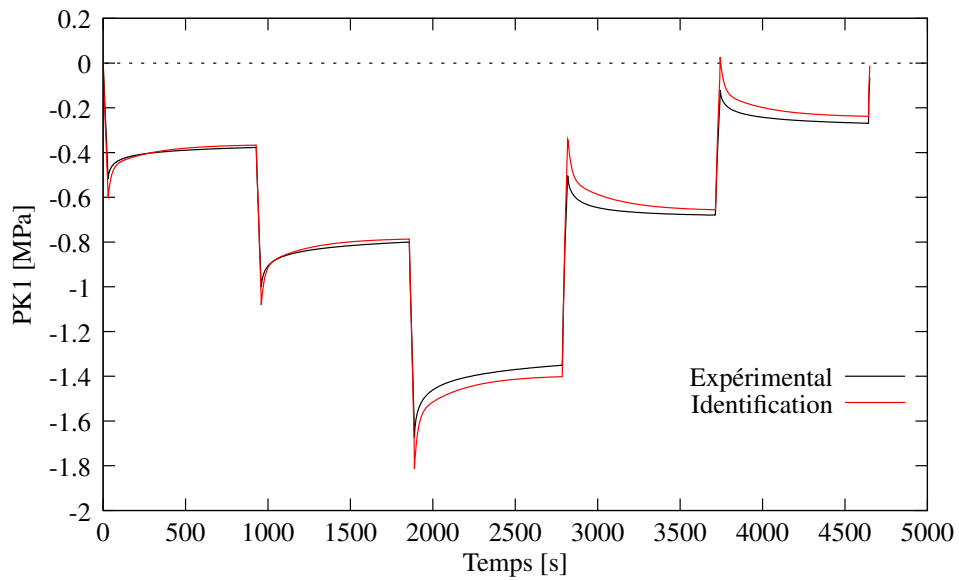


FIG. 3.17 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en compression en contrainte-temps.

3.3 Validation

Afin de vérifier la validité du modèle HVH, les paramètres matériaux obtenus précédemment, grâce aux différentes méthodes d'identification, ont été testés sur des cas de chargement n'ayant pas servi pour l'identification des coefficients. La prédiction de ce modèle a aussi été confrontée aux résultats expérimentaux obtenus sur un joint industriel sous sollicitation mécanique de service.

3.3.1 Tests homogènes

Dans un premier temps, les premiers cycles de charge-décharge en traction et en compression (figures 3.18 et 3.19) ont été simulés en comparant les résultats des deux méthodes d'identification. De plus, les essais en traction et en compression ont aussi été simulés pour trois cycles de chargement (figures 3.20 et 3.21) ainsi que les courbes de chargement successifs en traction et compression (figures 3.22 et 3.23). Sur les courbes 3.20 à 3.23, seuls les résultats avec l'identification avec la deuxième méthode sont présentés.

Le tableau 3.7 récapitule les valeurs de la fonction coût obtenues avec les différentes méthodes d'identification. Une distinction est faite pour la seconde méthode puisque dans un premier temps les identifications ont été réalisées à l'aide des courbes en traction et en compression simultanément (trac-comp) puis chaque essai séparément (trac et comp).

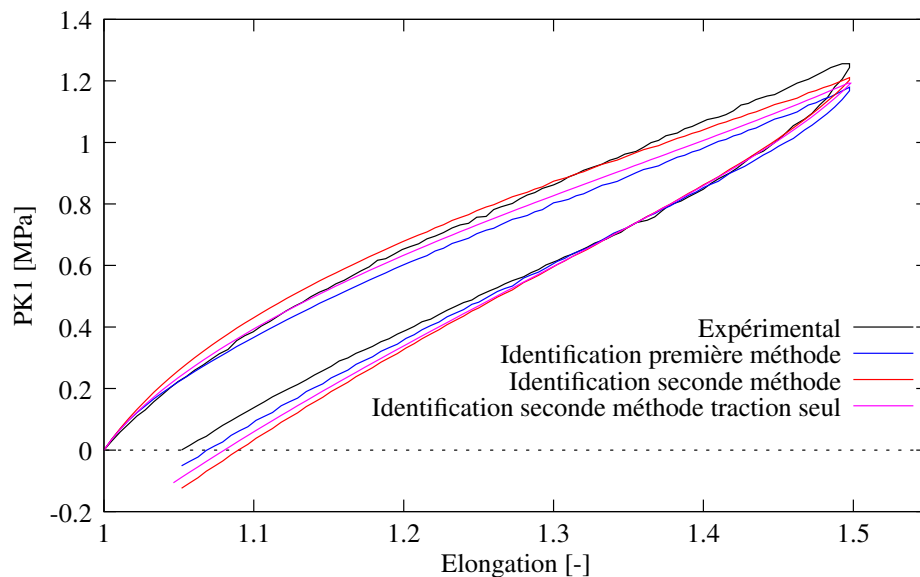


FIG. 3.18 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation à l'aide des deux méthodes d'identification pour l'essai de traction cyclique.

Pour les courbes représentant une seule boucle de charge-décharge, nous pouvons constater que nous avons une relativement bonne corrélation entre la courbe expérimentale et les réponses numériques quelle que soit la méthode d'identification. Toutefois de meilleurs résultats sont obtenus pour l'essai en traction par rapport à celui en compression avec la seconde méthode d'identification. Les valeurs de la fonction coût sur le tableau 3.7 permettent de quantifier les écarts observés sur les courbes et ainsi de valider la différence qui est apparue sur l'essai de compression entre les deux méthodes d'identification. L'identification indépendante de la traction et de la compression

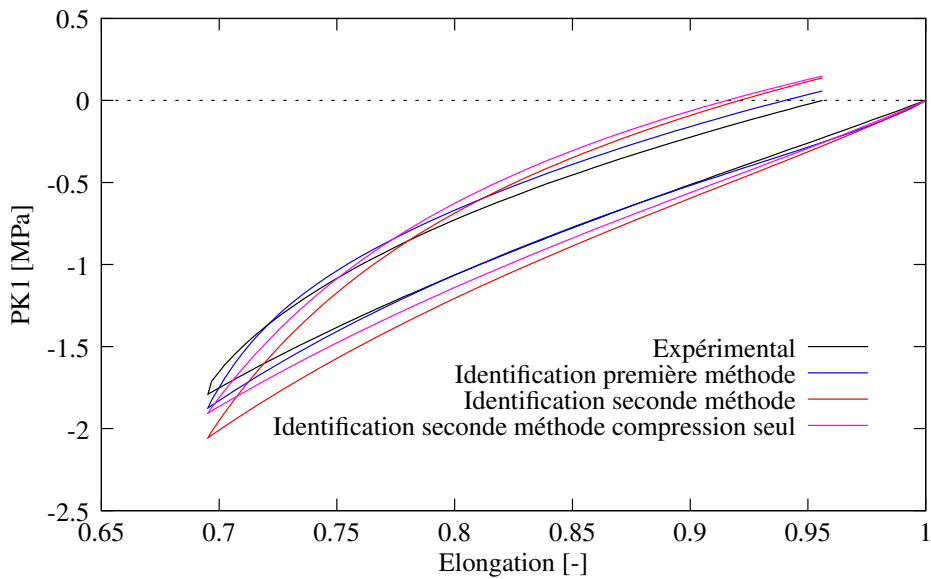


FIG. 3.19 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation à l’aide des deux méthodes d’identification pour l’essai de compression cyclique.

avec la deuxième méthode permet d’améliorer la représentation des essais simulés comme nous pouvons le constater sur les courbes, mais aussi à l’aide de la fonction coût.

	Fonction coût			
	1 ^{ère} méthode	2 nd méthode trac-comp	2 nd méthode trac	2 nd méthode comp
trac 1 cycle	0.229	0.209	0.181	—
trac 3 cycles	0.1180	0.268	0.166	—
trac successif	0.261	0.412	0.171	—
comp 1 cycle	0.202	2.064	—	0.608
comp 3 cycles	0.292	2.04	*	0.606
comp successif	0.359	2.08	*	0.487

TAB. 3.7 – Valeurs de la fonction coût en fonction de la méthode d’identification et des essais utilisés.

Sur les figures 3.20 et 3.21, les essais de chargement avec trois cycles ont été tracés uniquement avec la réponse de la seconde méthode d’identification par soucis de lisibilité. La fonction coût pour ces essais nous permet de réaliser que nous obtenons des résultats très proches des courbes expérimentales quelque soit la méthode d’identification. Le modèle est tout à fait capable de représenter des essais cycliques grâce à la présence de l’hystérésis au sein du modèle. Nous observons bien la reproduction de l’effet Mullins du matériau pour la courbe numérique quelque soit le sens de sollicitation, alors que nous n’avons pas introduit de traitement particulier concernant cet effet. A priori ceci vient du fait de l’utilisation de l’hystérésis qui par construction prend en compte comme variable particulière le chargement maximum atteint au cour d’une boucle. Ce chargement maximum semble être (en tout cas au niveau phénoménologique) l’élément clef gérant l’effet Mullins.

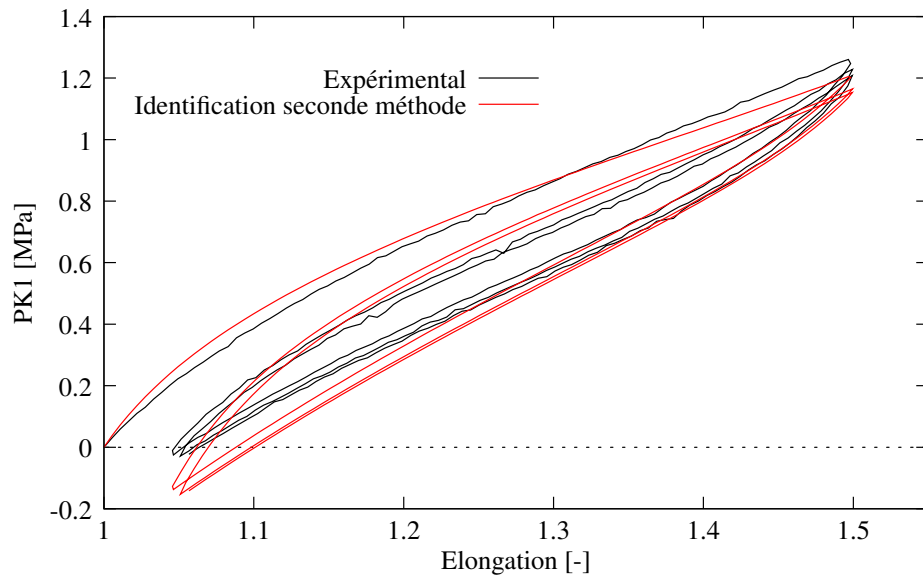


FIG. 3.20 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation à l'aide de la seconde méthode pour l'essai de traction sur 3 cycles.

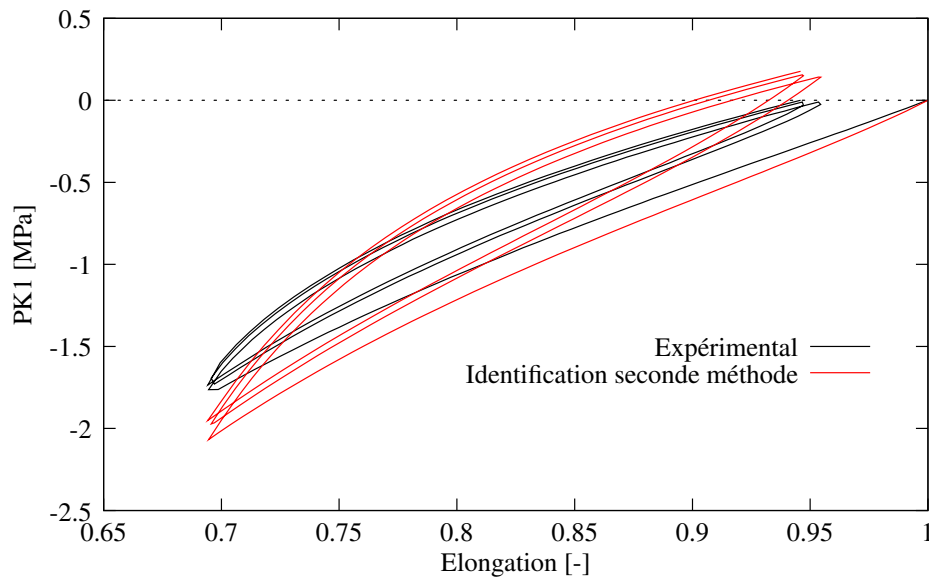


FIG. 3.21 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation à l'aide de la seconde méthode pour l'essai de compression sur 3 cycles.

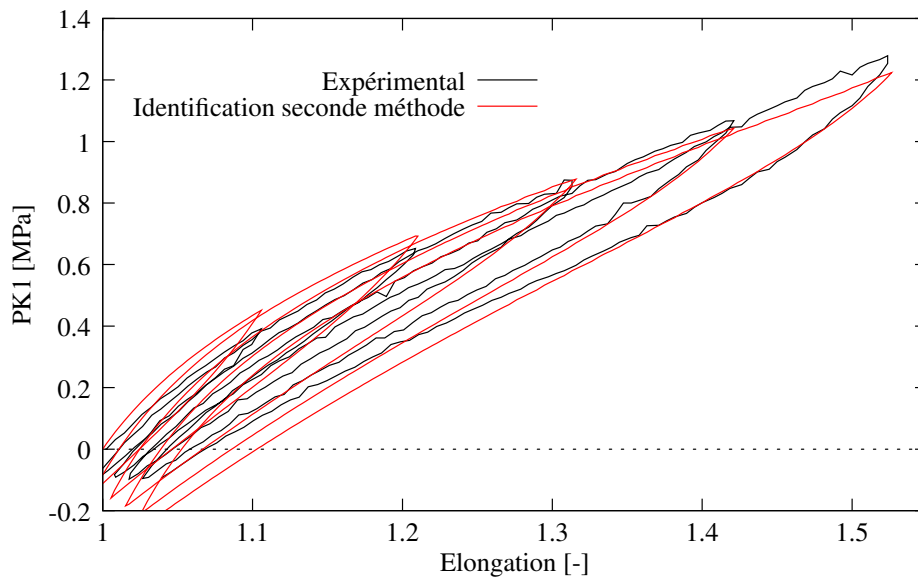


FIG. 3.22 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation pour l’essai de tractions successives.

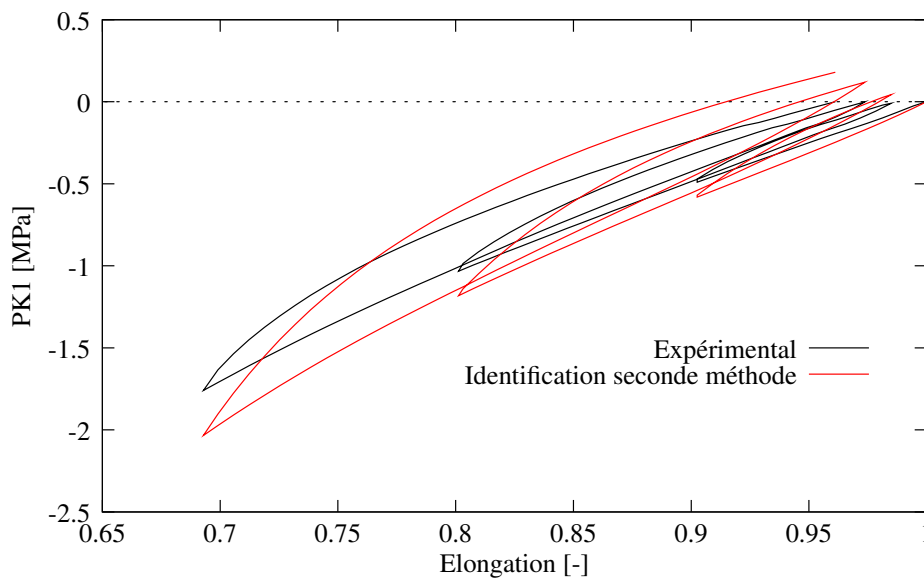


FIG. 3.23 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation pour l’essai de compressions successives.

Les résultats numériques obtenus pour les courbes de chargements successifs en traction et compression (figures 3.22 et 3.23) montrent un comportement très proche des essais expérimentaux surtout pour la courbe en traction (figure 3.22).

3.3.2 Essais de relaxation sur un joint

Essai expérimental

Pour vérifier la pertinence du modèle HVH utilisé, nous avons souhaité simuler le comportement d'un joint placé dans une gorge. Ce joint a pour rôle d'assurer l'étanchéité d'un système de filtre à huile. Un dispositif expérimental a donc été conçu (figure 3.24) pour reproduire les sollicitations d'un joint dans une gorge.



FIG. 3.24 – Dispositif expérimental d'un joint dans une gorge reproduisant un système de filtre à huile.

Ce dispositif est placé au sein d'une machine de traction. Nous venons mettre en place le joint dans la gorge (aucun jeu n'est présent entre la gorge et le joint). Le plateau de compression sert de piston pour comprimer le joint durant notre essai expérimental. Ces essais ont été répétés à trois reprises pour vérifier la reproductibilité des résultats.

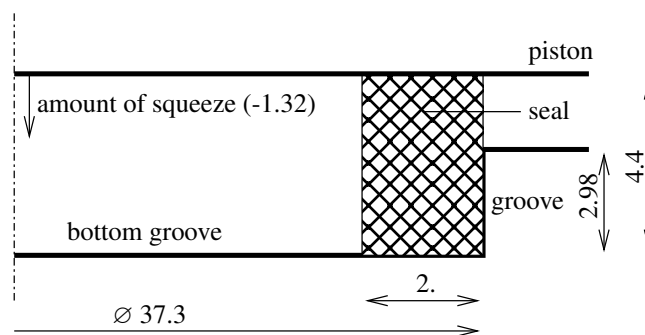


FIG. 3.25 – Schéma de la géométrie du joint dans la gorge.

Sur le schéma représenté sur la figure 3.25, nous pouvons voir une coupe transversale du dispositif où sont récapitulées toutes les dimensions du joint ainsi que celles de la gorge. Pour cet essai nous imposons un niveau de déformation de 30% correspondant à un déplacement de 1.32mm suivi d'une relaxation pendant 900s. La figure 3.26 montre les résultats expérimentaux obtenus en terme de la contrainte PK1 en fonction du temps.

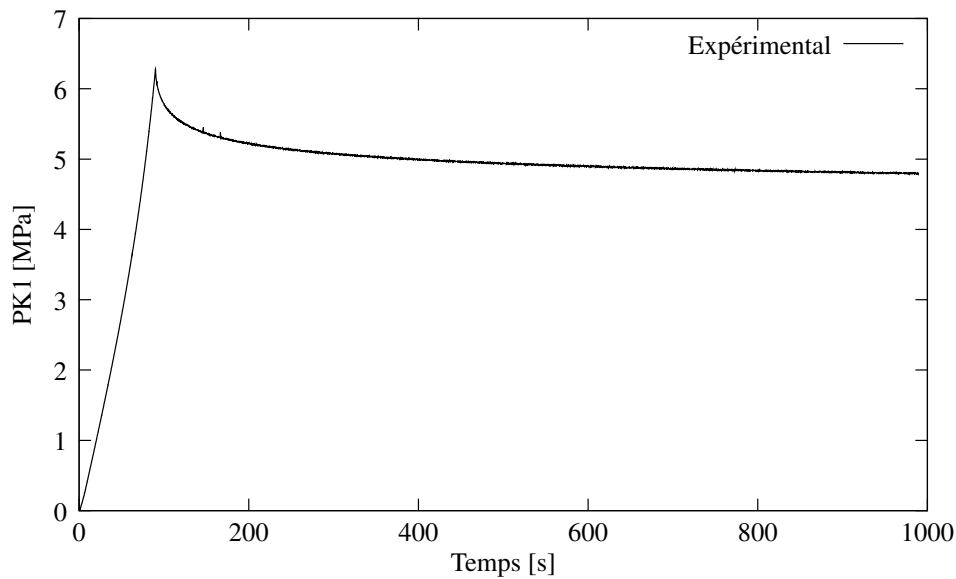


FIG. 3.26 – Evolution expérimentale du joint en relaxation pour la contrainte en fonction du temps.

Modélisation

L'étude numérique consiste à modéliser l'essai de relaxation effectué sur un joint à l'aide du dispositif représenté schématiquement sur la figure 3.25.

Des simulations numériques ont été effectuées avec le logiciel d'élément finis ABAQUS relié au code de calcul de laboratoire HERZHZ++ [Rio et al., 2008]. Le code HERZHZ++ calcule le comportement mécanique des matériaux et une interface effectue une procédure de communication entre ABAQUS et HERZHZ++ à l'aide de la procédure d'UMAT dédiée à l'implantation de loi de comportement utilisateur dans abaqus.

Seule une section de un degré est modélisée avec 48 éléments hexaédriques de type C3D8, sur laquelle sont appliquées des conditions d'axi-symétrie (figure 3.27). Le piston (surface supérieure) et la gorge sont représentés comme des corps rigides. Le frottement entre les surfaces et le joint est négligé étant donné que les plateaux en contact avec le joint sont lubrifiés lors des essais expérimentaux.

Les courbes de contrainte en fonction du temps sont reportées sur la figure 3.28. Des simulations numériques sont effectuées avec deux types de paramètres matériaux : d'abord avec les paramètres matériau identifiés en traction et en compression simultanément (tableaux 3.2 et 3.5) puis avec les paramètres matériau obtenus avec seulement les essais en compression (tableaux 3.3 et 3.6).

La réponse numérique avec les paramètres matériau obtenus en traction et compression simultanément offre une évolution assez proche de la courbe expérimentale, malgré tout avec une contrainte maximale surestimée. Par contre, la réponse numérique avec les paramètres matériau obtenus en compression seulement caractérise de manière très satisfaisante le comportement du joint. Ces résultats prouvent que la sollicitation en compression prédomine pour cette pièce en service.

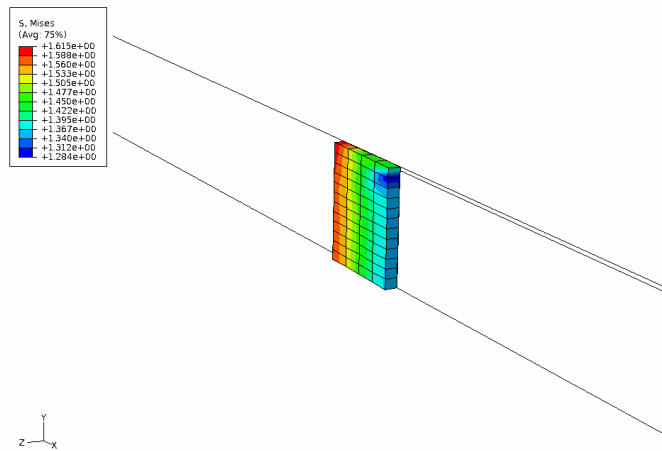


FIG. 3.27 – Représentation du maillage déformé à la fin de la relaxation du joint.

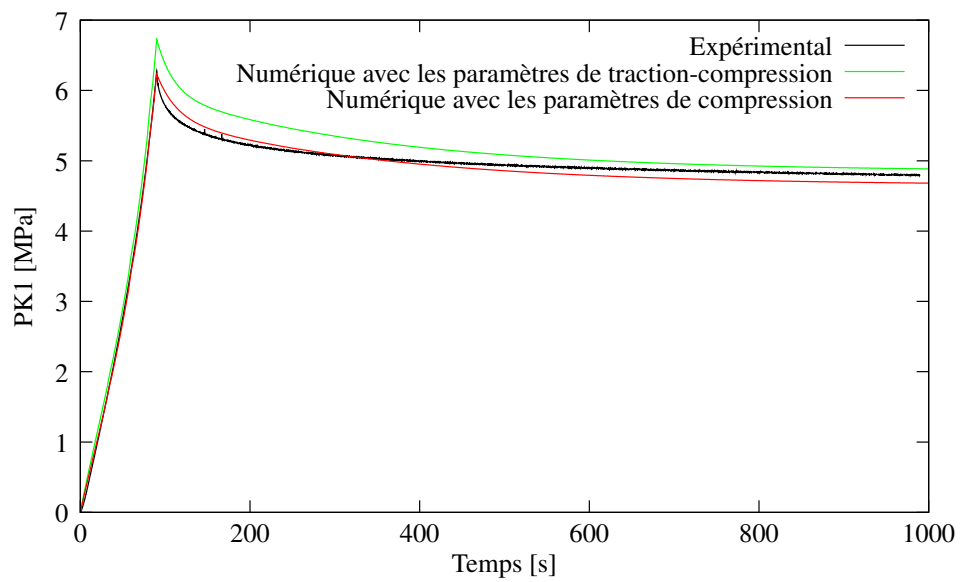


FIG. 3.28 – Comparaison entre l'expérimental et le numérique pour le joint en relaxation dans la gorge.

3.4 Conclusion

En conclusion, nous avons testé deux méthodes pour identifier les paramètres matériau du modèle HVH. L'une est basée sur une démarche classique voulant identifier tous les paramètres en une seule fois. L'autre a pour objectif de mieux prendre en compte les différentes contributions. L'identification des paramètres visqueux est obtenue avec les essais de relaxation. L'hyperélasticité et l'hystérésis (l'état d'équilibre) sont caractérisées à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations.

Nous avons pu constater à travers les différentes simulations que la première et la seconde méthode d'identification reproduisent de façon correcte le comportement du matériau. Nous avons fait le choix de conserver la seconde méthode d'identification car elle nous permet de mieux contrôler les différents phénomènes physiques rencontrés lors des essais expérimentaux.

L'identification montre un comportement différent en traction et compression ce qui est classique pour les élastomères et correspond ainsi à une dépendance au confinement. Une première solution simple adoptée ici a été de moyenniser les deux comportements. La réponse est globalement correcte mais évidemment moins précise que chaque comportement individuel. Une meilleure solution est de prendre en compte un comportement dépendant du confinement, c'est-à-dire d'une manière pratique à la pression. Ceci peut-être réalisé simplement par une loi des mélanges entre les deux comportements précédemment identifiés. Un premier travail est en cours dans ce sens mais il n'est pas encore finalisé.

Avec les paramètres matériau de la seconde identification, nous avons validé nos résultats sur un joint sous sollicitation de relaxation en compression. A travers les divers résultats obtenus pour la validation du modèle, nous pouvons conclure que nous reproduisons de manière assez fidèle le comportement du matériau à température ambiante.

Chapitre 4

Influence de la température sur le comportement mécanique du matériau

Jusqu'ici nous avons analysé le comportement de notre matériau uniquement à température ambiante. L'objectif de ce chapitre est d'observer l'influence de la température sur les propriétés mécaniques de l'élastomère à l'aide d'essais similaires à ceux effectués à température ambiante.

L'évolution du comportement des polymères dépend classiquement de la température. Comme nous l'avons déjà vu (paragraphe 1.1.2), au-dessus de la température de transition vitreuse, l'élastomère affiche un comportement élastique réversible. Par contre au dessous de cette température le matériau devient rigide et fragile en raison des mouvements limités des chaînes, entraînant de ce fait une augmentation du module d'Young en traction (figure 4.1).

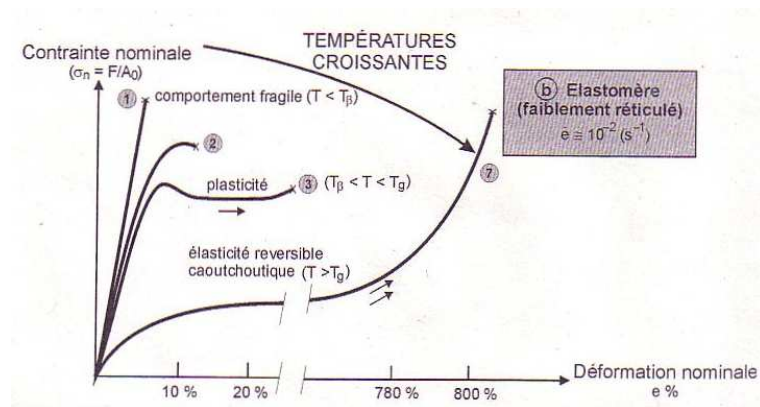


FIG. 4.1 – Schéma de l'évolution des courbes de charge-déplacement en traction d'un élastomère en fonction de la température [Combette and Ernoult, 2006].

Nous allons montrer au travers de plusieurs essais expérimentaux réalisés à différentes températures que notre matériau possède un tel comportement. Pour effectuer ces essais, nous avons utilisé la machine de traction INSTRON 4505 (utilisée pour les essais à température ambiante), équipée d'une enceinte thermique régulée. Les basses températures ont été atteintes à l'aide d'azote liquide. Dans le but de vérifier l'homogénéité de la distribution de la température, un échantillon témoin a été équipé d'un thermocouple en son centre pour contrôler la température. Les essais ont été réalisés après une mise en température préalable de l'enceinte thermique et des échantillons pendant 1h30. Pour tous les essais de compression, un lubrifiant est appliqué sur les plateaux de compres-

sion pour éviter l'effet tonneau. Les mesures des déformations pour les essais de traction ont été réalisées à l'aide d'une caméra vidéo placée en dehors de l'enceinte thermique.

4.1 Essais cycliques de charge/décharge en traction et en compression

Pour ce type d'essais, trois cycles de charge-décharge en traction et en compression ont été réalisés à des températures allant de -30°C à 100°C . La vitesse de déformation appliquée est de $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les taux de déformation imposés sont les mêmes que ceux présentés pour les essais à température ambiante (section 2.3.2).

4.1.1 Comportement à des températures supérieures à la température ambiante

Dans la gamme de température étudiée, nous pouvons observer sur la figure 4.2 que les hautes températures ont peu d'influence sur le comportement mécanique du matériau. Le comportement global du matériau varie faiblement par rapport à celui enregistré à température ambiante et ce même aux températures d'essai relativement élevées. Toutefois nous pouvons noter une légère diminution de la contrainte ainsi qu'une réduction des boucles hystérétiques visible plus nettement à 100°C .

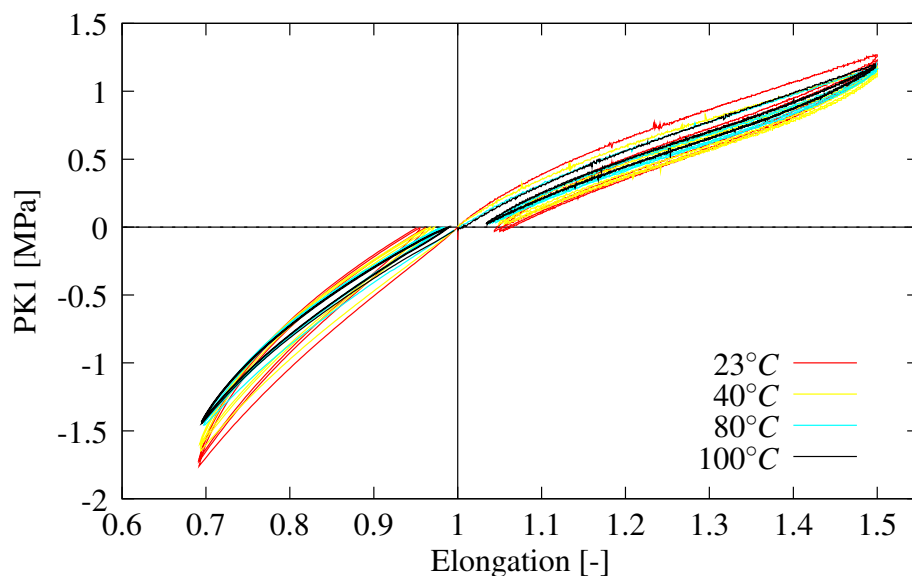


FIG. 4.2 – Essais de charge/décharge en traction et en compression pour des températures comprises entre 23°C et 100°C .

4.1.2 Comportement à des températures inférieures à la température ambiante

Les essais à basse température sont présentés sur les figures 4.3 et 4.4. Il faut noter que les résultats d'essais étaient difficilement reproductibles aux températures de -15°C et -20°C . A ces températures, nous nous situons dans la plage de la transition vitreuse induisant le changement d'état du matériau d'où une certaine instabilité de celui-ci lors des essais mécaniques. Au cours des essais réalisés à -30°C et à -35°C les éprouvettes de traction ont cassé pour des déformations de 50% et de 40% respectivement ce qui n'a pas permis de réaliser les chargements cycliques envisagés. Cela pourrait faire l'objet d'une étude sur l'endommagement [Fond, 2001] (critère de cavitation, rupture et autre) pour ce matériau mais en fonction de la température.

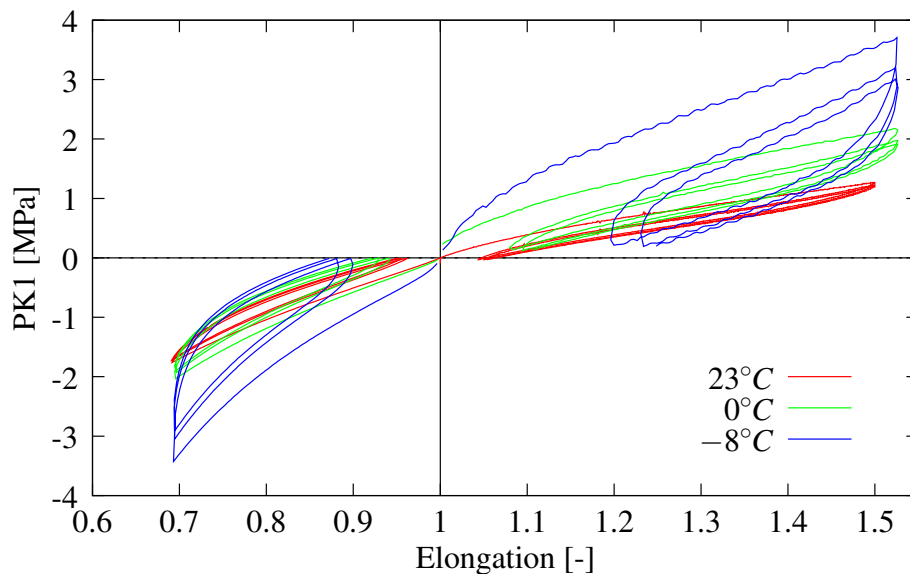


FIG. 4.3 – Essais de charge/décharge en traction et en compression pour des températures comprises entre 23°C et -8°C ($T > T_g$).

Les courbes présentées sur les figures 4.3 et 4.4 permettent de dégager certaines conclusions :

- une non symétrie entre les essais de traction et de compression qui s'accroît avec la diminution de la température.
- une évolution non-linéaire, plus fortement marquée avec la baisse de la température.
- une déformation rémanente obtenue après le déchargement qui n'est plus négligeable et qui augmente fortement dès -15°C .
- un changement radical de comportement pour des températures inférieures à -15°C , montrant à nouveau l'influence du passage en dessous de la T_g : augmentation de la raideur et de la contrainte maximale.
- pour des températures inférieures à la température de transition vitreuse ($T < -20^{\circ}\text{C}$), une apparition d'un début de plateau qui pourrait s'apparenter aux phénomènes de plasticité observés pour les polymères et les matériaux métalliques. Ce changement de comportement, observé à des températures inférieures à la température de transition vitreuse, est dû à la rigidification des chaînes du matériau.

Ce comportement, en fonction de la température, a été aussi observé, par [Gorce et al., 1993], sur

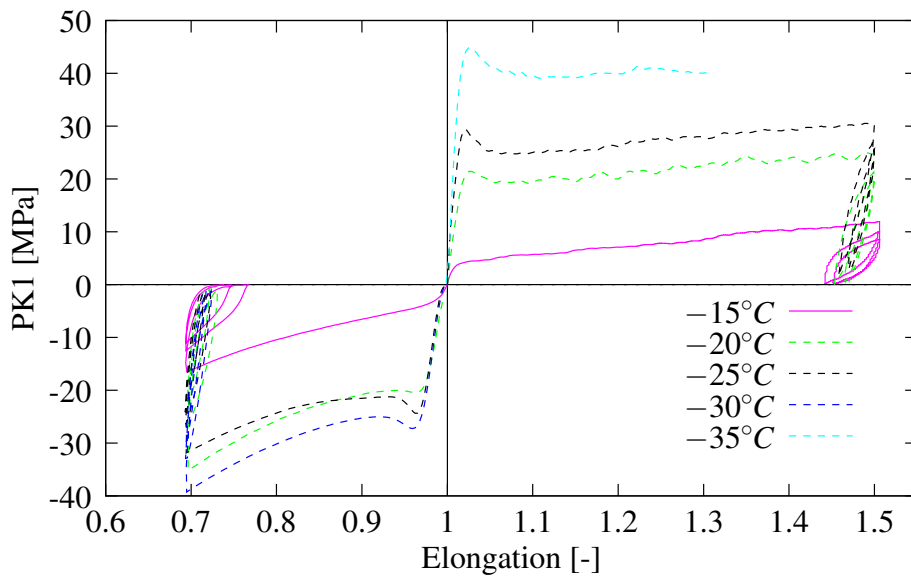


FIG. 4.4 – Essais de charge/décharge en traction et en compression pour des températures comprises entre -15°C et -35°C ($T < T_g$).

un polyéther polyuréthane (ayant une température de transition vitreuse de -68°C) pour des essais de traction à différentes températures allant de -115 à 25°C et de 25 à 105°C comme l'indiquent, respectivement, les figures 4.5 a et 4.5 b. Ces essais ont montré que le module du matériau à l'état caoutchoutique est proche de 1MPa et il augmente jusqu'à 100MPa à l'état vitreux. De plus, la limite élastique apparaît pour des déformations plus faibles lorsque la température diminue.

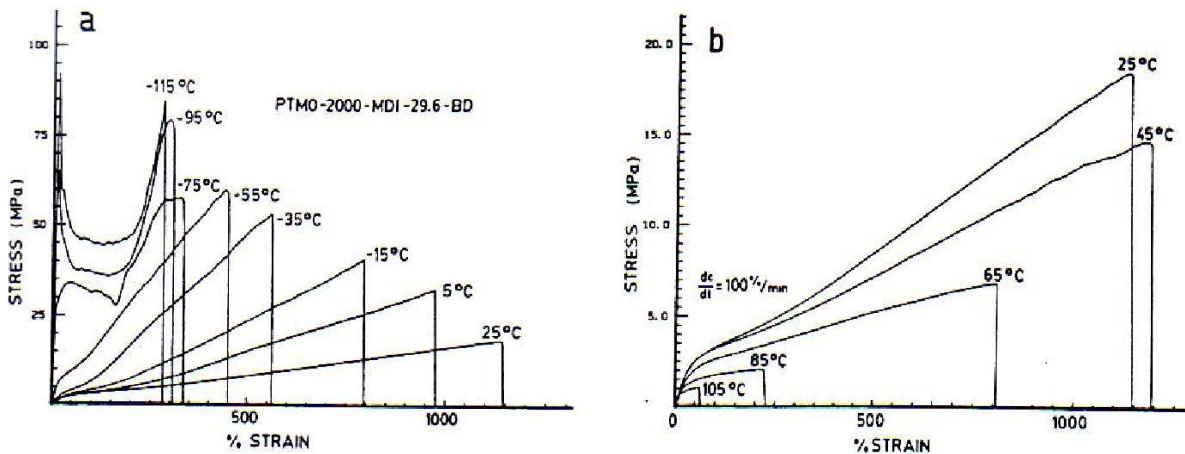


FIG. 4.5 – Courbes contrainte-déformation en traction d'un polyéther polyuréthane en fonction de la température allant de a) -115 à 25°C et de b) 25 à 105°C [Gorce et al., 1993].

Beatty et Davies [Beatty and Davies, 1950] ont aussi étudié l'évolution du module élastique pour différents élastomères en fonction de la température. Les résultats sont présentés sur la figure 4.6 en terme de module en fonction de la température. On peut constater une augmentation importante de ce module pour de très faibles températures, en particulier lorsque l'on passe en dessous de la température de transition vitreuse.

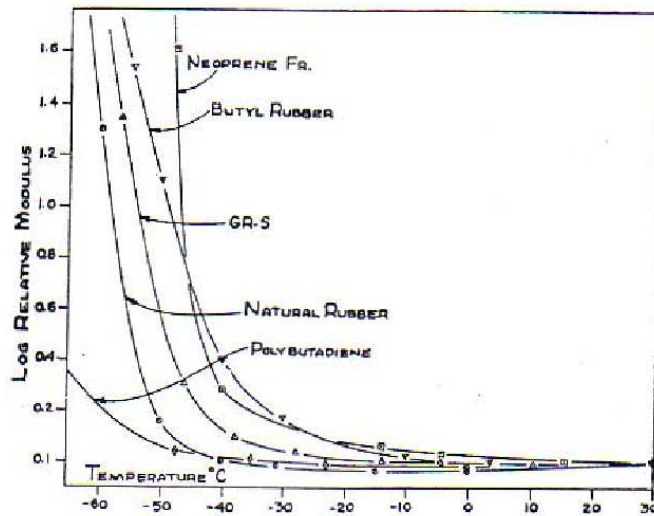


FIG. 4.6 – Evolution du module en fonction de la température pour différents élastomères [Beatty and Davies, 1950].

Ce comportement a été également constaté pour les thermoplastiques en dessous de la température de transition vitreuse [Richeton et al., 2006, Arruda et al., 1995, Bergström and Boyce, 1998] qui se situe vers les hautes températures.

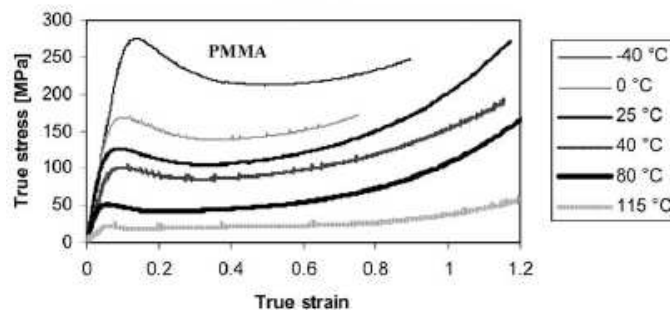


FIG. 4.7 – Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un polymère thermo-plastique (PMMA) sur une plage de température allant de -40°C à 180°C pour une vitesse de déformation de 0.01s^{-1} . [Richeton et al., 2006]

A travers nos essais mécaniques, dans la gamme de température étudiée, nous pouvons constater que le changement d'état présent pour les polymères a bien été mis en évidence sur l'élastomère étudié. Nous retrouvons le comportement classique d'un élastomère en fonction de la température. L'élastomère fluoré passe d'un comportement viscoélastique classique à l'état caoutchoutique au dessus de la T_g , à un comportement équivalent à un polymère visqueux et relativement plus dur à l'état vitreux, en dessous de la T_g . En dessous de la température de transition vitreuse, le comportement de l'élastomère étudié est donc similaire à celui des thermoplastiques à température ambiante, s'approchant d'un comportement élasto-viscoplastique, comme l'illustre la figure 4.7.

Pour analyser plus précisément l'influence de la température et surtout de la T_g sur le comportement global du matériau étudié, nous avons évalué certaines propriétés macroscopiques de ce matériau en fonction de la température. Le tableau 4.1 présente différentes variables mesurées sur les courbes de traction et de compression pour la première boucle. Les données récapitulées

concernent la contrainte maximale atteinte à la fin du premier chargement, l'élongation rémanente obtenue à la fin du premier déchargement et l'aire de la boucle de la première charge.

Temp [°C]	Traction			Compression		
	σ_{max} [MPa]	Aire	λ_{rem}	σ_{max} [MPa]	Aire	ϵ_{rem}
100	1.2012	0.5846	1.0382	-1.4488	0.3252	0.9892
80	1.2026	0.6393	1.0379	-1.4559	0.3415	0.9836
40	1.1712	0.6142	1.049	-1.6473	0.4091	0.972
23	1.3625	0.7016	1.0437	-1.7597	0.4165	0.9613
0	2.175	1.1458	1.08	-2.0338	0.4423	0.9407
-8	3.7062	1.531	1.1961	-3.4254	0.6192	0.8995
-15	11.975	2.8648	1.4422	-16.5257	2.8648	0.7667
-20	24.9625	11.105	1.4658	-35.1456	7.459	0.7307
-25	30.5	14.064	1.458	-31.8711	7.2706	0.7225
-30				-39.2624	8.7836	0.7235

TAB. 4.1 – Evolution de la contrainte maximale σ_{max} , de l'aire pour la première boucle et de l'élongation rémanente λ_{rem} en fonction de la température pour les essais de compression et traction.

L'évolution de la contrainte maximale est tracée sur la figure 4.8 en fonction de la température pour les essais de traction et compression dans une échelle semi-logarithmique. Les deux courbes sont relativement proches l'une de l'autre sur toute la plage de température analysée. Elles atteignent leurs valeurs maximales à -30°C et chutent brutalement en fonction de la température pour tendre vers une asymptote horizontale au delà de 0°C . A partir d'une température proche de la transition vitreuse de -15°C , nous notons une forte modification des propriétés mécaniques due au changement d'état du matériau.

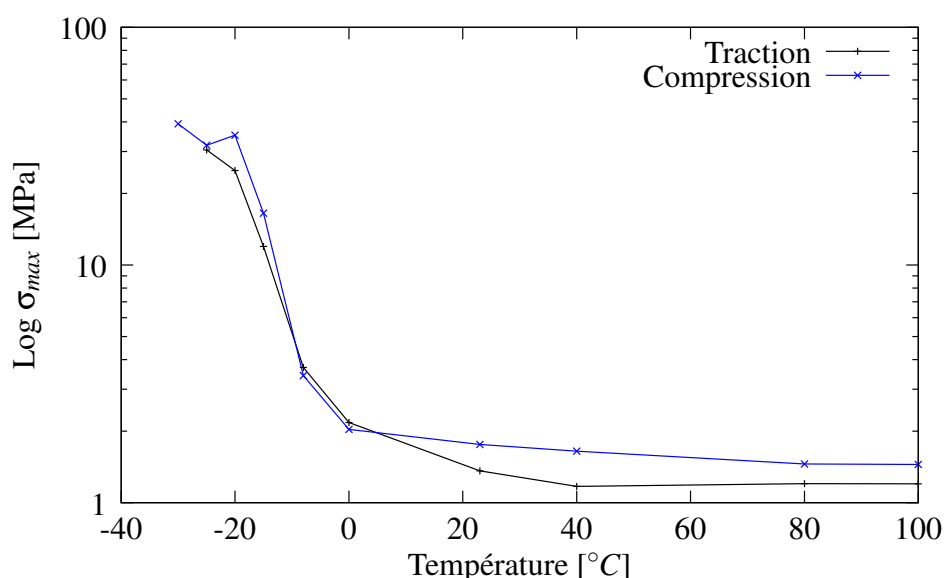


FIG. 4.8 – Évolution de la contrainte maximale absolue atteinte en fin de chargement, σ_{max} , pour la traction et la compression en fonction de la température.

4.1.3 Estimation de l'auto-échauffement sous sollicitation

Nous avons souhaité estimer l'importance de l'auto-échauffement dans le matériau sous sollicitation mécanique pour connaître l'influence de ce paramètre sur le comportement du matériau et, le cas échéant, tenter de le prendre en compte dans le modèle de comportement.

Pour évaluer l'auto-échauffement du matériau au cours des essais décrits précédemment, nous nous plaçons dans le cas le plus défavorable. C'est à dire que nous considérons un cas adiabatique sans aucun échange de chaleur avec l'air et où la sollicitation mécanique est complètement transformée en chaleur.

Pour le cas d'un échauffement adiabatique, l'équation de la chaleur permet de trouver l'évolution de la température d'un milieu sujet à dissipation mécanique. A partir de l'équation de conservation de l'énergie [Lemaitre and Chaboche, 2001], cette équation de la chaleur est donnée par :

$$\rho C_p \dot{T} = \sigma : \dot{\varepsilon}^p + A_k \dot{V}_k + r + k\Delta T + T \left[\frac{\partial \sigma}{\partial T} : \dot{\varepsilon}^e + \frac{\partial A_k}{\partial T} \dot{V}_k \right] \quad (4.1)$$

où T est la température, C_p la capacité thermique massique, ρ la masse volumique, σ est le tenseur des contraintes, $\dot{\varepsilon}^e$ est le tenseur des déformations thermoélastiques (comprenant éventuellement la dilatation thermique) et $\dot{\varepsilon}^p$ est le tenseur des déformations plastiques pour les matériaux métalliques et plus généralement non élastique.

Dans cette équation, on montre également que :

- Pour une évolution adiabatique, on a : $k\Delta T = 0$ où k représente la conductivité thermique.
- S'il n'y a pas de production interne de chaleur créée par des sources externes, alors $r = 0$.
- S'il n'y a pas de couplage thermomécanique alors : $\frac{\partial \sigma}{\partial T} : \dot{\varepsilon}^e = 0$ et $\frac{\partial A_k}{\partial T} \dot{V}_k = 0$.

Les variables internes $A_k \dot{V}_k$ représentent l'énergie non récupérable stockée dans le matériau. Pour les métaux, cette énergie est celle des champs de micro-contraintes résiduelles accompagnant l'augmentation de la densité des dislocations. Elle ne représente que 5 à 10% de $\sigma : \dot{\varepsilon}^p$ et est souvent négligée. Dans notre cas, nous la négligerons aussi. Avec nos hypothèses, l'équation de l'échauffement adiabatique devient alors :

$$\sigma : \dot{\varepsilon}^p = \rho C_p \dot{T} \quad (4.2)$$

De ces différentes hypothèses, nous obtenons l'équation suivante par intégration pour un temps allant de 0 au temps final t_f :

$$\int_0^{t_f} \sigma : \dot{\varepsilon} dt = \rho C_p \Delta T \quad (4.3)$$

où ΔT est l'auto-échauffement au cours de la sollicitation allant de 0 au temps final t_f .

La capacité thermique massique C_p a été déterminée expérimentalement en fonction de la température au paragraphe 1.5.4. La masse volumique ρ du matériau a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à température ambiante (norme ISO 1183). La masse volumique a été obtenue pour les échantillons de compression et de traction. Elle est de $1.978g/cm^3 \pm 0.015$, pour les plots de compression et de $1.952g/cm^3 \pm 0.026$, pour les éprouvettes de traction, à température ambiante.

L'évolution de cette masse volumique en fonction de la température nécessite un matériel spécifique qui n'est pas à notre disposition. De ce fait, une estimation de cette variation a été déterminée à l'aide de la méthode suivante. Si on considère l'équation de la masse volumique, on peut écrire :

$$\rho_{elastomère} = \frac{M}{V} = \frac{M}{V_0 + \Delta V} \quad (4.4)$$

avec M la masse, V le volume de l'échantillon et $\Delta V = V_0\alpha\Delta T$ la variation de ce volume, où α est le coefficient de dilatation présenté dans le paragraphe 1.5.3. On peut donc écrire :

$$\rho_{elastomère} = \frac{M}{V_0(1 + \alpha\Delta T)} \quad (4.5)$$

Pour un volume $V_0=1\text{cm}^3$, la masse du plot de compression est de $M = 1.978\text{g}$ et de $M = 1.952\text{g}$ pour l'éprouvette de traction. En considérant un coefficient de dilatation thermique dépendant de la température (tableau 1.4 dans la section 1.5.3, les évolutions de la masse volumique calculée en fonction de la température pour le plot et l'éprouvette de traction H2 sont données dans le tableau 4.2.

Température [°C]	masse volumique plot [g/cm ³]	masse volumique H2 [g/cm ³]
-50	1.987	1.961
0	1.985	1.958
50	1.969	1.943
100	1.953	1.927

TAB. 4.2 – Evolution de la masse volumique en fonction de la température

On peut constater que les valeurs se situent dans l'intervalle de tolérance de la mesure ce qui suggère que la masse volumique n'évolue pas ou peu en fonction de la température. De ce fait, les valeurs de la masse volumique déterminée à température ambiante seront conservées pour le calcul de l'auto-échauffement.

L'auto-échauffement est déterminé à l'aide de l'équation 4.3, pour la première boucle de chargement à partir de la formule suivante :

$$\Delta T = \frac{1}{\rho C_p} \int_0^{t_f} \sigma : \epsilon dt \quad (4.6)$$

où t_f correspond au temps à la fin du chargement. Les aires de chaque boucle de traction et de compression données par $\int_0^{t_f} \sigma : \epsilon dt$ en fonction de la température sont issues du tableau 4.1. Les variations de température théoriques ΔT en fonction des températures testées sont données dans le tableau 4.3 ainsi que les mesures de variation de température effectuées expérimentalement ΔT_{exp} à certaines températures.

Au cours des essais de compression cyclique, les plots de compression ont été équipés de thermocouple en leur centre afin d'obtenir une estimation de l'évolution de la température au cours d'une sollicitation mécanique. La figure 4.9 présente l'évolution de la température pour un essai à température ambiante et la figure 4.10 pour un essai à -30°C . A température ambiante, nous

Température (°C)	Traction	Compression	
	ΔT	ΔT	ΔT_{exp}
100	0.2325	0.127	
80	0.26	0.16	
40	0.163	0.17	
23	0.309	0.18	0
0	0.526	0.2	
-8	0.718	0.28	
-15	1.37	1.35	
-20	5.58	3.7	
-25	7.85	4	5
-30		5.11	7

TAB. 4.3 – Évolution de l’auto-échauffement ΔT en fonction des températures de sollicitation en traction et compression.

n’observons pas d’évolution significative de la température au sein du matériau. Nous constatons, par contre, une évolution de la température non négligeable pour l’essai à -30°C en compression.

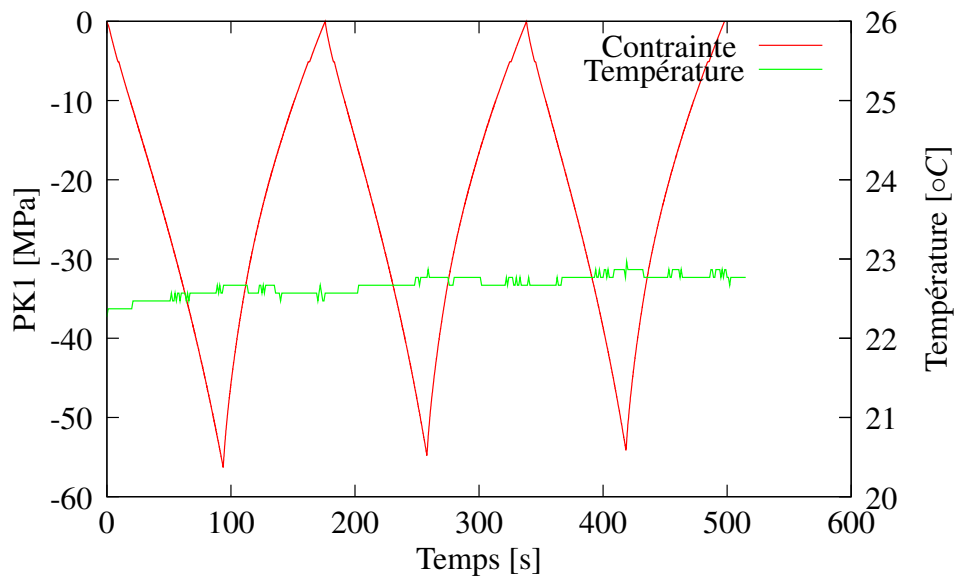


FIG. 4.9 – Évolution de la température au sein du plot durant un essai de compression à température ambiante.

Les résultats obtenus dans le tableau 4.3 montrent bien que le matériau change de comportement une fois la T_g passée puisqu’il se rigidifie. De ce fait, il est normal que nous ayons une augmentation de l’auto-échauffement dûe à la modification de la mobilité des chaînes, c’est à dire aux frottements entre les chaînes, au sein du matériau. Pour les températures situées au dessus de la T_g , nous n’avons qu’une faible évolution (restant inférieur à 1°C) que ce soit pour les essais en traction ou en compression. Il est à noter que les variations de température théoriques et expérimentales obtenues sont du même ordre de grandeur.

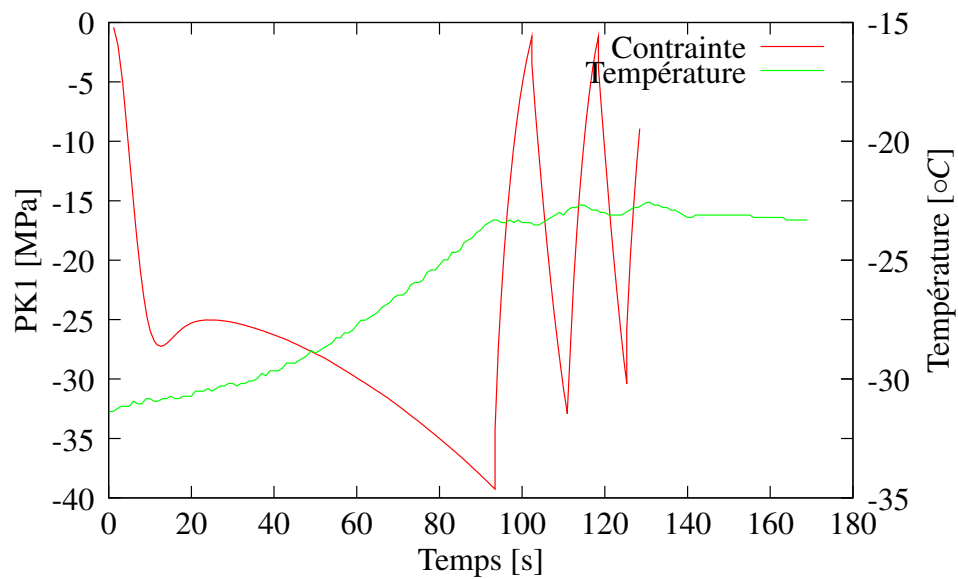


FIG. 4.10 – Évolution de la température au sein du plot durant un essai de compression à -30°C .

Les résultats obtenus suggèrent donc que, pour déterminer les paramètres matériau aux très basses températures, il nous faudrait tenir compte de l'auto-échauffement du matériau. Pour notre part, nous nous sommes fixés comme premier objectif d'identifier les paramètres du modèle pour les températures au dessus de la température de transition vitreuse, c'est à dire comprise dans le plateau caoutchoutique, nous permettant ainsi de négliger l'auto-échauffement. Ce paramètre devra donc être pris en compte dans nos travaux futurs si l'on souhaite identifier le comportement mécanique en dessous de la T_g .

4.2 Influence de la température sur les essais de relaxation

Une série d'essais de relaxation en traction et en compression a été effectuée à différentes températures allant de -15°C à 100°C . Les résultats obtenus sont présentés en terme de contrainte en fonction du temps pour les figures 4.11 et 4.12 à hautes températures et les figures 4.15, 4.16 pour les basses températures. Afin de mieux mettre en évidence l'influence de la température sur l'évolution de la relaxation du matériau, nous avons aussi reporté ces mêmes résultats en terme de contrainte normalisée en fonction du temps sur les figures 4.13 et 4.14 et sur les figures 4.17 et 4.18 pour, respectivement, les hautes et basses températures.

4.2.1 Comportement en relaxation à des températures supérieures à la température ambiante

Les essais de relaxation en traction et compression réalisés à hautes températures (de 23°C à 100°C) pour la contrainte (figures 4.11 et 4.12) et la contrainte normalisée (figure 4.13 et 4.14) en fonction du temps sont présentés dans un premier lieu.

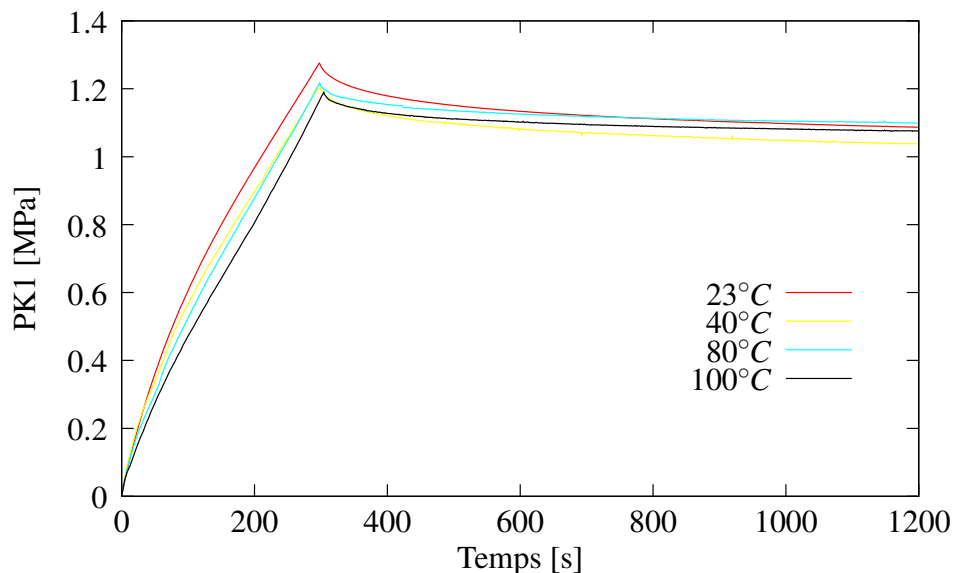


FIG. 4.11 – Essais de relaxation en traction de la contrainte en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et 100°C .

Nous pouvons constater que l'évolution de la contrainte maximale atteinte sur les figures 4.11 et 4.12 avant la phase de relaxation diminue légèrement avec l'augmentation de la température ce qui correspond à un comportement similaire aux essais de chargement cyclique. Pour les essais de relaxation en traction en température, nous constatons que la contrainte de relaxation tend vers la contrainte de relaxation à 23°C . Par contre, quelque soit les hautes températures testées pour les essais de relaxation en compression, les contraintes de relaxation deviennent plus importantes que celle à température ambiante. De plus, pour 40°C et 100°C l'évolution de la contrainte en relaxation tend vers une même asymptote horizontale au bout de 900s.

En ce qui concerne les contraintes normalisées (figures 4.13 et 4.14), nous constatons une diminution de la contrainte de relaxation avec l'augmentation de la température aussi bien en trac-

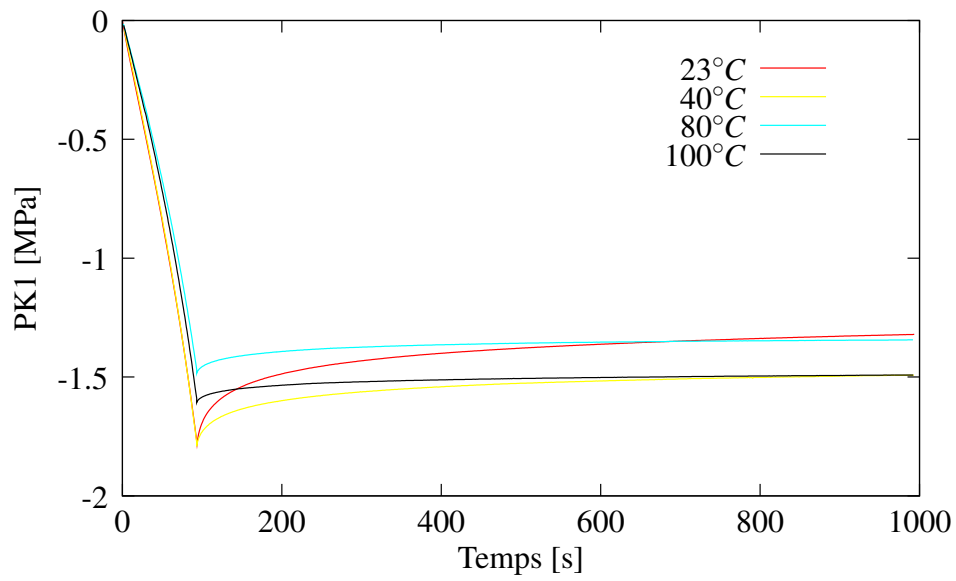


FIG. 4.12 – Essais de relaxation en compression de la contrainte en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et 100°C.

tion qu'en compression. Ce phénomène pourrait s'expliquer par des frottements internes entre les chaînes moins importants et qui, de ce fait, entraîneraient une diminution de la relaxation.

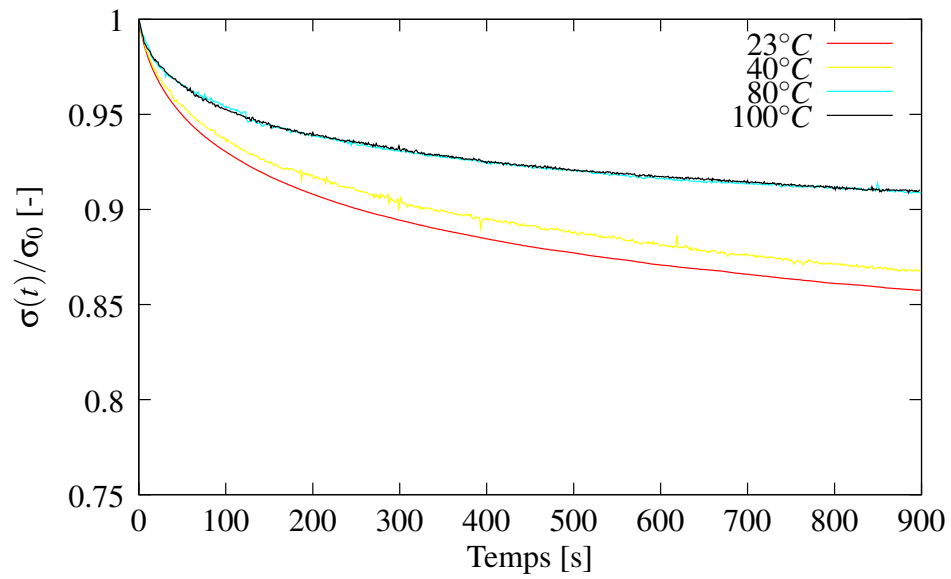


FIG. 4.13 – Essais de relaxation en traction de la contrainte normalisée en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et 100°C.

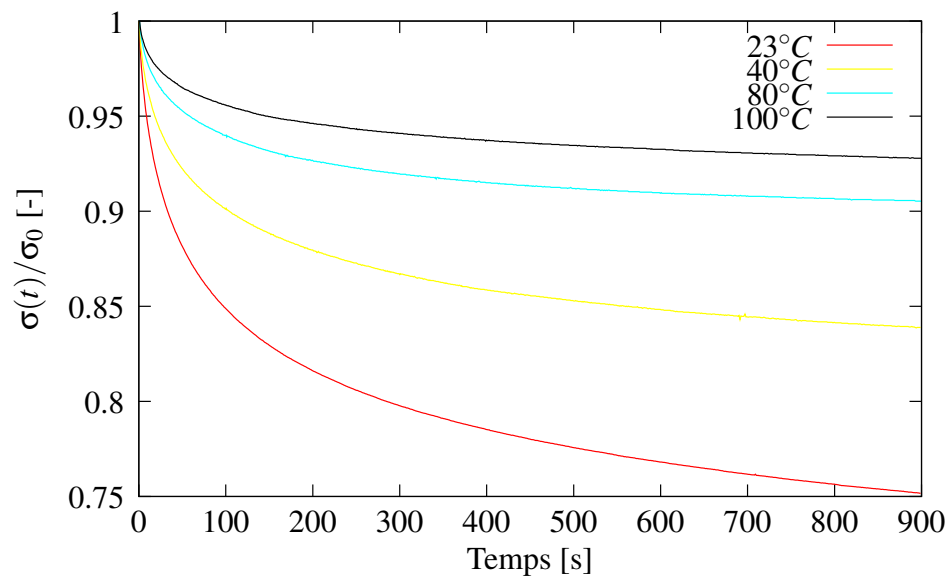


FIG. 4.14 – Essais de relaxation en compression de la contrainte normalisée en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et 100°C.

4.2.2 Comportement en relaxation à des températures inférieures à la température ambiante

Les résultats en terme de contrainte en fonction du temps, à basse température allant de 23°C à -15°C sont montrés sur les figures 4.15 et 4.18 pour, respectivement, les essais de relaxation en traction et en compression. A travers ces résultats, nous remarquons une très nette augmentation de la contrainte maximale atteinte avant la phase de relaxation, aussi bien en traction qu'en compression, avec la diminution de la température comme pour les essais cycliques à basse température. Par contre, l'évolution de la contrainte en relaxation pour les essais en traction et en compression montre une diminution de cette contrainte en fonction de la température. Cela peut aller jusqu'à une contrainte inférieure à celle obtenue à température ambiante. Nous pouvons l'observer sur l'essai de relaxation en compression à 0°C , mais en appliquant des temps de relaxation plus long nous serions à même de l'observer pour d'autre température.

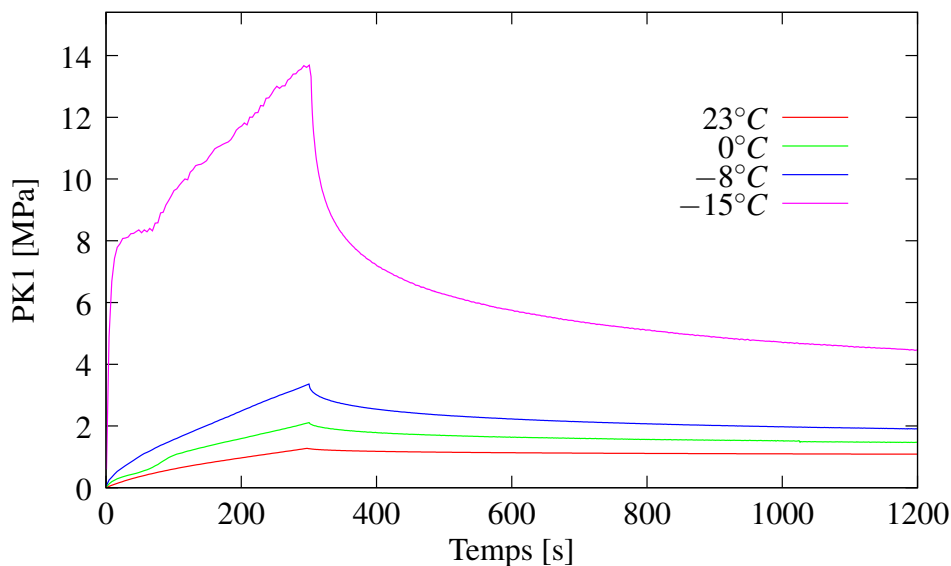


FIG. 4.15 – Essais de relaxation en traction de la contrainte en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et -15°C .

L'évolution de la relaxation à basse température pour la contrainte normalisée en fonction du temps est présentée sur les figures 4.17 et 4.18, pour les essais de relaxation en traction et en compression. Lorsqu'on observe l'évolution de ces courbes, nous avons une augmentation de la relaxation avec la diminution de la température, pour les essais en traction et en compression. Cette évolution pourrait s'expliquer par la rigidification du matériau pour les températures négatives. Cela peut entraîner une augmentation des frottements entre les chaînes, d'où une relaxation plus importante pour ces températures.

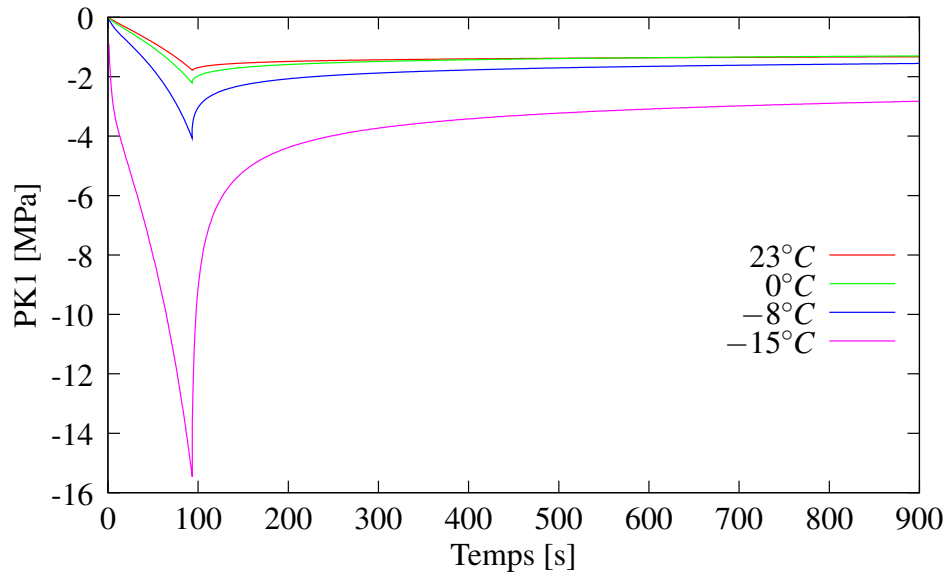


FIG. 4.16 – Essais de relaxation en compression de la contrainte en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et -15°C .

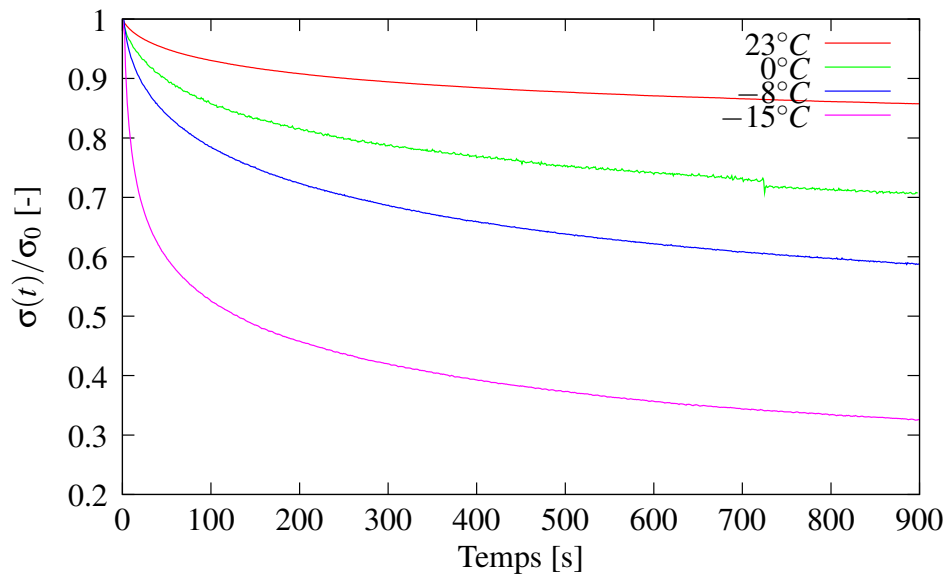


FIG. 4.17 – Essais de relaxation en traction de la contrainte normalisée en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et -15°C .

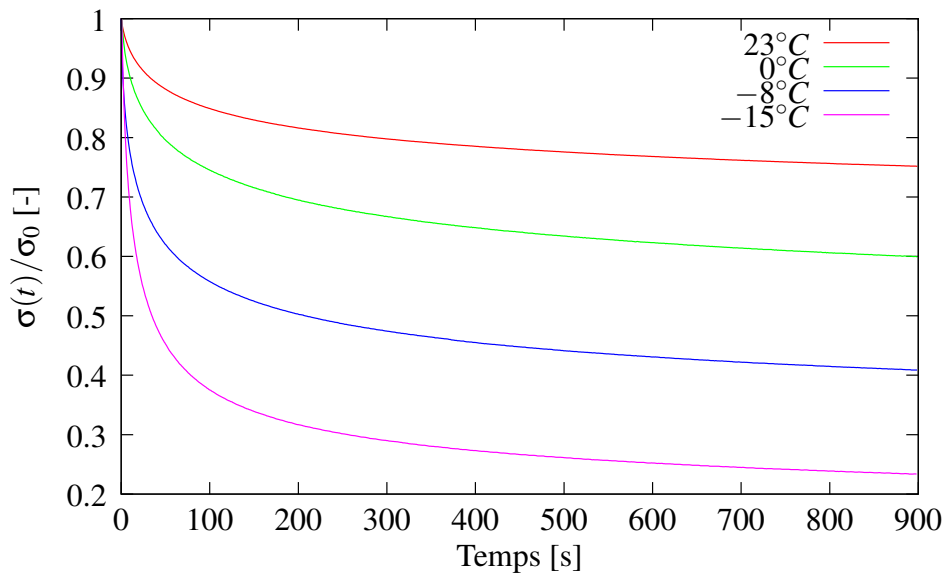


FIG. 4.18 – Essais de relaxation en compression de la contrainte normalisée en fonction du temps pour des températures comprises entre 23°C et -15°C.

4.3 Influence de la température sur les essais de chargement interrompu par des relaxations : analyse de l'hystérésis

Précédemment (section 2.6.1), nous avons mis en évidence la présence de l'hystérésis à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations. Nous souhaitons maintenant observer l'évolution de cette propriété en fonction de la température.

Une étude de l'hystérésis en fonction de la température, du taux d'élongation et de l'énergie de déformation à vitesse de déformation constante a été menée par [Gorce et al., 1993] pour un élastomère thermoplastique. Nous tenons à remarquer que l'élastomère utilisé dans cette étude est un thermodurcissable et les comportements obtenus pour notre matériau ne seront pas tout à fait similaires. Dans cette étude, le pourcentage d'hystérésis a été déterminé à partir de l'équation suivante :

$$\%hysteresis = \frac{(E_{def} - E_{ref})}{E_{def}} * 100\% \quad (4.7)$$

où E_{def} est l'énergie pour déformer l'échantillon lors du chargement et E_{ref} est l'énergie de recouvrement de l'échantillon pour le déchargement. Ces deux énergies sont déterminées par l'intégration de la force en fonction du déplacement au cours de l'essai. Dans cette étude, les auteurs ont remarqué que l'hystérésis croît lorsque la température diminue et lorsque la déformation augmente comme l'indique clairement la figure 4.19. De plus, le pourcentage d'hystérésis tend vers une asymptote différente pour chaque taux de déformation à hautes températures jusqu'à 25°C environ et augmente brusquement à l'approche de la T_g (autour de $-68^\circ C$). L'augmentation de l'hystérésis avec la diminution de la température est plus prononcée pour de faibles niveaux de déformation. De plus, pour les hauts niveaux de déformation, le matériau subit des déformations plastiques. L'auteur considère que ce phénomène dissipatif est fonction de la structure du matériau (taux de cristallisation, nombre de liaisons secondaires, etc).

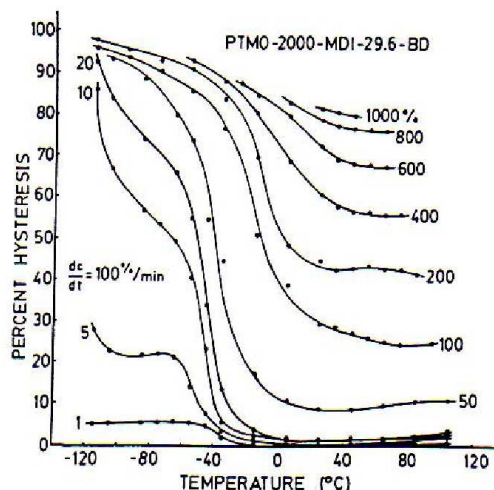


FIG. 4.19 – Evolution de l'hystérésis en fonction de la température pour différents pourcentages de déformation. [Gorce et al., 1993]

4.3.1 Comportement à des températures supérieures à la température ambiante

Nous présentons les résultats d'essais de chargement interrompu par des relaxations en traction et en compression en terme de contrainte de PK1 en fonction de l'élongation pour des températures allant de 23°C à 100°C, sur la figure 4.20.

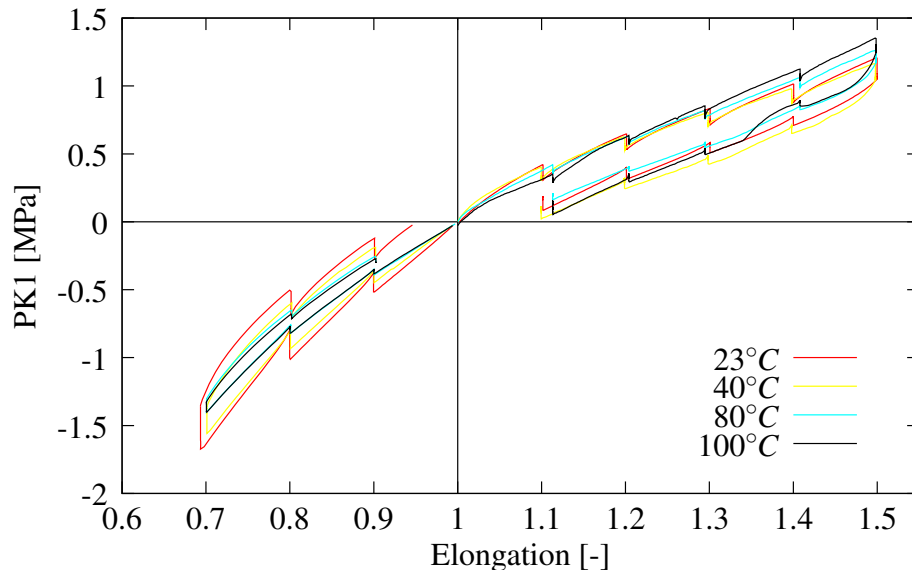


FIG. 4.20 – Évolution des essais de chargement interrompu en traction et compression, en fonction de l'élongation pour les hautes températures allant de 23°C à 100°C.

Pour les essais réalisés en traction, il a été difficile d'imposer les mêmes niveaux de déformation en température, d'où une certaine difficulté pour observer le comportement de l'équilibre hystérétique en fonction de la température. Nous pouvons toutefois noter que les essais à 23°C et 40°C ont une évolution quasiment similaire entre eux, tout comme les essais à 80°C et 100°C.

Pour les essais en compression, nous remarquons une diminution de la contrainte maximale avec l'augmentation de la température. Cependant, pour les courbes à 80°C et 100°C, nous constatons que la contrainte atteinte est similaire. De plus, il semble que l'équilibre hystérétique en compression ne soit pas influencé par la température puisque les contraintes en fin de relaxation à chaque taux de déformation sont presque identiques. Nous distinguons une diminution de la contrainte de relaxation avec l'augmentation de la température.

4.3.2 Comportement à des températures inférieures à la température ambiante

Nous avons aussi réalisé des essais de chargement en traction et compression interrompus par des relaxations à des températures allant de 23°C à -15°C. Les résultats sont reportés sur les figures 4.21 et 4.22 en terme de contrainte de PK1 en fonction de l'élongation.

Pour les essais à -15°C, les phases de déchargement en traction et en compression ont été difficiles à réaliser. En effet, pour la compression, il n'y avait plus de contact entre les plateaux de

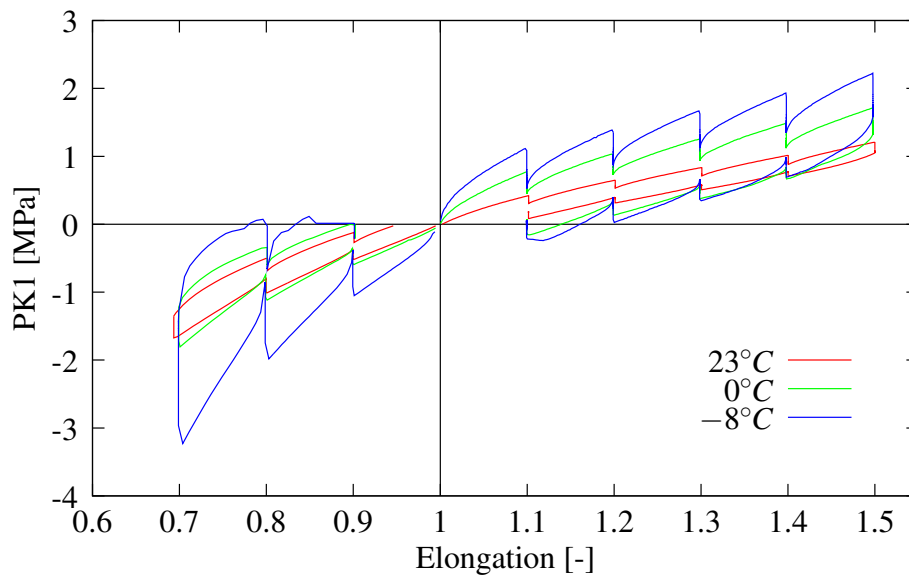


FIG. 4.21 – Évolution des essais de chargement interrompus en traction et compression en fonction de l'élongation pour les température allant de 23°C à -8°C.

compression et le plot en raison de la rigidité relativement élevée du matériau à cette température. Pour les essais de traction, un flambement des éprouvettes apparaissait lors de la décharge.

Pour ces essais interrompus à basses température, nous observons les mêmes phénomènes que pour les essais cycliques en traction et compression. Nous constatons une augmentation importante de la contrainte pour les températures proches de la température de transition vitreuse. Nous observons très nettement l'augmentation de la part visqueuse avec la diminution de la température de 23°C à -15°C. La diminution de la température entraîne une diminution de la mobilité des chaînes au sein du matériau. Au final cela se traduit par l'augmentation de la viscosité du matériau. Par contre, il est assez difficile de faire ce même type d'analyse pour les essais de traction, du fait de la difficulté à appliquer un même niveau de déformation pour les différentes températures.

L'évolution de l'état d'équilibre (ou l'équilibre hystérétique [Lion, 1996a]) n'est pas semblable pour les deux types de sollicitation. Pour les essais en traction, nous pouvons noter une augmentation de l'équilibre hystérétique avec la diminution de la température alors qu'aucune évolution ne semble apparaître pour les essais en compression.

La différence observée entre les essais en traction et en compression peut en partie provenir de la faible différence observée pour différentes propriétés physico-chimiques comme la masse volumique ou la densité de réticulation par exemple, mais aussi du type d'essai en lui même.

Afin de confirmer la tendance observée, le calcul de l'aire d'hystérésis a été réalisé à l'aide de la méthode des trapèzes.

Lion [Lion, 1997] a observé l'évolution de la contrainte à chaque fin de relaxation en fonction de la température, à l'aide de ses essais de chargement interrompu par des relaxations, pour le chargement. Il apparaît que l'état d'équilibre augmente avec l'augmentation de la température. Physiquement, ce comportement peut être interprété en terme d'élasticité entropique [Trealar, 1975]. De plus, Lion a pu noter, en comparant les points à chaque fin de période de relaxation pour l'essai complet de chargement interrompu par des relaxations, que l'équilibre hystérétique est indépen-

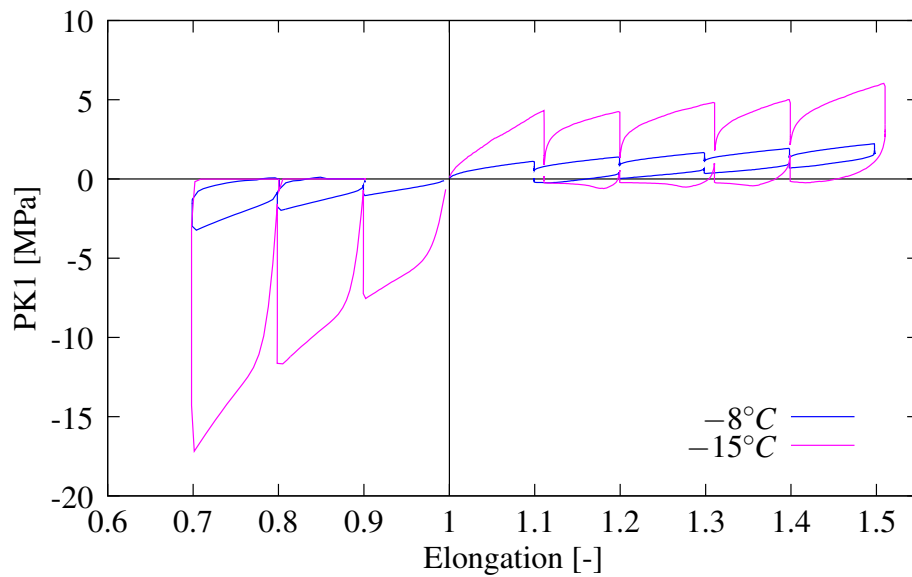


FIG. 4.22 – Évolution des essais de chargement interrompu en traction et compression, en fonction de l'élongation pour les températures allant de -8°C à -15°C .

Température [$^{\circ}\text{C}$]	Aire traction	Aire compression
100	0.4765	0.2444
80	0.4841	0.2393
40	0.4187	0.2455
23	0.4501	0.2525
0	0.5258	0.2223
-8	0.6233	0.2485
-15	1.0021	0.4151

TAB. 4.4 – Évolution de l'aire d'hystérésis pour les courbes de chargement interrompu en traction et compression en fonction de la température.

dant de la température seulement au dessus de la température de transition vitreuse.

Les aires d'hystérésis sont reportées dans le tableau 4.4. Pour notre part, les valeurs de l'aire sont constantes quelque soit la température pour les essais de chargement en compression interrompu par des relaxations. Par contre à partir de -15°C l'aire augmente de façon très nette due au changement d'état du matériau à cette température.

Pour les essais de chargement en traction interrompu par des relaxations, l'aire de l'hystérésis est relativement constante pour les hautes températures. Ces résultats permettent de mettre en évidence que l'aire en traction est globalement deux fois supérieure à l'aire en compression ce qui peut entraîner par la suite des difficultés techniques pour l'identification des paramètres matériau. Nous vérifions bien au travers de ces différents résultats que les essais dépendent du confinement ce qui est classique pour les élastomères. Dans un souci de précision pour la modélisation et l'identification, il nous faudra prendre en compte cet élément. Il apparaît que le comportement d'hystérésis du matériau est indépendant de la température lorsque ce matériau se trouve à l'état caoutchoutique quelque soit le sens de sollicitation (traction ou compression).

4.3.3 Evolution de la relaxation pour différents niveau de déformation

Nous avons tracé l'évolution des relaxations pour chaque taux de déformation des essais de chargement interrompu par des relaxations afin d'observer l'évolution de la relaxation du matériau à une température donnée.

Les figures 4.23 et 4.24 montrent l'évolution des courbes de relaxation issues des essais de chargement en traction et en compression interrompu par des relaxations à 0°C pour une contrainte normalisée en fonction du temps.

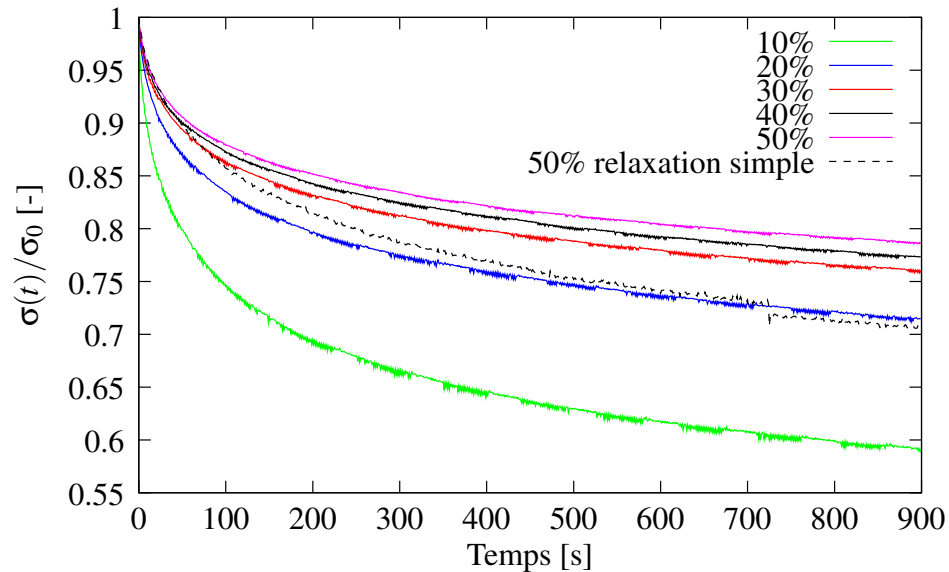


FIG. 4.23 – Evolution de la contrainte de relaxation en fonction du temps pour un chargement en traction interrompu à 0°C.

Nous observons bien une diminution de la relaxation avec l'augmentation du taux de déformation qui tend à se stabiliser. Pour le cas de la compression, à 20% et 30%, les courbes sont identiques. Nous avons déjà observé cette évolution sur les courbes à 23°C (paragraphe 2.6.1). Cependant, nous remarquons que la relaxation est plus importante que celle observée à 23°C ce qui est cohérent avec les observations faites sur les essais de relaxation en température.

Sur les figures 4.23 et 4.24, nous avons ajouté les courbes de relaxation simple obtenues pour 50% de déformation en traction et 30% de déformation en compression. Nous constatons pour les essais de relaxation simple que nous avons un comportement proche avec les courbes de relaxation pour les faibles taux de déformation, aussi bien en traction qu'en compression.

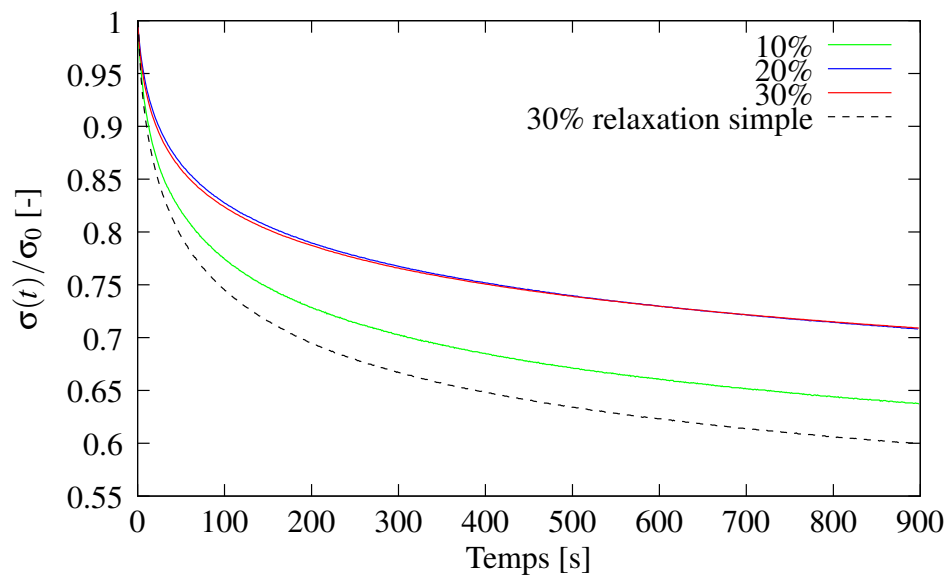


FIG. 4.24 – Evolution de la contrainte de relaxation en fonction du temps pour un chargement en compression interrompu à 0°C.

4.4 Essais de relaxation avec un cycle de température

Afin d'étudier l'influence de la température sur le comportement en relaxation, un essai original de relaxation en compression avec un cycle de température a été réalisé. Les résultats de cet essai serviront aussi de référence pour vérifier la validité des paramètres thermomécaniques du modèle HVH que nous identifierons.

4.4.1 Procédure

Le dispositif de compression est placé en partie dans une enceinte thermique. Ce dispositif permet la compression d'un plot normalisé identique à celui décrit précédemment (section 1.6). Les mesures d'effort et de déplacement sont réalisées à l'extérieur de cette enceinte à l'aide d'un système de renvoi d'effort afin de ne pas altérer les mesures par la variation de température. Ce dispositif est équipé d'une cellule de force de 1kN et d'un capteur permettant de contrôler le niveau de déformation imposé. Pour tous les essais réalisés, les plateaux de compression sont lubrifiés au préalable, pour éviter les frottements importants pouvant créer un effet tonneau lors de l'essai.

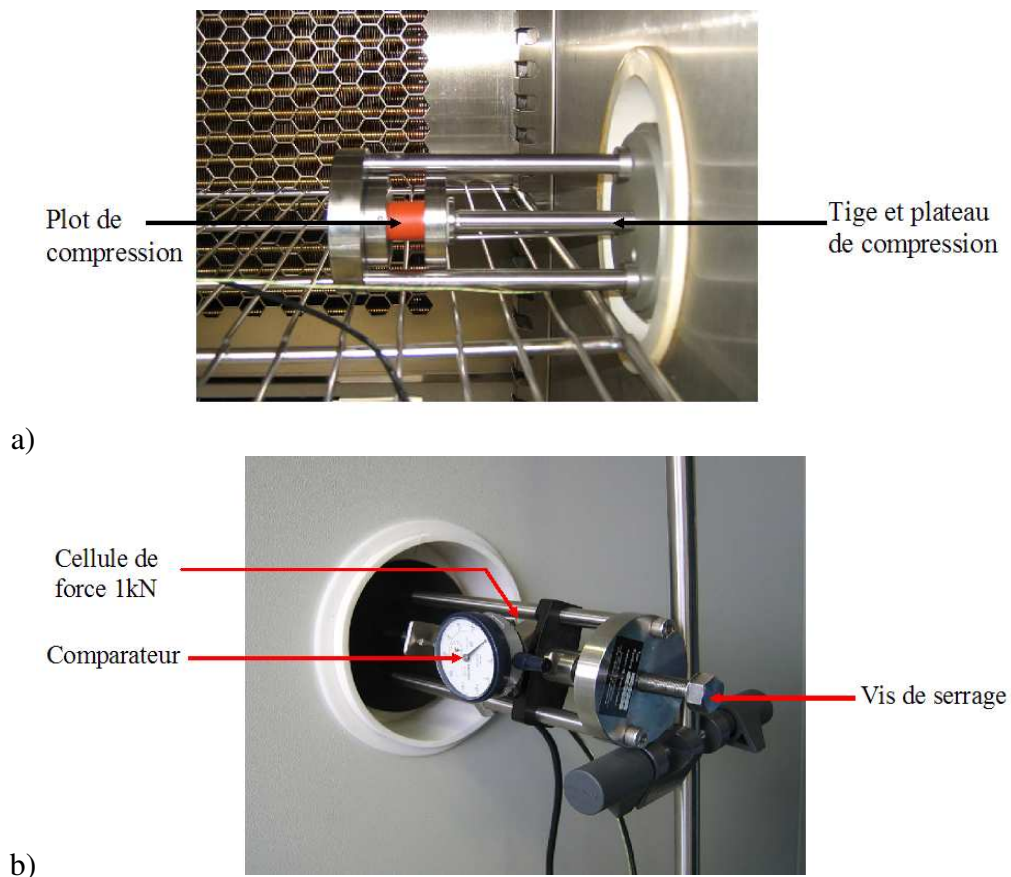


FIG. 4.25 – Dispositif de relaxation pour la réalisation de cycles de température : a) Plateaux de compression situés dans l'enceinte thermique, b) Cellule de force et capteur de déplacement placés à l'extérieur de l'enceinte thermique.

Pour réaliser l'essai, un plot de compression est introduit dans l'enceinte thermique entre les deux plateaux de compression. Nous imposons une déformation de 30% en compression à l'aide

de la vis et du comparateur placé à l'extérieur.

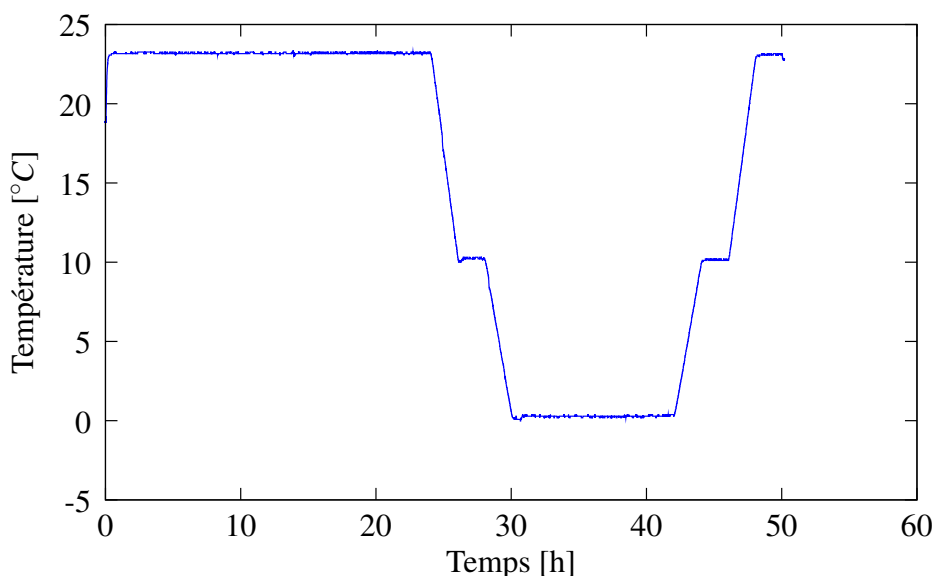


FIG. 4.26 – Cycle de température imposé au matériau.

L'échantillon est maintenu en relaxation à température ambiante pendant 12h pour atteindre une stabilisation complète des efforts de relaxation. Après cette étape initiale de relaxation, les cycles de températures peuvent être imposés au matériau avec des variations dans une plage de température pouvant aller de -40°C à $+150^{\circ}\text{C}$. Ce test permet de caractériser la viscosité du matériau dans le cas où la température évolue au cours de l'essai.

Un cycle de température imposé au matériau allant jusqu'à 0°C est présenté sur la figure 4.26. Des paliers intermédiaires sont imposés avec un maintien de la température pendant 1h, lors des descentes et montées en température. Dans l'exemple choisi, la température intermédiaire est de 10°C . La vitesse de descente en température est d'environ $10^{\circ}\text{C}/\text{h}$. Lorsqu'on atteint la température finale souhaitée, dans notre cas 0°C , le maintien en température est effectué durant 12h.

4.4.2 Résultats

Dans un premier temps, deux cycles simples de température ont été réalisés pour observer le comportement du matériau. Le premier cycle de température va de 23°C à 0°C (figure 4.27) et le second de 23°C à 50°C (figure 4.28). L'évolution de la contrainte en fonction du temps est observée pour les différents cycles de température imposés. De plus, un essai à 23°C , pour un temps de relaxation très long, a été réalisé afin de comparer l'évolution de la relaxation du matériau en fonction du cycle de température appliqué.

Pour le cycle de température allant jusqu'à 0°C (figure 4.27), nous observons une diminution de la contrainte avec la diminution de la température. Lors des essais de relaxation en compression pour des isothermes, nous avons aussi constaté que la contrainte de relaxation à 0°C diminuait par rapport à la courbe de relaxation de 23°C (figure 4.16).

Le cycle de température allant jusqu'à 50°C (figure 4.28) montre que la contrainte augmente avec l'augmentation de la température. Ce phénomène a aussi été observé sur les essais de relaxa-

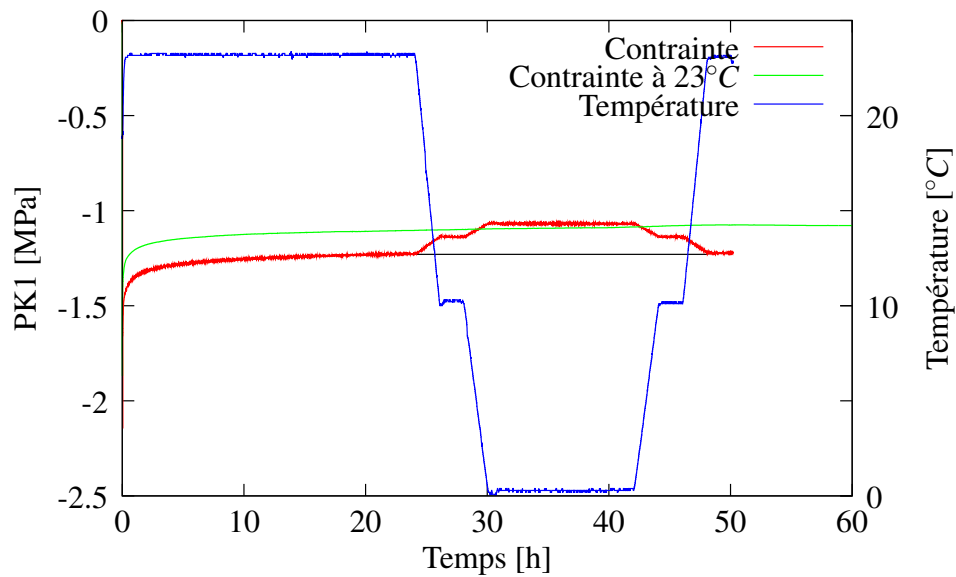


FIG. 4.27 – Évolution de la force pour un essai de relaxation en compression en fonction de la température allant jusqu'à 0°C .

tion en compression pour des isothermes (figure 4.12). Si nous nous référons à l'analyse classique des phénomènes observés et compte tenu de la durée des temps de maintien qui conduisent à minimiser l'influence de la viscosité, nous concluons en première approximation que les efforts observés sont principalement dûs à l'élasticité entropique. Donc l'évolution est bien conforme à l'observation, à savoir une dépendance directe à la température. Plus la température est éloignée de la température de transition, plus l'influence de l'élasticité entropique devient grande et inversement.

A la fin de chaque cycle de température, nous revenons à température ambiante. Nous ne constatons aucune perte d'effort pour le cycle à basse température (figure 4.27). Mais par contre, pour le cycle à haute température, nous notons une diminution de la contrainte par rapport à la courbe de référence de 23°C (figure 4.28).

Un cycle de température plus complexe mêlant des passages à basse et haute température, allant de -40°C à 150°C , a été réalisé. L'objectif est de confirmer les observations faites pour les cycles simples dont les résultats sont reportés sur la figure 4.29.

Pour les deux cycles à basse température, une chute importante de contrainte est observée à partir de -20°C . Ceci correspond à la température de transition vitreuse, dûe au changement de comportement du matériau. Le phénomène inverse est aussi constaté lors de la remontée en température pour les deux cycles à basse température. De plus, une fois revenu à 23°C , nous notons une absence de perte d'effort comme pour le cycle de 0°C . Par contre, le passage aux hautes températures ne montre pas de symétrie pour les contraintes durant le cycle car, lorsqu'on revient à température ambiante, une perte de contrainte d'environ 10% est observée. La perte de contrainte semble proportionnelle à la température atteinte car pour 50°C la perte est de l'ordre de 5%.

Le passage à haute température semble affecter le comportement du matériau sur les figures 4.28 et 4.29. Ce phénomène pourrait être à l'origine des chutes d'étanchéité présentes, par exemple, dans le cas d'un joint en caoutchouc dans un système hydraulique à haute pression subissant des cycles thermiques de grande amplitude.

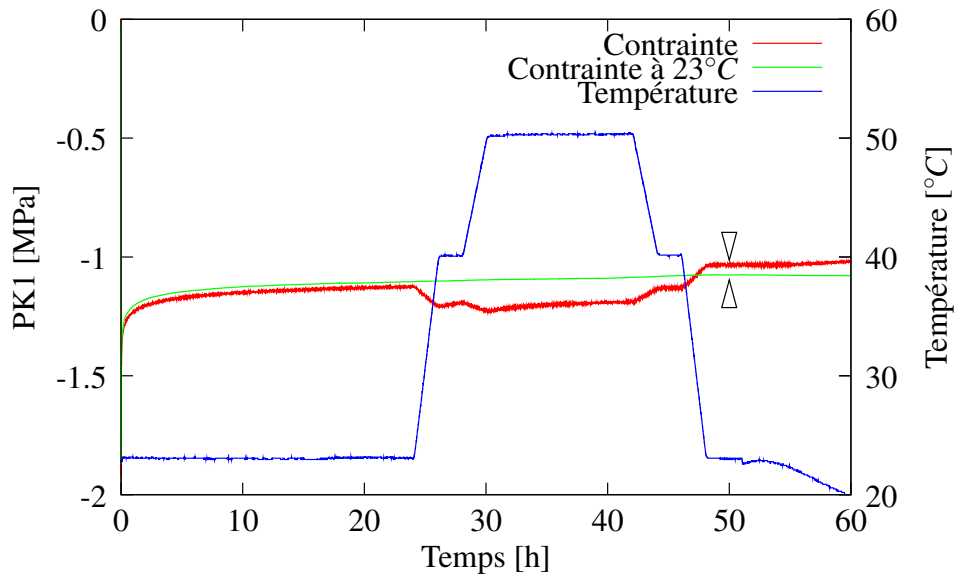


FIG. 4.28 – Évolution de la force pour un essai de relaxation en compression en fonction de la température allant jusqu'à 50°C.

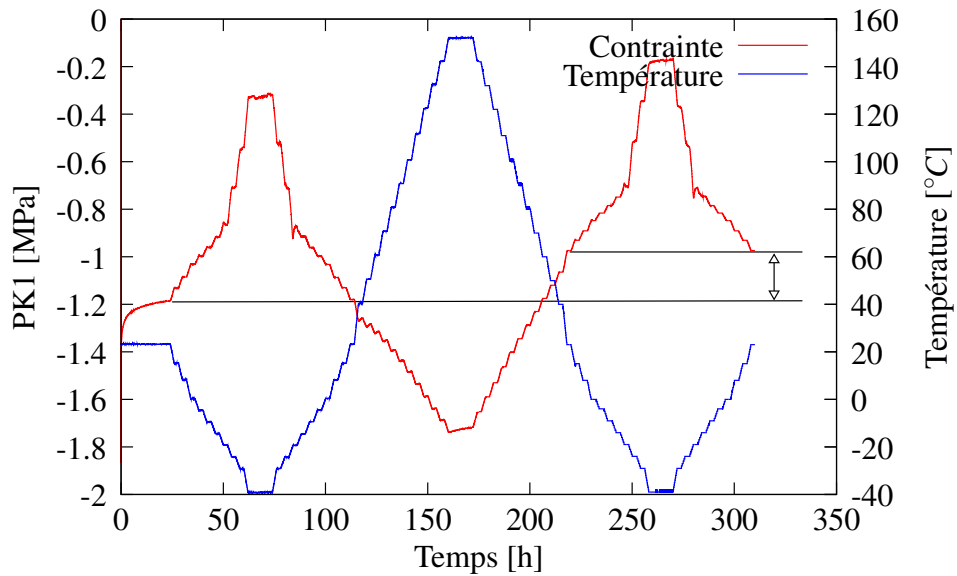


FIG. 4.29 – Évolution de la force pour un essai de relaxation en compression en fonction de la température.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons analysé le comportement du matériau étudié en fonction de la température à l'aide de différents types d'essais.

A travers les essais cycliques en traction et compression, il a été mis en évidence que le comportement global du matériau varie peu pour les hautes températures. Cependant, à basses températures, nous avons constaté un changement radical du comportement. C'est essentiellement après -15°C qu'une augmentation conséquente de la contrainte maximale ou encore de la raideur est observée. De plus, à partir de -20°C un plateau apparaît, pouvant s'apparenter à une sorte de plasticité couramment affichée pour les polymères. L'élastomère passe donc d'un état viscoélastique à l'état caoutchoutique, pour des températures supérieures à 0°C puis à un comportement vitreux, en dessous de la T_g , où le matériau s'apparente à un polymère rigide avec un comportement élasto-viscoplastique.

Les essais de relaxation ont permis de mettre en évidence une augmentation de la relaxation du matériau avec la diminution de la température. Toutefois, il montre un comportement très proche de la température ambiante, pour les hautes températures, principalement pour les essais de relaxation en traction.

Les essais de chargement interrompu par des relaxations ont permis d'étudier l'évolution de l'hystérésis en fonction de la température. Au cours de ces essais, nous avons noté que l'équilibre hystérétique n'évolue pas pour des températures supérieures à la T_g . De plus, nous avons constaté que l'équilibre hystérétique en traction est deux fois plus grand que celui en compression ce qui pourra entraîner des difficultés pour l'identification des paramètres matériau.

Un nouvel essai de relaxation a été mis en place et nous a permis d'appliquer des cycles de température durant une sollicitation mécanique. De ces essais, nous avons constaté que le passage aux hautes températures entraîne une perte d'effort pour le matériau étudié.

Nous pouvons conclure que tous ces éléments nous apportent des informations importantes pour l'identification des paramètres matériau de la loi de comportement HVH en fonction de la température. Cette identification est présentée dans le chapitre 5.

Chapitre 5

Identification et validation du modèle HVH en température

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes identifications faites en température avec la loi de comportement HVH présentée dans le chapitre 3. Nous reprenons la méthode d'identification adoptée pour identifier les paramètres matériau en utilisant les essais à isotherme présentés dans le chapitre 4. Pour vérifier la validité des paramètres obtenus, nous avons réalisé des simulations en utilisant le code de calcul Herezh++ en tentant de reproduire des essais simples, homogènes en isotherme, mais aussi un essai de relaxation en compression avec variation de température. Ces essais sont différents de ceux utilisés lors de l'identification des paramètres matériau.

5.1 Identification en température

Nous conservons le modèle de comportement HVH déjà utilisé à température ambiante. Les contributions hystérétique, visqueuse composée de deux branches de Maxwell ainsi que la contribution hyperélastique de type Hart-Smith sont identiques.

Les paramètres matériau ont été identifiés à partir d'essais isothermes sur une plage de température limitée au regard des conclusions tirées sur les essais expérimentaux présentés dans le chapitre 4. Les températures considérées sont : 100, 80, 40, 23, 0, -8 et -15°C , correspondant à l'état caoutchoutique du matériau étudié. L'identification pour ces différentes températures a été réalisée à l'aide de la seconde méthode présentée au chapitre 3, pour les essais à température ambiante. Il s'agit de déterminer les contributions hyperélastique et hystérétique à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations. Les paramètres matériau visqueux sont obtenus analytiquement à l'aide des essais de relaxation en traction et en compression pour 10% de déformation.

Cette méthode permet d'identifier séparément les phénomènes visqueux à l'aide des essais de relaxation et les phénomènes non visqueux à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations dont on utilisera seulement les points correspondant à l'équilibre hystérétique. Dans un premier temps, nous réalisons une identification des paramètres matériau pour les contributions hyperélastique et hystérétique, ensuite les paramètres des deux branches visqueuses.

5.1.1 Détermination des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température

Une identification des paramètres hyperélastique et hystérétique est réalisée à partir des essais de chargement en traction et en compression interrompu par des relaxations, en ne considérant que les points à la fin de chaque période de relaxation. Nous avons supposé que le module de compressibilité K est constant et égal à celui déterminé à température ambiante, c'est-à-dire de 2700MPa.

Utilisation des courbes de traction et compression simultanément

Dans un premier temps, l'identification des paramètres hyperélastique et hystérétique a été effectuée en utilisant les points de fin de relaxation avec les essais de traction et les essais de compression simultanément.

Les résultats de cette identification sont présentés sur la figure 5.1 pour les courbes en traction et en compression pour une température de 0°C . Nous avons obtenu une valeur de la fonction coût entre la réponse numérique et la courbe expérimentale de $f = 1.84$ en traction et de $f = 0.698$ en compression.

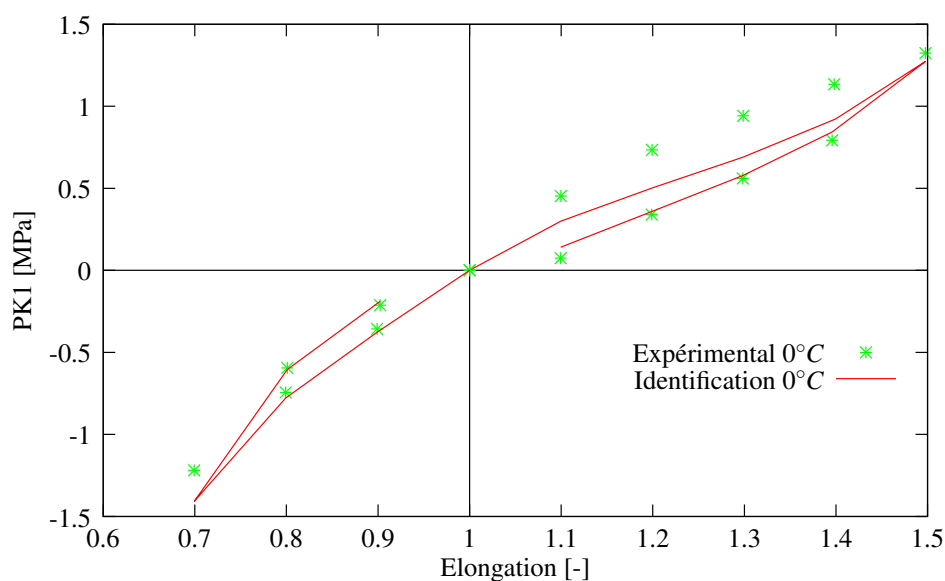


FIG. 5.1 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification en traction et en compression simultanément à 0°C pour les contributions hyperélastique et hystérétique.

Expérimentalement, nous avons constaté une différence notable entre les essais de traction et de compression qui s'accroît avec la température. Ce constat se vérifie lors de l'identification des paramètres matériau hyperélastique et hystérétique à 0°C par exemple (figure 5.1). Ce constat est aussi mis en évidence avec l'analyse de la valeur de la fonction coût qui est beaucoup plus importante en traction qu'en compression. La solution obtenue dans ce cas est un compromis pour reproduire les deux essais simultanément, mais elle ne donne pas complète satisfaction surtout pour les essais de traction. Par la suite, nous identifierons les paramètres matériau pour les essais

en traction et compression séparément. Les paramètres ainsi obtenus permettront, par la suite, la construction d'une loi dépendante de la pression de confinement.

Utilisation des courbes de traction et compression séparément

L'identification des paramètres matériau est réalisée séparément pour les essais de traction et compression, en conservant la même démarche d'identification que celle utilisée dans le paragraphe 5.1.1.

Dans les tableaux 5.1 et 5.2 nous avons récapitulé les paramètres matériau obtenus lors de l'identification des contributions hyperélastique et hystérétique. Au cours de l'identification, le paramètre hyperélastique C_2 (équation 2.15) a été fixé, de manière arbitraire, à une valeur de 0.01 MPa pour les différentes températures considérées. Les courbes correspondant aux températures de 80°C et 0°C sont montrées, à titre d'exemple, sur les figures 5.2 et 5.3. Ces courbes sont représentatives des résultats obtenus pour l'ensemble des températures considérées. Quelle que soit la température étudiée nous avons une bonne identification des contributions hyperélastique et hystérétique, comme nous l'indique la fonction coût récapitulée dans les tableaux 5.1 et 5.2.

Température [°C]	Traction					fonction coût
	C_1 (MPa)	C_3	n_p	μ_h (MPa)	Q_0 (MPa)	
100	0.452	0.636	1.54	1.139	0.1	0.08
80	0.446	0.53	1.4	1.388	0.1	0.069
40	0.4128	0.2947	1.467	1.487	0.1	0.018
23	0.428	0.187	0.178	1.581	0.1	0.013
0	0.45	0.26	0.1	8.64	0.33	0.035
-8	0.612	0.227	1.04	4.902	0.232	0.05
-15	0.93	0.47	2.29	6.7	0.388	0.27

TAB. 5.1 – Evolution des paramètres matériau hyperélastique et hystérétique en traction et de la fonction coût en fonction de la température.

Température [°C]	Compression					fonction coût
	C_1 (MPa)	C_3	n_p	μ_h (MPa)	Q_0 (MPa)	
100	0.449	0.1	0.015	0.0.899	0.7	0.00237
80	0.395	0.1	0.0921	0.669	0.699	0.00224
40	0.318	0.109	0.5	0.55	0.7	0.000736
23	0.248	0.09	0.49	0.697	0.999	0.0154
0	0.15	0.09	0.29	1.101	1.609	0.0014
-8	0.073	1.89	0.57	1.199	1.608	0.00399
-15	0.119	9.05	0.32	4.29	1.609	0.19

TAB. 5.2 – Evolution des paramètres matériau hyperélastique et hystérétique en compression et de la fonction coût en fonction de la température.

Expérimentalement, nous avons observé que l'équilibre hystérétique n'évoluait pas en fonction de la température dans la plage de température d'analyse. Les résultats, reportés dans les tableaux

5.1 et 5.2, nous indiquent que le paramètre Q_0 est stable jusqu'à environ 0°C . Ensuite il augmente avec la diminution de la température. De plus, les autres paramètres (C_1 , n_p et μ_h) semblent relativement stables pour les températures comprises entre 23°C et 100°C , dans le cas de la traction.

En compression, l'hyperélasticité devient plus importante avec l'augmentation de la température alors que l'hystérésis diminue. A priori ces différentes évolutions sont cohérentes avec l'analyse classique des élastomères. Plus on se rapproche de la température de transition vitreuse, moins l'élasticité entropique est importante et plus le comportement pseudo-plastique augmente.

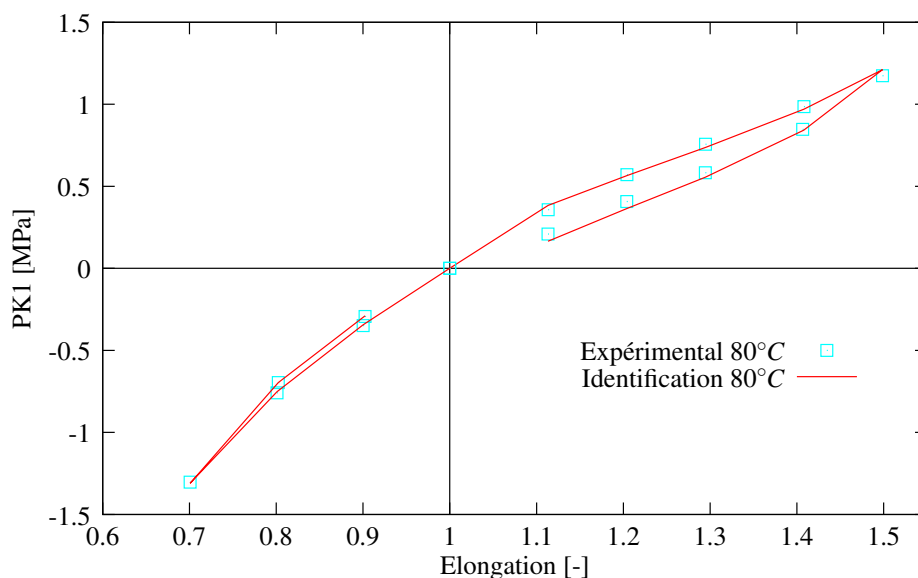


FIG. 5.2 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification en traction et en compression séparément à 80°C pour les contributions hyperélastique et hystérique.

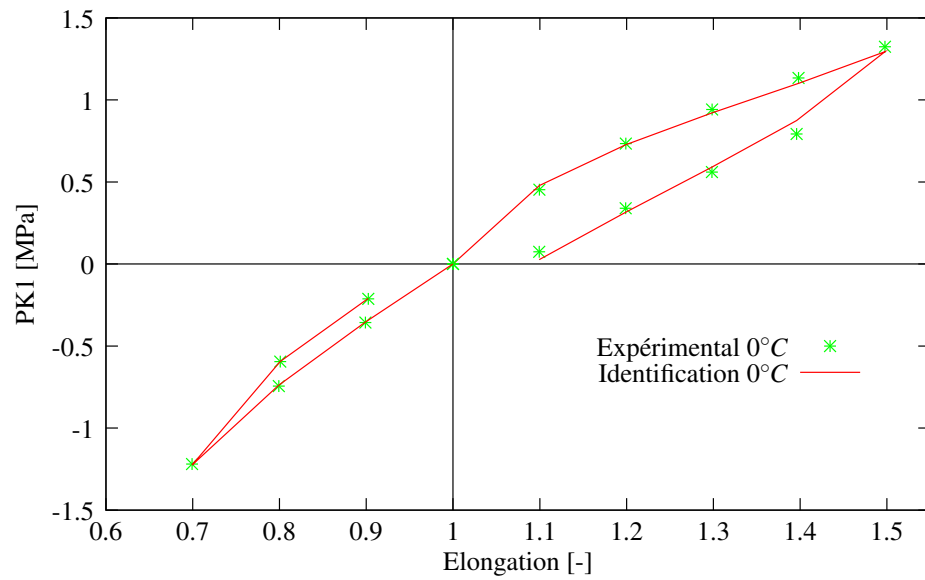


FIG. 5.3 – Comparaison entre la courbe expérimentale et le résultat de l'identification en traction et en compression séparément à 0°C pour les contributions hyperélastique et hystérique.

Evolution des contributions hyperélastique et hystérétique et des paramètres matériau en fonction de la température

Nous souhaitons représenter l'évolution des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température pour une meilleure compréhension de l'influence de cette variable sur le modèle de comportement HVH.

Nous ne présenterons ici que les courbes d'essais de chargement en compression interrompu par des relaxations en ne considérant que les points de fin de relaxation. Les figures 5.4 et 5.5 représentent respectivement les contributions hyperélastique et hystérétique en terme de contrainte en fonction de l'élongation. La figure 5.6 représente, quant à elle, la somme des contributions hyperélastique et hystérétique pour les différentes températures testées. Les évolutions des contributions hyperélastique et hystérétique pour les essais en traction sont présentées en annexe B.

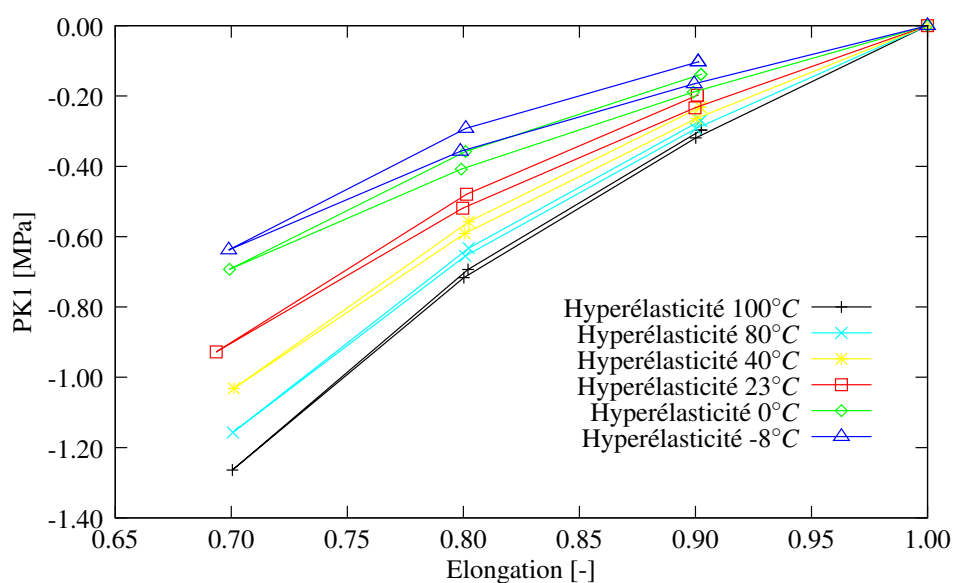


FIG. 5.4 – Evolution de la contribution hyperélastique pour les essais de chargement en compression interrompu par des relaxations en fonction de la température.

La représentation de la contribution hyperélastique, dans le modèle HVH, conduit à une boucle lors d'un essai de charge-décharge (figure 5.4, phénomène expliqué dans la section 2.2).

Sur la figure 5.4, nous avons représenté l'évolution de la contribution hyperélastique en fonction de la température. Nous pouvons constater que la contrainte maximale atteinte augmente avec l'augmentation de la température.

Concernant l'évolution de la contribution hystérétique en fonction de la température (figure 5.5), nous remarquons que la contrainte maximale atteinte et l'ouverture des boucles diminuent avec l'augmentation de la température.

La figure 5.6 récapitule la somme des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température. Nous constatons que les courbes de 40°C à 100°C sont très proches de la courbe à 23°C. Cependant, nous pouvons observer une diminution de l'ouverture des boucles avec l'augmentation de la température. Ce phénomène est lié à la contribution hystérétique. Pour les basses températures, il est difficile de dégager une tendance puisque nous avons une évolution opposée entre 0°C et -8°C dûe aux courbes expérimentales.

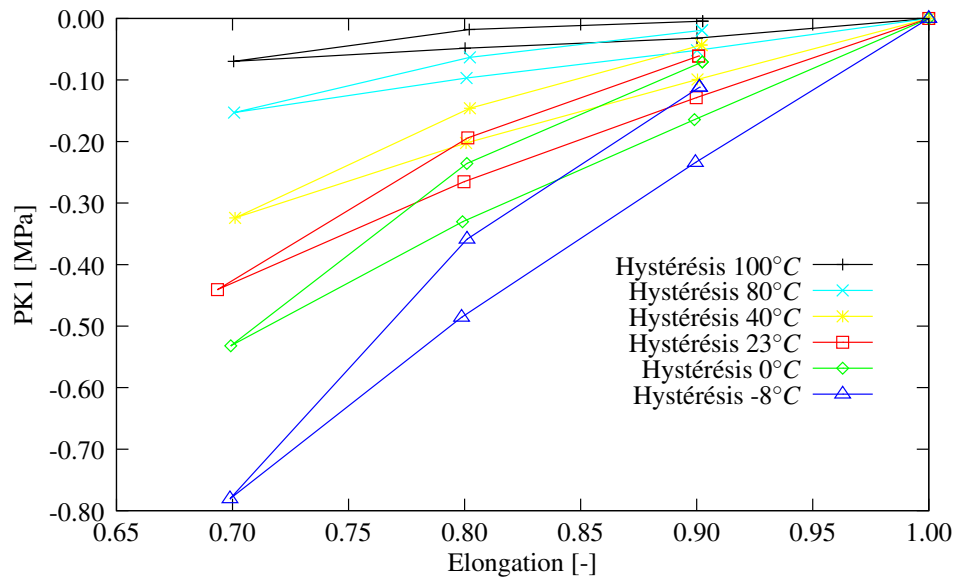


FIG. 5.5 – Evolution de la contribution hystérétique pour les essais de chargement en compression interrompu par des relaxations en fonction de la température.

Elasticité entropique

L'élasticité se décompose classiquement en deux parties [Halary et al., 2008] :

- Une élasticité enthalpique, appelée aussi élasticité vraie, résulte de la modification des distances interatomiques au sein d'un cristal ou de la longueur des liaisons au sein d'un polymère amorphe.
- Une élasticité entropique, couramment nommée hyperélasticité, correspondant à des changements conformationnels induits pas l'étirage. Il est nécessaire d'avoir une mobilité moléculaire pour obtenir cette élasticité. Ceci est possible seulement pour des températures supérieures à la température de transition vitreuse T_g .

Cette réponse entropique suit théoriquement une évolution linéaire en fonction de la température (figure 5.7). On considère que l'élasticité entropique est nulle au point d'origine de cette évolution linéaire qui correspond à la température de transition vitreuse T_g .

Nous avons souhaité vérifier si la contribution hyperélastique de notre matériau suivait une évolution linéaire en fonction de la température. Nous supposons l'équation suivante traduisant l'évolution linéaire de l'entropie :

$$PK1_{max} = aT \quad (5.1)$$

où T est la température en degré Kelvin, a le coefficient directeur de la droite et $PK1_{max}$ la contrainte de Piola-Kirchoff1 atteinte à la fin du chargement.

La figure 5.8 présente, en fonction de la température, la comparaison entre l'évolution de la valeur maximale de la contribution hyperélastique et l'évolution entropique de la température en considérant deux températures de référence. La droite, en rouge, correspond au cas où l'on prend 23°C comme température de référence. Son coefficient directeur est $a = -3.134 \cdot 10^{-3}$. Celle en

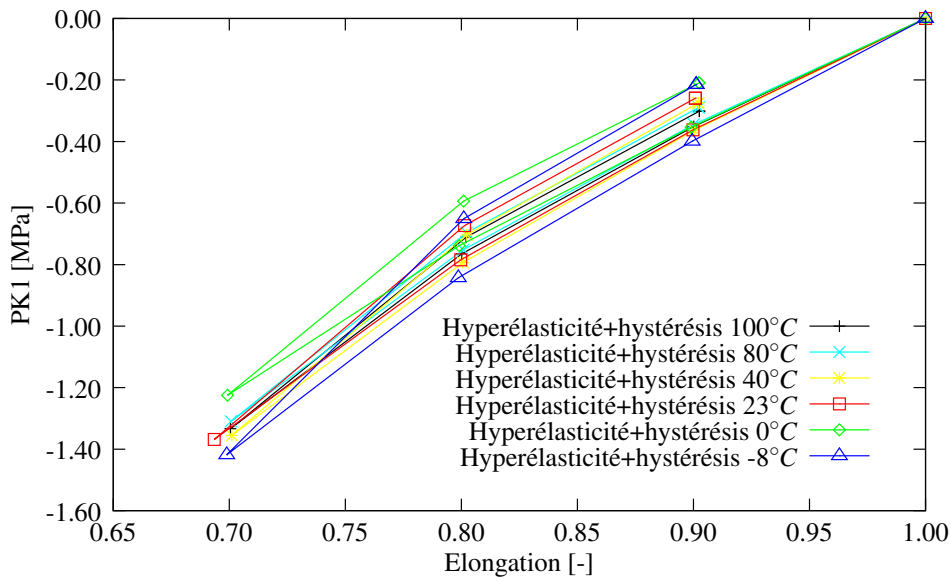


FIG. 5.6 – Evolution de la somme des contributions hyperélastique et hystérétique pour les essais de chargement en compression interrompu par des relaxations en fonction de la température.

vert, correspond au cas où l'on prend 40°C comme température de référence. Son coefficient directeur est $a = -3.29.10^{-3}$.

En prenant comme référence l'élasticité entropique calculée pour une température de référence de 23°C , nous constatons que la contribution hyperélastique est sous-estimée. Pour les températures de 40°C et 80°C , nous avons un écart de 4.8% entre la réponse théorique et la contrainte identifiée. A 100°C l'écart est de 7.4%, il a presque doublé par rapport aux autres températures. Par contre, lorsque l'on observe l'évolution de l'élasticité entropique avec 40°C comme température de référence, nous avons une évolution très proche de nos données expérimentales. Sauf pour les températures aux extrémités où nous avons un écart de l'ordre de 4%. Globalement, nous pouvons constater que l'hyperélasticité suit une évolution très proche d'une évolution linéaire de type entropique.

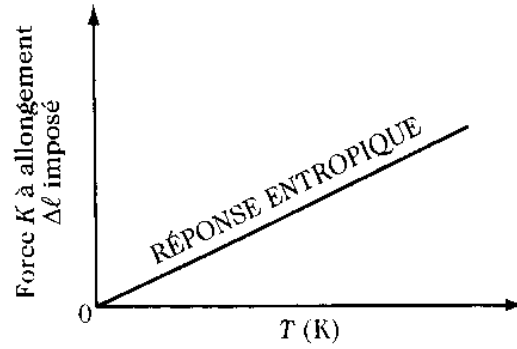


FIG. 5.7 – Evolution théorique de l'élasticité entropique en fonction de la température [Halary et al., 2008].

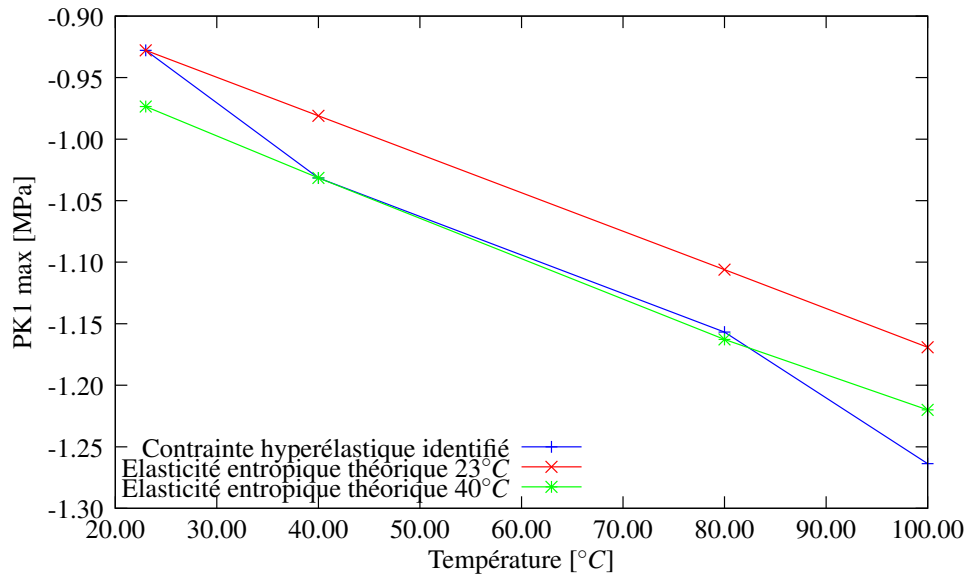


FIG. 5.8 – Evolution linéarisée en température de l'élasticité entropique, identifiée à 23°C et 40°C.

Evolution des paramètres matériau en fonction de la température

Nous avons également essayé d'analyser l'évolution des paramètres matériau en fonction de la température. Les figures 5.9 et 5.10 présentent l'évolution des paramètres matériau des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température obtenue pour les essais en compression. Les évolutions des paramètres matériau hyperélastique et hystérétique pour les essais en traction sont présentées en annexe B.

Nous pouvons constater que le paramètre C_1 croît avec l'augmentation de la température. Le paramètre C_3 n'est quasiment pas influencé par la température de 0°C à 100°C . En revanche, une nette augmentation de ce paramètre est observée lorsqu'on passe en dessous de 0°C . Le paramètre principal pour la contribution hyperélastique est C_1 . Les paramètres C_1 et C_3 font partie du premier terme de l'équation de Hart-Smith (cf équation 2.15) et ils permettent de représenter l'évolution globale hors changement de volume.

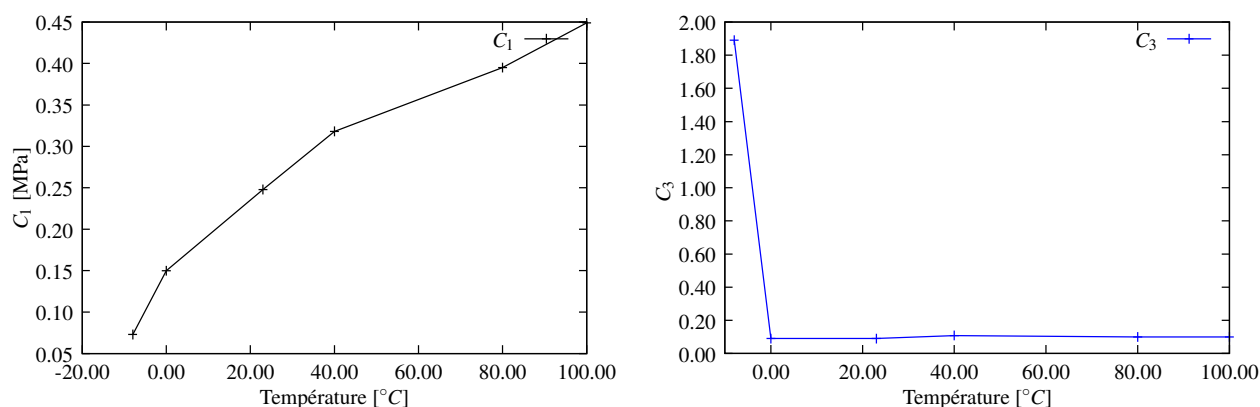


FIG. 5.9 – Evolution des paramètres hyperélastiques C_1 et C_3 en fonction de la température pour les essais en compression.

Les paramètres hystérétiques ont une autre évolution que ceux de la contribution hyperélastique (figure 5.10). Nous constatons une nette diminution de la valeur du paramètre μ_h de -8°C à 40°C . Par contre, à partir de 40°C nous observons une augmentation progressive pour les hautes températures, jusqu'à 100°C .

Le paramètre Q_0 , lui, diminue progressivement avec l'augmentation de la température pour atteindre un palier à partir de 0°C . Le paramètre Q_0 représente l'amplitude de l'hystérésis non visqueuse. Près de la température de transition vitreuse, il devient important ce qui est cohérent avec la littérature. A l'opposé son importance est faible, mais néanmoins non nulle à haute température.

Globalement, nous pouvons constater que pour une température très proche de la température de transition vitreuse, c'est à dire -8°C , nous avons un début de changement d'évolution pour certains paramètres matériau. Nous observons une régularité et une cohérence dans l'évolution des paramètres hyperélastique et hystérétique en fonction de la température. A partir de ces courbes identifiées à des températures fixes, il serait maintenant possible de définir des courbes analytiques obtenues, par exemple, par une technique de minimisation aux moindres carrés, permettant ainsi d'accéder à toutes les températures intermédiaires.

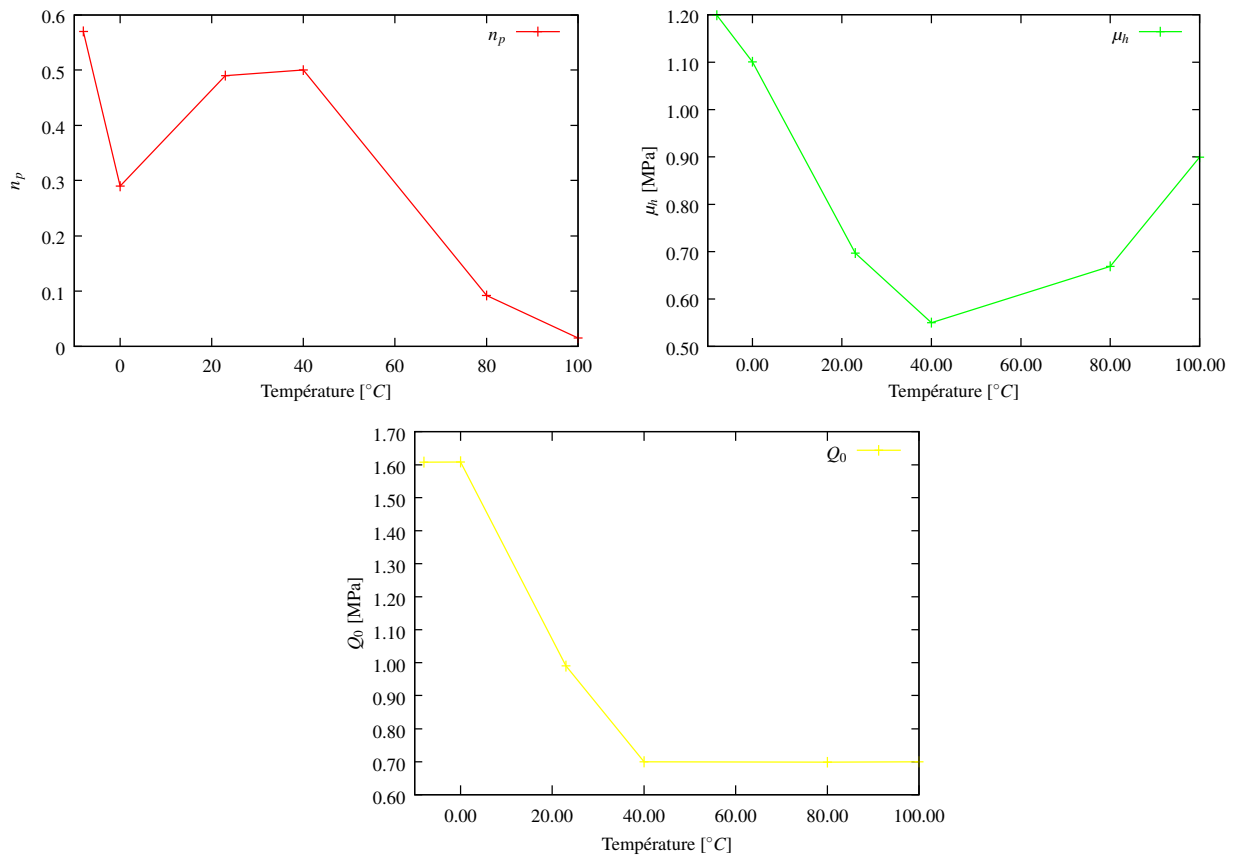


FIG. 5.10 – Evolution des paramètres hystériques n_p , μ_h et Q_0 en fonction de la température pour les essais en compression.

5.1.2 Détermination de la contribution visqueuse en fonction de la température

Les paramètres des deux contributions de Maxwell ont été déterminés à l'aide de la méthode analytique déterminant les temps caractéristiques de relaxation, détaillée au chapitre 3. Cette méthode s'applique sur les essais de relaxation en traction et en compression pour 10% de déformation. A ce niveau de déformation nous avons, en effet, un comportement du matériau très proche entre les essais de chargement interrompu par des relaxations et les essais cyclés en traction et en compression. Il est beaucoup plus difficile d'obtenir ce comportement pour des déformations supérieures, surtout en traction et pour les basses températures comme on peut l'observer sur la figure 5.11). Nous avons réalisé ces comparaisons pour les différentes températures étudiées. Elles sont récapitulées dans l'annexe A.

De nouveaux essais devraient être menés pour tenter d'expliquer ces comportements. Une explication pourrait être une évolution du matériau entre les deux types d'essais. Les essais cycliques ayant été effectués au début de l'étude, ceux de type interrompu, à la fin de ce travail. Néanmoins, cette première interprétation reste purement intuitive et demandera à être confirmée.

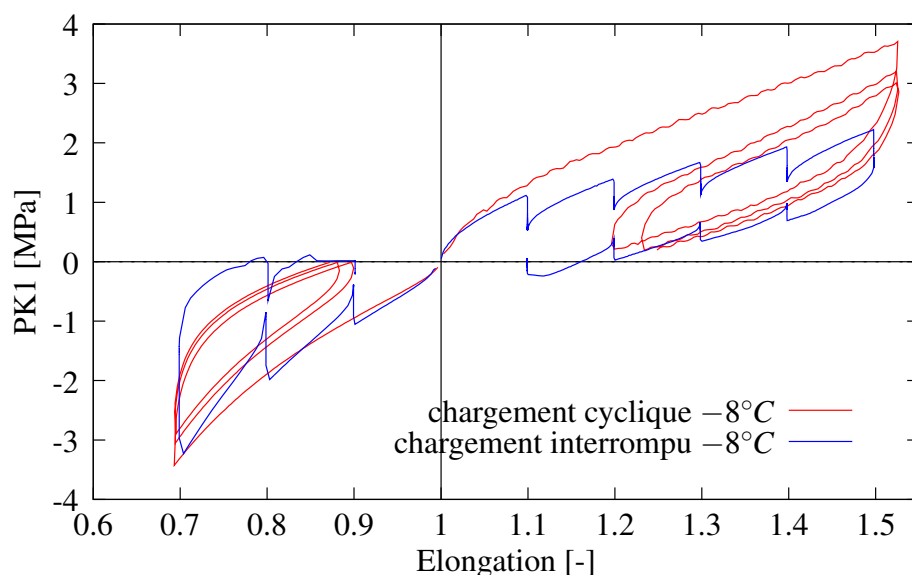


FIG. 5.11 – Comparaison entre les essais cycliques et les essais de chargement interrompu par des relaxations en traction et en compression à -8°C .

Seulement deux temps caractéristiques de relaxation ont été retenus pour reproduire le comportement en relaxation du matériau pendant 900s. Nous rappelons que la détermination du nombre de branche de Maxwell nécessaire pour décrire l'essai de relaxation est obtenue à l'aide du critère $t_i \geq 4\tau_i$, développé dans la section 3.2.2.

Nous avons fait le choix, par soucis de clarté, de présenter seulement les deux températures les plus représentatives des résultats obtenus lors de l'identification des temps caractéristiques de relaxation. La comparaison entre les résultats expérimentaux et l'identification analytique des paramètres visqueux sont ainsi présentées sur les figures 5.12 et 5.13 pour les températures de 80°C et 0°C .

Nous pouvons constater que nous décrivons correctement les différents essais de relaxation pour

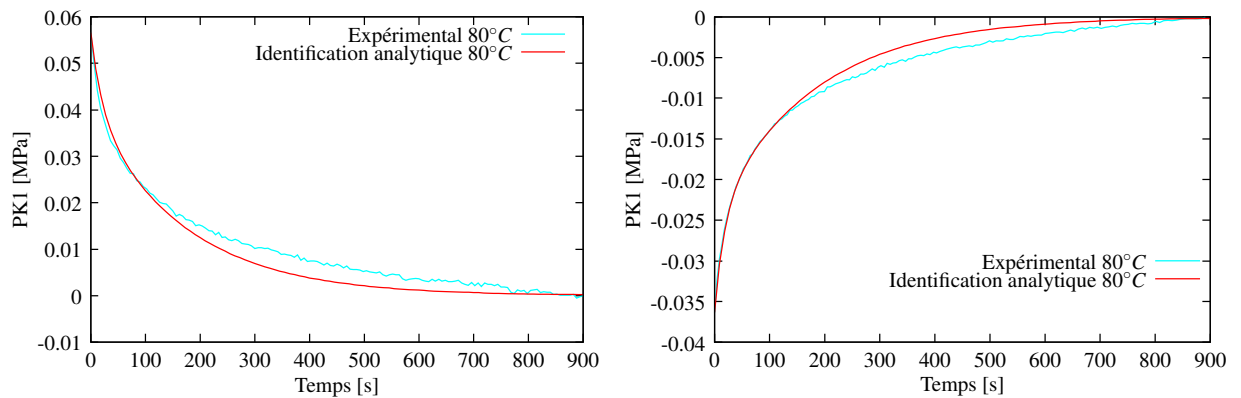


FIG. 5.12 – Courbes de relaxation en traction et en compression identifiées analytiquement à 80°C.

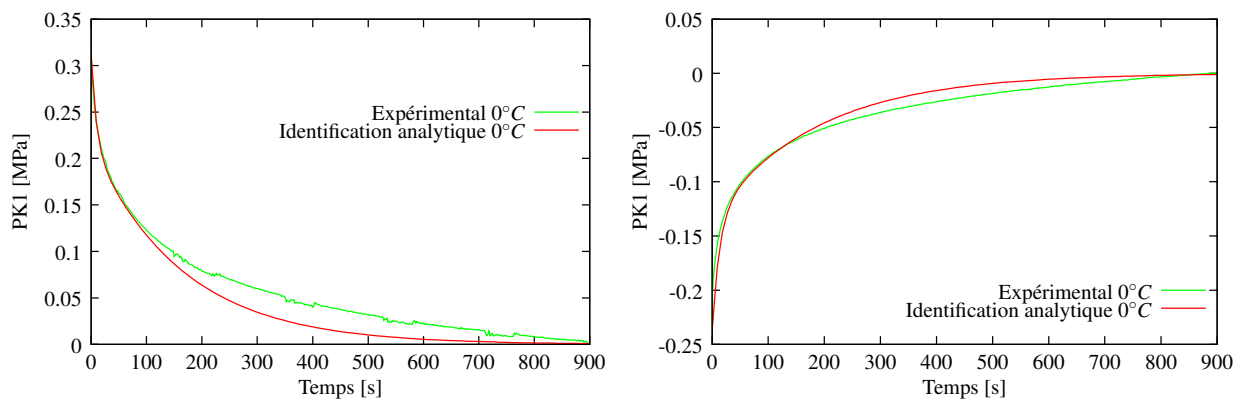


FIG. 5.13 – Courbes de relaxation en traction et en compression identifiées analytiquement à 0°C.

les températures testées. Remarquons que le fait de retenir deux branches de Maxwell, pour chaque courbe, conduit la simulation à passer systématiquement par 3 points caractéristiques de la courbe expérimentale : l'origine, le point situé à $4 \tau_1$ et le point final à 900s. La différence "simulation" - "expérimentation" est maximale à mi-chemin entre les temps $4 \tau_1$ et 900s ce qui est logique. Ceci montre que la prise en compte d'un nombre plus important de branches de Maxwell conduira automatiquement à se rapprocher de la courbe expérimentale. Les conséquences d'une augmentation du nombre de branche ne sont pas une difficulté car la procédure d'identification est automatique à partir d'une seule courbe de relaxation. Par contre, l'implémentation informatique actuelle du comportement de Maxwell généralisé induit un temps de simulation proportionnel au nombre de branche (chaque intégration temporelle de branche est effectuée séparément) ce qui est un argument pour limiter le nombre de branches. Ce fonctionnement nous apparaît suffisant dans le cas de notre étude exploratoire. Néanmoins, dans le cadre d'une exploitation industrielle, l'intégration temporelle conjointe de toutes les branches est très facilement envisageable, d'où des temps de calcul réduits pour un plus grand nombre de branches.

Enfin, la méthode d'identification repose sur un découplage des différentes branches, par des temps caractéristiques clairement différents, imposés dans notre cas par le critère $4 \tau_1$. Il est possible d'assouplir ce critère à $3 \tau_1$ par exemple, mais guère au-delà sous peine d'aboutir à un couplage entre l'influence des différentes branches. En conclusion, le modèle à deux branches de Maxwell constitue le choix actuel le plus simple et le plus rapide garantissant un bon découplage. Les différences

entre la simulation et les courbes expérimentales nous semblent raisonnables comparativement aux autres différences constatées pour les différentes températures. Nous avons également vérifié qu'une solution à trois branches (non présentée dans ce mémoire) est également possible avec une identification automatique. Elle conduit à une légère amélioration des résultats.

Les tableaux 5.3 et 5.4 récapitulent les différentes valeurs des paramètres visqueux obtenus en traction et compression ainsi que les temps caractéristiques, en fonction de la température.

Température [°C]	Traction					
	1 ^{ère} branche de Maxwell			2 nd branche de Maxwell		
	τ_1	E_1 (MPa)	η_1 (MPa.s ⁻¹)	τ_2	E_2 (MPa)	η_2 (MPa.s ⁻¹)
100	38.99	0.1628	6.348	181.19	0.4514	81.80
80	20.93	0.4807	10.06	169.76	0.536	94.73
40	13.95	1.18	16.53	158.14	0.868	137.33
23	13.18	1.325	17.46	154.54	1.09	168.69
0	9.09	5.83	53.04	163.63	2.89	473.41
-8	9.09	16.13	146.66	158.63	4.23	671.98

TAB. 5.3 – Evolution des temps caractéristiques et des paramètres matériau pour la contribution visqueuse en traction, en fonction de la température.

Température [°C]	Compression					
	1 ^{ère} branche de Maxwell			2 nd branche de Maxwell		
	τ_1	E_1 (MPa)	η_1 (MPa.s ⁻¹)	τ_2	E_2 (MPa)	η_2 (MPa.s ⁻¹)
100	14.41	0.99	2.87	148.83	0.1673	24.905
80	18.34	0.19	3.49	181.192	0.219	39.84
40	20.45	0.3029	6.195	186.36	0.5017	93.50
23	13.95	1.09	15.25	181.39	0.749	135.975
0	13.48	1.99	26.94	188.37	1.22	230.10
-8	6.42	17.10	109.83	169.72	1.9	323.14

TAB. 5.4 – Evolution des temps caractéristiques et des paramètres matériau pour la contribution visqueuse en compression, en fonction de la température.

Nous remarquons que les valeurs de τ_1 et τ_2 sont du même ordre de grandeur pour les essais de relaxation en traction et en compression. Toutefois, il est très difficile de conclure sur l'évolution du temps caractéristique τ_2 en fonction de la température. Par contre, en traction, nous pouvons constater que le temps caractéristique τ_1 diminue avec la température. En compression, nous observons une augmentation de τ_1 de 100°C à 40°C puis ce temps diminue pour les basses températures. La diminution des valeurs de ce temps caractéristique est due à l'augmentation de la relaxation avec les basses températures observées expérimentalement.

Il est à noter que malgré ces changements de sens dans l'évolution des temps caractéristiques, nous conservons des gradients d'évolution de signe parfaitement constants pour les paramètres E_1 , E_2 , η_1 et η_2 ce qui est assez remarquable. Ainsi, nous notons une nette augmentation des paramètres visqueux à l'approche de la température de transition vitreuse. Nous pouvons également

constater une évolution sous forme d'exponentielle lorsque nous traçons l'évolution des paramètres E_1 et η_1 en fonction de la température sur les figures 5.14 et 5.15.

Cette évolution des paramètres visqueux peut s'expliquer par le fait que lors de la montée en température, généralement sur tous polymères, on augmente la mobilité des chaînes du fait que les liaisons faibles (liaisons de Van Der Waals par exemple) cassent. Cette augmentation de la mobilité des molécules entraîne la diminution de la viscosité sur le matériau.

La loi d'Arrhenius permet de décrire la vitesse d'une réaction chimique en fonction de la température. Elle permet de reproduire la vitesse de réaction de la mobilité des chaînes et donc la viscosité du matériau. Cette loi énoncée par Arrhenius [Arrhenius, 1889], est de la forme :

$$k = A \exp^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (5.2)$$

où E_a est l'énergie d'activation d'Arrhenius en $kJ.mol^{-1}$, R la constante des gaz parfait $8.314 J.mol^{-1}.K^{-1}$ et T la température en degré Kelvin.

De manière à simplifier la prise en compte de la température, il serait intéressant de disposer d'une évolution analytique. Or, les évolutions constatées sur les paramètres E_α et η_α semblent également suivre un type d'évolution semblable à la loi d'Arrhenius. Dans notre cas, nous avons considéré deux constantes A et $B = \frac{E_a}{RT}$. Nous constatons (figures 5.14 et 5.15) que cette loi s'adapte effectivement bien à la description analytique en température des paramètres visqueux E_α et η_α .

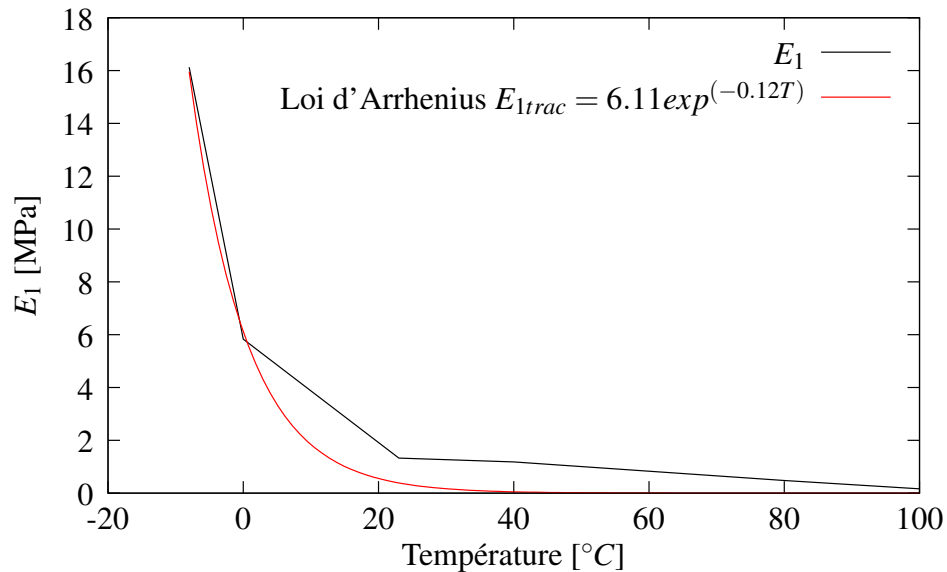


FIG. 5.14 – Evolution du paramètre visqueux E_1 en traction, en fonction de la température avec la loi d'Arrhenius.

Remarques Les équations pour les paramètres visqueux ont été obtenues par ajustement automatique à l'aide du logiciel gnuplot. Les équations des deux courbes présentées 5.14 et 5.15 sont respectivement : $E_{1trac} = 6.11 \exp(-0.12T)$ et $\eta_{2comp} = 250.47 \exp(-0.025T)$ avec T la température. De plus, les tableaux 5.5 et 5.6 récapitulent les valeurs des deux constantes (A et B) de la loi d'Arrhenius.

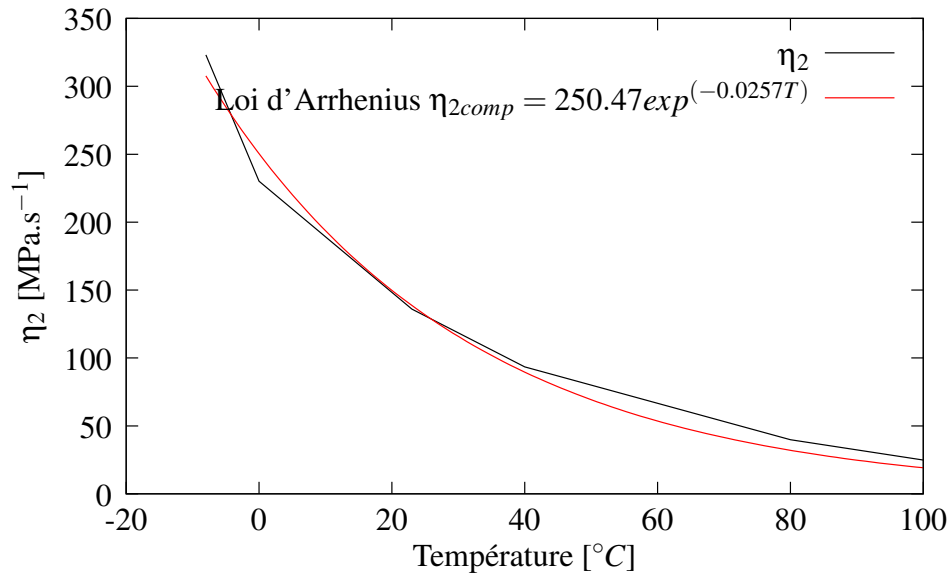


FIG. 5.15 – Evolution du paramètre visqueux η_2 en compression, en fonction de la température avec la loi d'Arrhenius.

Paramètres visqueux en traction	Constantes loi Arrhenius	
	A	B
E_1 (MPa)	6.11	-0.12
E_2 (MPa)	3.03	-0.0376
η_1 (MPa.s ⁻¹)	57.62	-0.115
η_2 (MPa.s ⁻¹)	447.79	-0.0438

TAB. 5.5 – Constantes de la loi d'Arrhenius pour les paramètres visqueux en traction.

Paramètres visqueux en compression	Constantes loi Arrhenius	
	A	B
E_1 (MPa)	1.99	-0.268
E_2 (MPa)	1.413	-0.0274
η_1 (MPa.s ⁻¹)	28.12	-0.17
η_2 (MPa.s ⁻¹)	250.47	-0.025

TAB. 5.6 – Constantes de la loi d'Arrhenius pour les paramètres visqueux en compression.

5.1.3 Représentation globale des essais de chargement interrompu par des relaxations à l'aide du modèle HVH

Finalement, en utilisant les différentes contributions identifiées, une comparaison entre les résultats d'essais expérimentaux et les prédictions du modèle HVH est réalisée. Les essais de chargement en traction et en compression interrompus par des relaxations sont représentés sur les figures 5.16 et 5.17 pour les températures de 80°C , 0°C et -8°C , respectivement, en terme de contrainte en fonction de l'élongation et de la contrainte en fonction du temps.

Pour les différentes températures montrées sur les figures 5.16 et 5.17 comme à température ambiante, nous obtenons une relativement bonne corrélation entre les essais expérimentaux et l'identification. Toutefois, pour les déformations supérieures à 30% nous constatons une sous-estimation de la réponse numérique par rapport à la courbe expérimentale aussi bien en traction qu'en compression, pour les températures présentées. Nous pouvons remarquer que la simulation des relaxations pour le déchargement est similaire à celle du chargement. Expérimentalement nous pouvons constater que ce n'est pas le cas. Ce point serait à améliorer par la suite.

Nous pouvons également constater (figure 5.17) que nous reproduisons correctement les étapes de la relaxation à 80°C , 0°C et -8°C . De plus, nous atteignons bien la fin de la relaxation pour chaque taux de déformation. Il apparaît donc globalement une bonne corrélation entre les identifications et les courbes expérimentales obtenues pour les températures, jusqu'à -8°C .

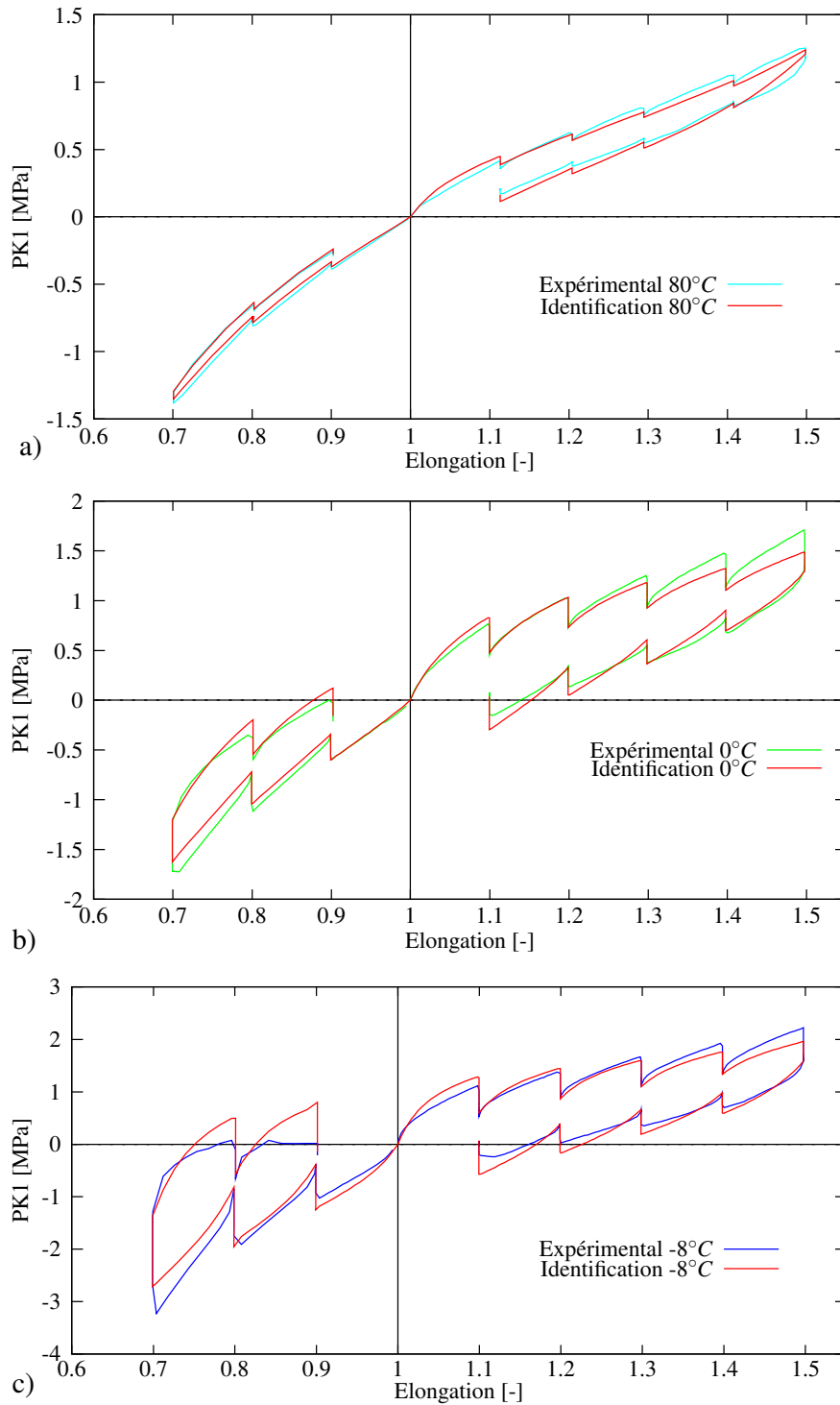


FIG. 5.16 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en traction et compression, en contrainte-élongation pour a) 80°C, b) 0°C et c) -8°C.

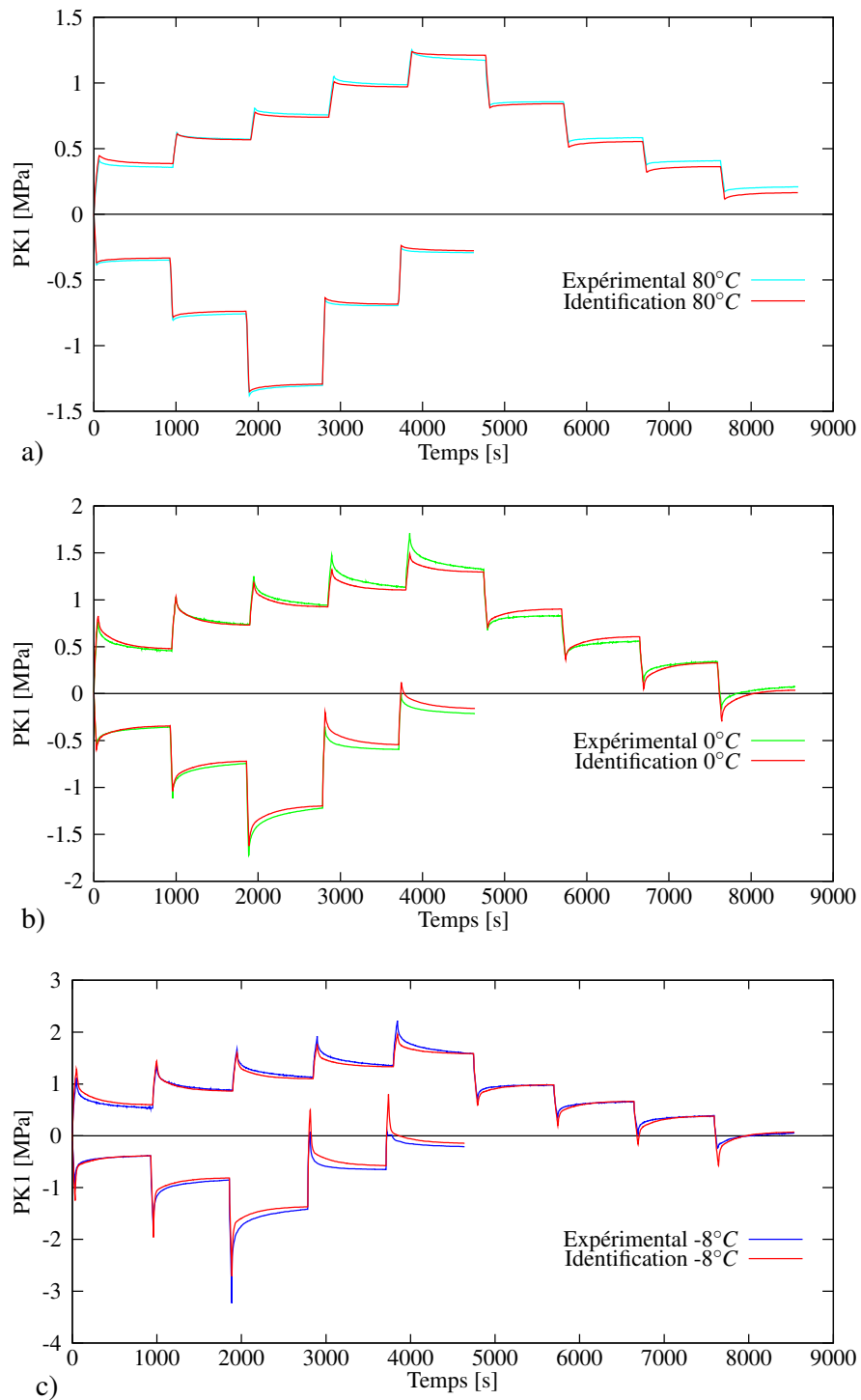


FIG. 5.17 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la réponse de l'identification pour l'essai de chargement interrompu en traction et compression en contrainte-temps pour a) 80°C, b) 0°C et c) -8°C.

5.2 Validation en température et cycle thermique

Afin de vérifier la validité du modèle HVH en fonction de la température, des simulations numériques ont été effectuées sur différents cas de chargement. Ces essais ont déjà été présentés à température ambiante, mais n'ont pas servi lors de l'identification. La prédiction du modèle a aussi été confrontée aux essais expérimentaux en relaxation au cours de cycles de température (section 4.4).

5.2.1 Validation sur des tests homogènes

Les essais utilisés lors de la validation en température sont des essais de chargement cyclique constitués de 1 et 3 cycles de charge-décharge. Un essai de chargements successifs est aussi utilisé pour des taux de déformation successifs imposés vont de 10% à 50% lors des essais en traction et de 10% à 30% pour les essais en compression. Les simulations sont effectuées à l'aide des paramètres matériau récapitulés dans les tableaux 5.1 et 5.3 en traction ainsi que les tableaux 5.2 et 5.4 en compression. Rappelons que ces valeurs sont obtenues à l'aide des essais de relaxation ainsi que des essais chargement interrompu par des relaxations en traction et en compression séparément.

Nous avons sélectionné des comparaisons représentatives entre les résultats numériques et les essais expérimentaux à certaines températures. Ainsi, sur la figure 5.18, nous présentons les essais de chargement cyclique à une seule boucle pour 80°C . Les essais comportant trois cycles de chargement sont présentés sur la figure 5.19 pour les températures de 80°C et 0°C . Puis, les courbes de chargements successifs sont présentées sur la figure 5.20 pour les températures de 100°C et -8°C . Le tableau 5.7 récapitule les différentes valeurs de la fonction coût obtenues pour les différentes courbes en fonction de la température.

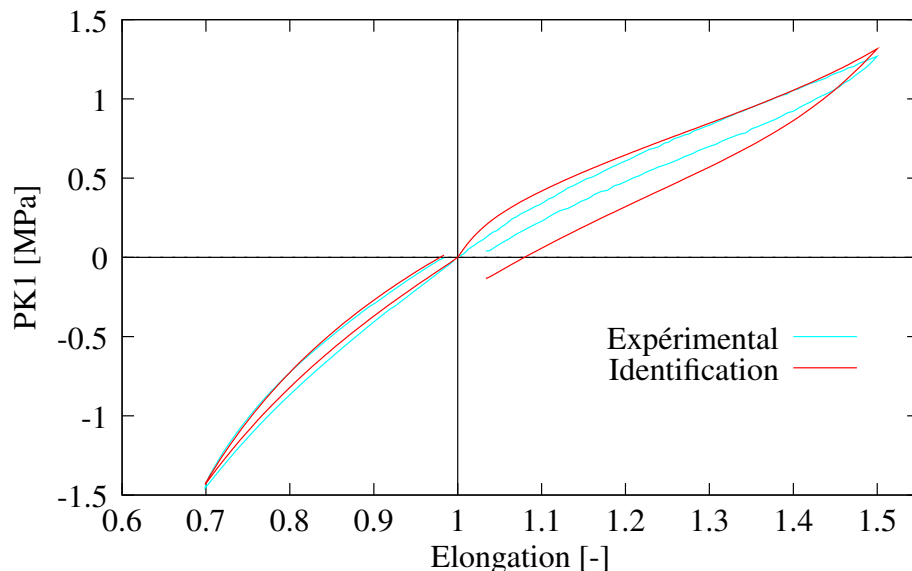


FIG. 5.18 – Comparaison entre les courbes expérimentales et la simulation pour les essais de chargement cyclique en traction et compression à 80°C .

Nous constatons une bonne corrélation entre les courbes expérimentales et numériques en compression simple sur la figure 5.18, un peu moins bonne en traction, même si la tendance est bien res-

pectée. A priori, cette différence proviendrait d'une importance trop grande de la première branche visqueuse.

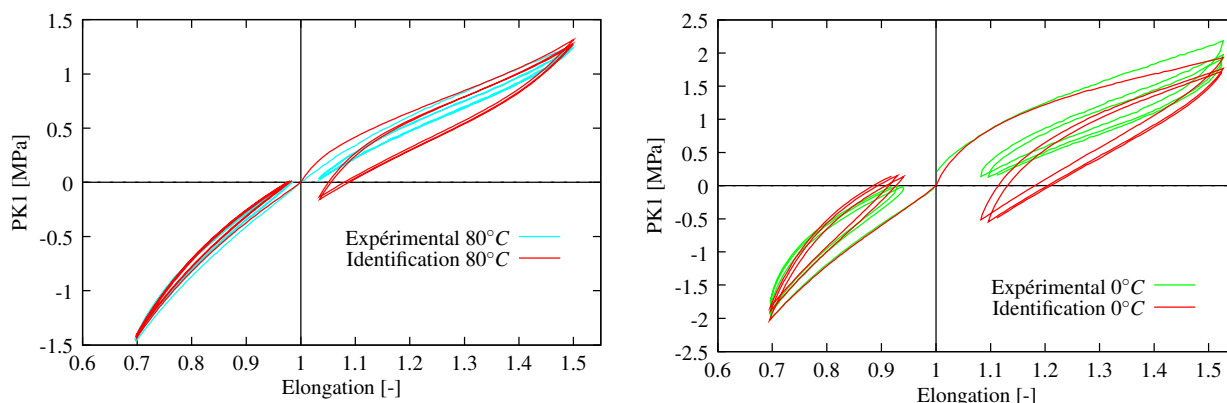


FIG. 5.19 – Comparaison entre les courbes expérimentales et la simulation pour les essais ayant trois cycles en traction et en compression à 80°C et 0°C.

Les essais de chargement pour 3 cycles et les essais de chargements successifs confirment les valeurs de la fonction coût du tableau 5.7. Nous obtenons une bonne corrélation entre les essais expérimentaux et la réponse numérique pour les hautes températures quelque soit le type d'essai. La valeur de la fonction coût offre des résultats tout à fait satisfaisants. Alors que pour les basses températures, inférieures à 0°C, la fonction coût augmente. Nous pouvons constater que l'écart entre les courbes s'accroît principalement à la fin du chargement, pour les essais en traction. Pour les essais en compression, nous obtenons un comportement similaire à la courbe expérimentale à basse température.

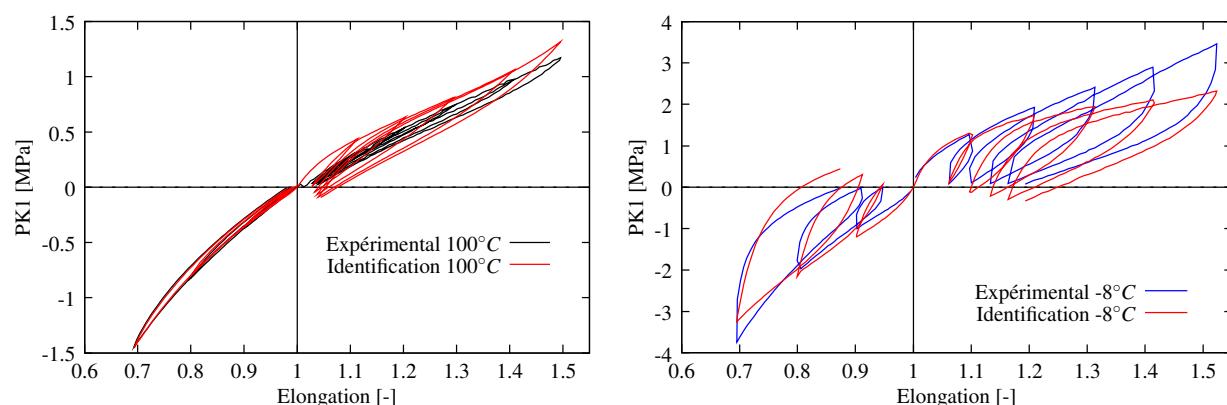


FIG. 5.20 – Comparaison entre les courbes expérimentales et la simulation pour les essais de traction et compression successifs à 100°C et -8°C.

Température [°C]	Fonction coût			
	Trac 3cycles	Trac successif	Comp 3cycles	Comp successif
100	0.917	0.38	0.008	0.014
80	0.967	0.672	0.065	0.03
40	1.99	2.06	0.207	0.078
23	0.373	0.25	0.294	0.18
0	9.70	8.04	0.971	0.529
-8	16	14.27	12.67	6.73

TAB. 5.7 – Valeurs de la fonction coût en fonction de la température pour les essais de traction et compression avec trois cycles et les chargements successifs.

5.2.2 Validation sur des essais en relaxation avec un cycle thermique

Deux cas de relaxation avec cycle thermique ont été modélisés avec HERZHZH++. Ces essais ont été présentés dans la section 4.4. Nous avons choisi, dans un premier temps, de traiter le cas du cycle de température allant de 23°C à 0°C (figure 4.27). Un deuxième essai, modélisant un cycle en haute température est présenté ensuite. Dans les deux cas, les conditions limites expérimentales, les conditions de chargement et les évolutions de température sont simulées avec le logiciel HERZHZH++ sur un simple élément hexaédrique en considérant une simulation dépendant de la température.

Dans ce test de relaxation en compression, nous considérerons seulement les paramètres matériau obtenus en compression, issus des tableaux 5.2 et 5.4. Pour prendre en compte les variations de température dans HERZHZH++, nous supposons une évolution linéaire des paramètres matériau entre chaque température identifiée.

Le coefficient de dilatation thermique du matériau pour 23°C est de l'ordre de $\alpha = 150.10^{-6}K^{-1}$. Cette donnée est extraite du tableau récapitulant l'évolution du coefficient de dilatation thermique de notre matériau (section 1.5.3). Lors d'une simulation avec prise en compte de la dilatation thermique, aucune variation n'a été observée sur la réponse numérique. En effet, la déformation thermique de $\varepsilon_{th} = -3.358.10^{-3}$ apparaît comme négligeable. Nous ne prendrons donc pas en compte, lors de cette simulation, cette dilatation thermique.

Simulation de l'essai de relaxation pour un cycle de température allant de 23°C à 0°C

L'essai consiste à imposer un taux de déformation de 30% en compression. Le cycle de température, imposé dans HERZHZH++, reproduit exactement les conditions expérimentales (figure 5.21). Après 26h de relaxation à température ambiante, la descente en température s'effectue par palier. Dans notre cas, nous allons tout d'abord jusqu'à 10°C maintenu pendant 2h pour au final atteindre 0°C. La température de 0°C est maintenue pendant 12h. Lors de la remontée en température, nous appliquons le procédé inverse.

Les valeurs des paramètres matériau à 23°C et 0°C sont récapitulés dans les tableaux 5.8 et 5.9. Même si nous n'atteignons jamais cette température au cours de la simulation, nous supposons également qu'à la température de transition vitreuse de -19°C, l'élasticité entropique (présentée section 5.1.1) est nulle et que nous avons des paramètres hyperélastiques nuls à cette température.

Température [°C]	Compression				
	C_1 (MPa)	C_3	n_p	μ_h (MPa)	Q_0 (MPa)
23	0.248	0.09	0.49	0.697	0.999
0	0.15	0.09	0.29	1.101	1.609

TAB. 5.8 – Evolution des paramètres matériau de la contribution hyperélastique et hystérétique en compression pour 23°C et 0°C.

La courbe obtenue pour la simulation de l'essai de relaxation avec les paramètres matériau dépendant de la température est présentée sur la figure 5.22 en terme de contrainte PK1 en fonction du temps. La figure 5.23 est un zoom de la simulation représentant la première heure de relaxation en terme de contrainte en fonction du temps.

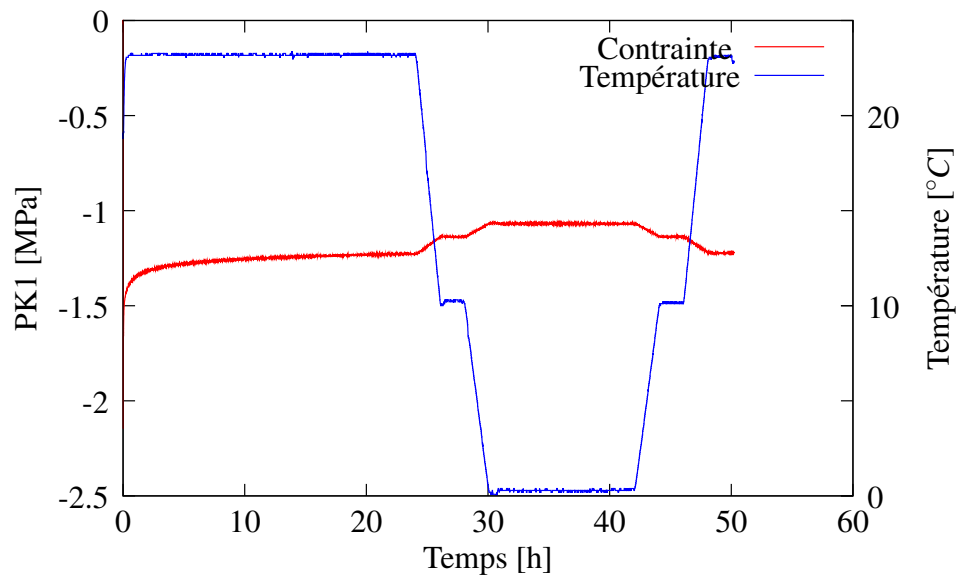


FIG. 5.21 – Évolution de la contrainte PK1 pour un essai de relaxation en compression en fonction de la température (cycle de 23°C à 0°C).

Température [°C]	Compression			
	1 ^{ère} branche de Maxwell		2 nd branche de Maxwell	
	E_1 (MPa)	η_1 (MPa.s ⁻¹)	E_2 (MPa)	η_2 (MPa.s ⁻¹)
23	1.09	15.25	0.749	135.97
0	1.99	26.94	1.22	230.10

TAB. 5.9 – Evolution des paramètres matériau de la contribution visqueuse en compression pour 23°C et 0°C.

A travers les résultats obtenus (figures 5.22 et 5.23), nous reproduisons de manière correcte l'évolution du comportement global du matériau pour ce cycle de température. Par contre, nous surestimons la diminution de la contrainte expérimentale lors de la diminution de la température. Expérimentalement, nous n'avons constaté aucune perte de contrainte lorsqu'on revenait à température ambiante. Nous pouvons observer que numériquement nous reproduisons ce phénomène.

Lorsque nous regardons plus précisément le début de l'essai sur la figure 5.23 nous remarquons que nous reproduisons de manière assez fidèle le comportement du matériau à température ambiante.

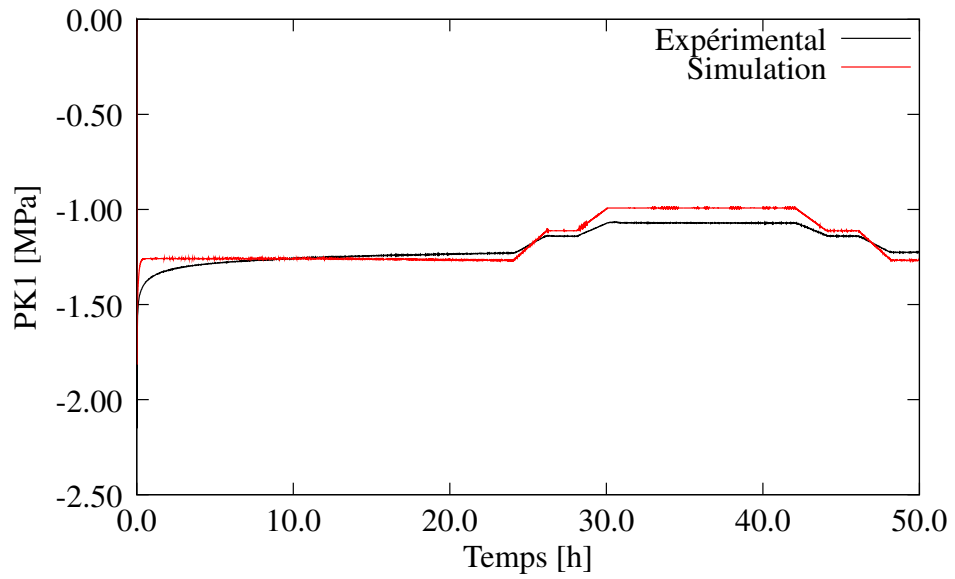


FIG. 5.22 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation pour l’essai de relaxation en compression, en contrainte-temps pour le cycle de température allant jusqu’à 0°C.

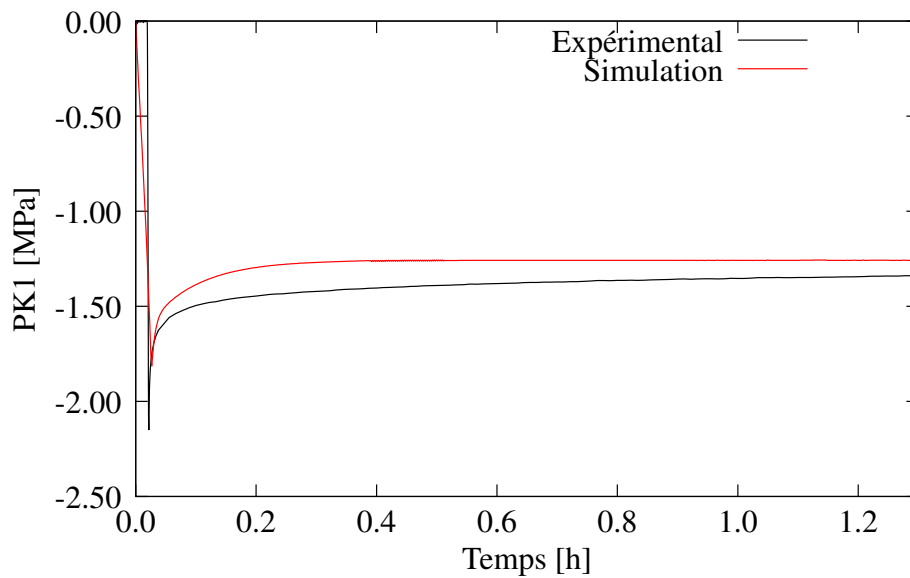


FIG. 5.23 – Observation de la simulation de l’essai de relaxation en compression avant le cycle de température pour 5000s.

Avant la mise en place du cycle de température, nous pouvons constater que la courbe de relaxation se stabilise très rapidement (figure 5.22). Il faut rappeler que notre modèle intègre deux branches visqueuses. Le nombre de branche de Maxwell a été optimisé pour reproduire un essai de relaxation pour 900s. La saturation est obtenue à partir de 900s par le critère qui peut s'écrire sous la forme $4 \tau_1 + 4 \tau_2 = 900s$. Afin de représenter correctement notre essai expérimental, pour des durées plus importantes, ici typiquement quelques dizaines d'heures, il serait nécessaire d'augmenter le nombres de branches de Maxwell utilisées. Par exemple, une branche supplémentaire à identifier sur des temps de relaxation de plusieurs dizaines d'heures peut s'avérer suffisante. Néanmoins, malgré la limitation à 2 branches, la simulation apparaît pertinente.

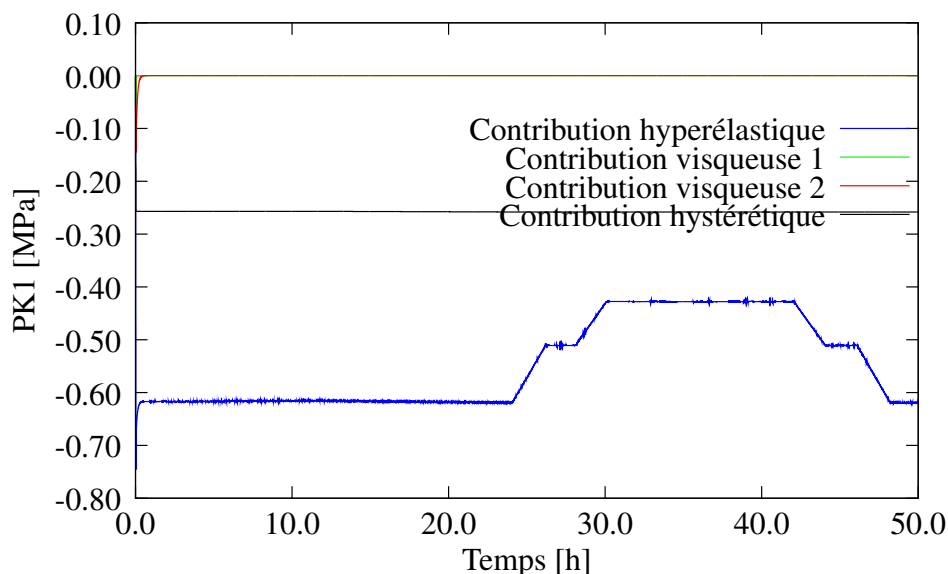


FIG. 5.24 – Evolution des différentes contributions du modèle durant le cycle de température imposé au cours de l'essai de relaxation en compression.

Nous nous sommes intéressés à l'évolution des différentes contributions du modèle HVH durant le cycle de température imposé au cours de l'essai de relaxation en compression (figure 5.24). Nous constatons que seule la contribution hyperélastique intervient lors du changement de température en plus de la viscosité, au début de l'essai de relaxation. Rappelons que la contribution hystérétique évolue en fonction du gradient de déformation totale (en fait la vitesse de déformation par rapport à un temps théorique arbitrairement égale à 1 pour chaque incrément numérique de temps). Pour notre essai, le cycle de température intervient au cours de la relaxation ce qui implique une vitesse de déformation nulle. Cela a pour conséquence la non évolution de la contribution hystérétique au cours du cycle de température. Or, nous avons constaté globalement sur nos essais d'identification à température constante une dépendance de la température pour l'hystérésis. Une première idée pour la prise en compte de cette dépendance en température est d'introduire une dépendance de la température au niveau des paramètres matériau. Le modèle sera ainsi naturellement adapté à des simulations de structure sollicitée à température constante. Cependant, l'analyse de la simulation d'un cycle thermique montre l'insuffisance d'une telle modélisation.

Une seconde idée de modélisation est de considérer une loi d'évolution multiplicative globale sur la contribution hystérétique non visqueuse. Une première proposition simple est de considérer une loi des mélanges entre deux comportements caractéristiques de l'évolution thermo-dépendante.

Pour ce faire nous considérons les comportements à 0°C et 80°C et une évolution linéaire en température entre ces deux extrêmes (equation 5.3) du paramètre α . Même si une évolution globale linéaire n'implique pas une évolution linéaire de chaque paramètre matériau, il est clair que ce type d'évolution conduira à une évolution des paramètres différente de celle constatée dans le tableau 5.3. Néanmoins, l'objectif ici, est tout-d'abord d'étudier la pertinence d'une telle approche (évolution multiplicative thermo-dépendante). Par la suite, il sera possible d'adopter une loi d'évolution $\alpha(T)$ plus complexe et optimisée sur l'ensemble de la plage de température considérée.

$$\sigma_{hyst}(T) = \alpha\sigma_{hyst0} + (1 - \alpha)\sigma_{hyst80} \quad (5.3)$$

Lorsque le paramètre α est nul, alors on se trouve avec une contrainte hystérétique pour 80°C et lorsque $\alpha = 1$, alors on a la contribution hystérétique à 0°C .

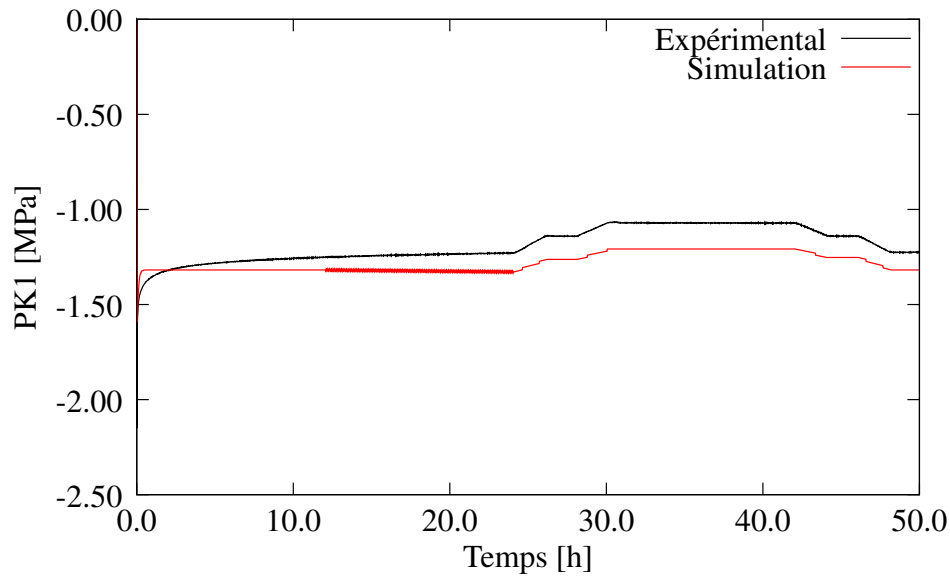


FIG. 5.25 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation pour l'essai de relaxation en compression, en contrainte-temps pour le cycle de température allant jusqu'à 0°C avec la nouvelle méthode.

Les résultats obtenus avec la nouvelle méthode (figure 5.25) nous permettent de reproduire relativement correctement l'essai expérimental. Nous constatons que la diminution de la contrainte est du même ordre de grandeur pour la courbe expérimentale et numérique avec la diminution de la température. De plus, nous pouvons remarquer que nous n'avons pas de perte de contrainte après le cycle de température comme ce qui a pu être constaté sur la courbe expérimentale.

Lorsque nous traçons l'évolution des contributions du modèle HVH, nous pouvons constater que la contribution hystérétique intervient bien lors de la simulation. Lors de l'étude de l'évolution de la contribution hystérétique en fonction de la température, nous avons constaté qu'elle augmentait avec la diminution de la température. Nous reproduisons ce phénomène lors de la simulation de l'essai de relaxation subissant un cycle de température.

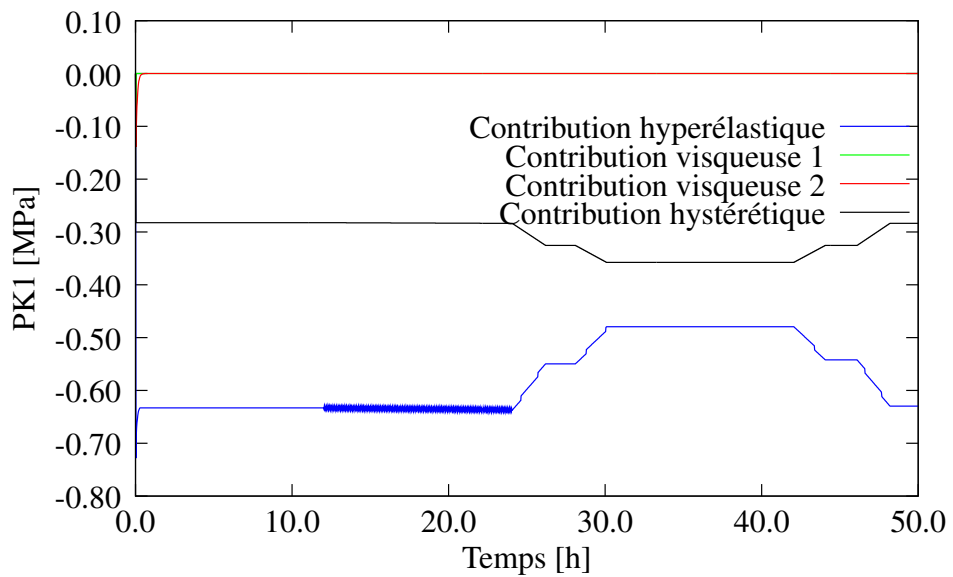


FIG. 5.26 – Evolution des différentes contributions du modèle durant le cycle de température imposé au cours de l'essai de relaxation en compression avec la nouvelle méthode.

Simulation de l'essai de relaxation pour un cycle de température allant de 23°C à 50°C

Nous avons réalisé une simulation de l'essai de relaxation en compression subissant un second cycle de température. Le cycle de température considéré va de 23°C à 50°C. Pour cet essai, nous avons toujours une relaxation à température ambiante pendant 26h. Ensuite, nous montons en température par palier. Nous atteignons dans un premier temps 40°C. Nous maintenons cette température pendant 2h pour finalement atteindre la température finale de 50°C avec un maintien de 12h. Les conditions limites et de chargements restent inchangées par rapport à la première simulation. Nous imposons une loi des mélanges pour la contribution hystérétique, en conservant les mêmes températures que pour le cycle de température précédent.

$$\sigma_{hyst}(T) = \alpha\sigma_{hyst0} + (1 - \alpha)\sigma_{hyst80} \quad (5.4)$$

Les températures considérées pour ce cycle de température sont maintenant de 23°C et 100°C, puisque nous n'avons pas réalisé d'identification à 50°C. Les tableaux 5.10 et 5.11 récapitulent les valeurs des paramètres matériau utilisées pour cette simulation.

Température [°C]	Compression				
	C_1 (MPa)	C_3	n_p	μ_h (MPa)	Q_0 (MPa)
23	0.248	0.09	0.49	0.697	0.999
100	0.449	0.1	0.015	0.899	0.7

TAB. 5.10 – Evolution des paramètres matériau de la contribution hyperélastique et hystérétique en compression pour 23°C et 100°C.

Température [°C]	Compression			
	1 ^{ère} branche de Maxwell		2 nd branche de Maxwell	
	E_1 (MPa)	η_1 (MPa.s ⁻¹)	E_2 (MPa)	η_2 (MPa.s ⁻¹)
23	1.09	15.25	0.749	135.97
100	0.99	2.874	0.167	24.905

TAB. 5.11 – Evolution des paramètres matériau de la contribution visqueuse en compression pour 23°C et 100°C.

Sur la figure 5.27, nous présentons la comparaison entre l'évolution de la courbe expérimentale et la réponse numérique de l'essai de relaxation. La figure 5.28 fait un zoom sur l'évolution de la contrainte au cours du cycle de température imposé. Nous pouvons constater, sur la figure 5.27, que nous n'observons aucune évolution de la réponse numérique au moment du cycle de température.

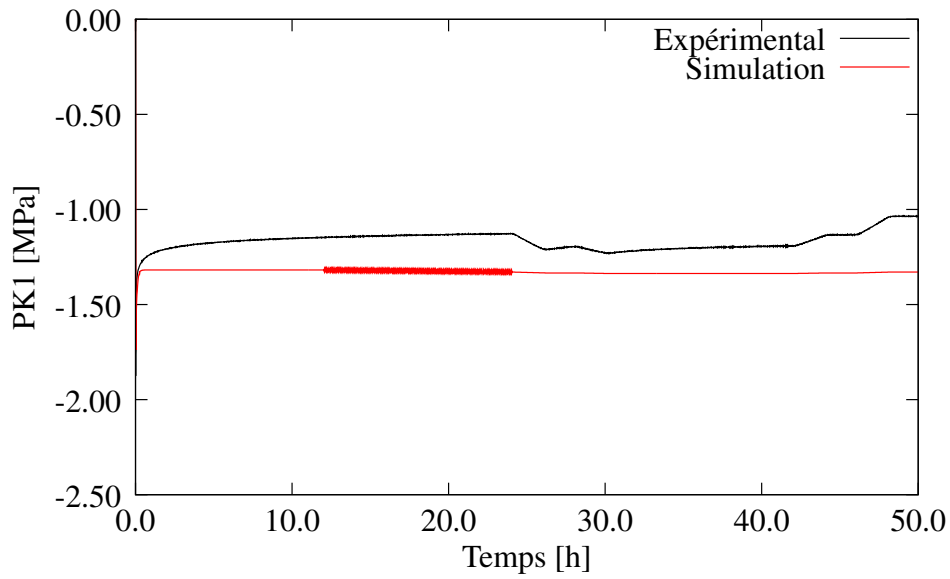


FIG. 5.27 – Comparaison entre la courbe expérimentale et la simulation pour l’essai de relaxation en compression, en contrainte-temps pour le cycle de température allant jusqu’à 50°C.

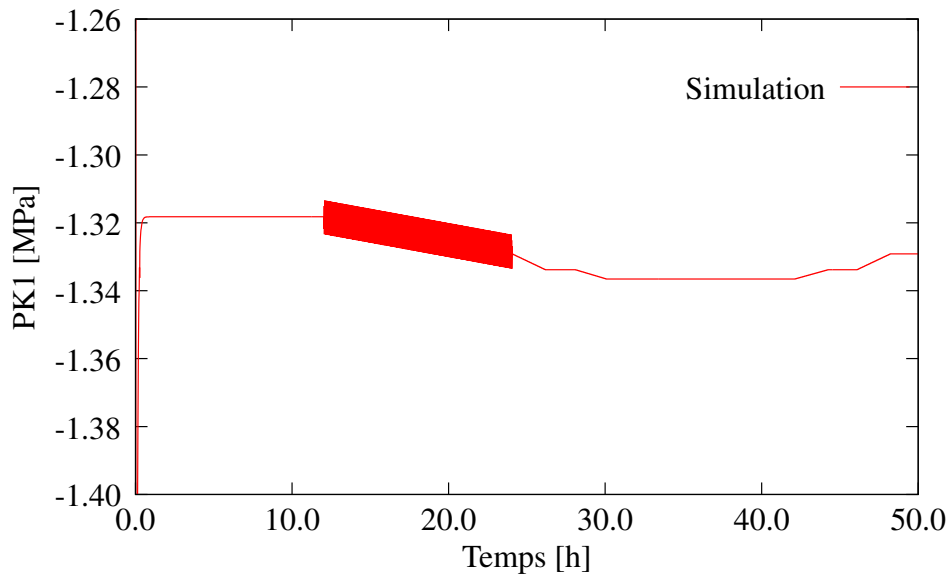


FIG. 5.28 – Zoom sur l’évolution de la réponse numérique de l’essai de relaxation en compression, en contrainte-temps pour le cycle de température allant jusqu’à 50°C.

Par contre, la figure 5.28 révèle que nous avons bien une augmentation de la contrainte avec l'augmentation de la température. Seulement l'évolution de la contrainte reste très faible ($0.02MPa$) par rapport à la courbe expérimentale. Toutefois, nous constatons qu'à la fin du cycle de température nous avons une perte de contrainte de l'ordre de $0.01MPa$, soit la moitié de l'augmentation de la contrainte au cours du cycle de température.

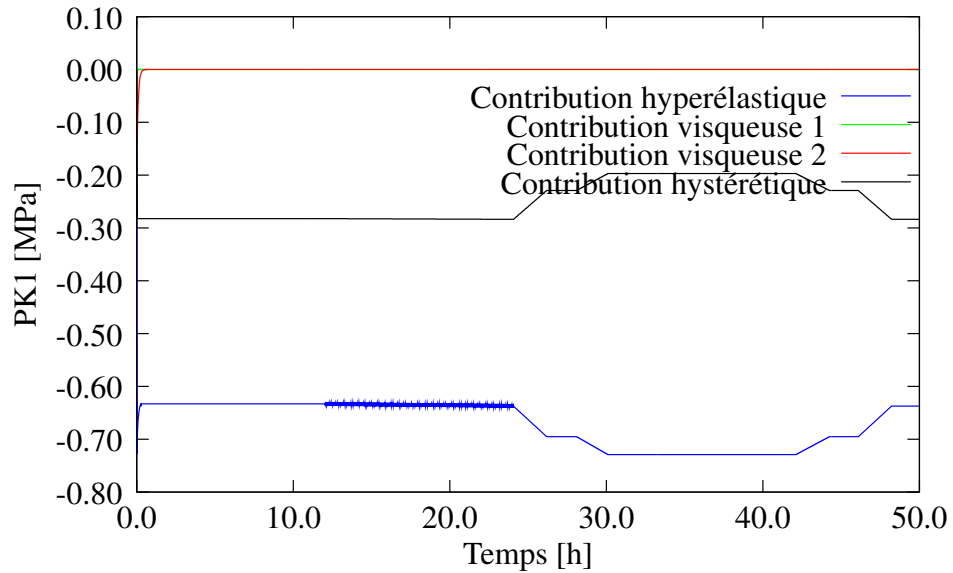


FIG. 5.29 – Evolution des différentes contributions du modèle durant l'essai de relaxation pour le cycle de température à $50^{\circ}C$.

La figure 5.29 montre une augmentation de la contribution hyperélastique avec l'augmentation de la température alors que la contribution hystérétique diminue.

5.3 Conclusion

Nous avons réalisé une identification inverse pour les essais en température avec la loi de comportement HVH. L'identification des paramètres a été réalisée à l'aide des essais de chargement interrompu par des relaxations pour déterminer les contributions hyperélastique et hystérétique (l'état d'équilibre). De plus, les essais de relaxation pour 10% de déformation nous permettent d'obtenir les paramètres visqueux. Lors de l'identification, nous avons pu constater que les différences entre les essais de traction et compression s'accroissent avec la température. De ce fait, les identifications ont été réalisées séparément pour les essais de traction et compression en prévision d'un modèle plus complet intégrant la dépendance à la pression p .

Le modèle envisagé traduit une évolution multiplicative sous forme d'une loi des mélanges de type :

$$\sigma = g(p) \sigma_{p<0} + (1 - g(p)) \sigma_{p>0} \quad (5.5)$$

dans lequel, $g(p)$ est une fonction qui dépend ici de la pression p .

Ce modèle permet ainsi d'utiliser directement les identifications effectuées en traction et en compression. Le modèle est actuellement implanté, il demande à être validé. Le travail entrepris est donc à poursuivre.

Nous avons mis en évidence l'évolution des contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température. La contribution hyperélastique augmente avec l'augmentation de la température alors que la contribution hystérétique a une évolution opposée ce qui est cohérent. Cependant, un changement d'évolution des paramètres est visible pour les températures très proches de la température de transition vitreuse. L'évolution en température de la contribution visqueuse, quant à elle, semble pouvoir être bien représentée sous forme analytique. Les paramètres matériau obtenus montrent une évolution sous forme exponentielle avec la diminution de la température qui se représente correctement sous forme d'une loi d'évolution de type Arrhenius.

Nous avons pu constater à travers les différentes courbes de chargement interrompu par des relaxations à 80°C , 0°C et -8°C que nous reproduisons correctement le comportement du matériau pour les températures au dessus de -8°C . A l'aide des paramètres matériau obtenus lors de l'identification, nous avons validé nos résultats sur des essais homogènes de traction et compression cycliques en isotherme. Le modèle de comportement nous permet de représenter correctement le comportement du matériau pour des températures situées bien au dessus de la température de transition vitreuse.

De plus, nous avons validé une proposition de dépendance globale à la température de notre loi de comportement HVH à l'aide de la simulation d'un essai de relaxation en compression au cours duquel un cycle thermique est imposé, pour une température relativement basse. Nous avons obtenu un résultat tout à fait satisfaisant en reproduisant l'évolution du matériau ainsi que l'absence de perte de contrainte après le cycle de température imposé. Toutefois, pour améliorer le résultat de la simulation il faudrait sans doute augmenter le nombre de branche visqueuse à trois afin d'éviter la saturation rapide de la courbe de relaxation pour des temps très longs. La simulation de l'essai de relaxation pour un cycle de température allant jusqu'à 50°C sous-estime l'augmentation de contrainte. De plus, nous avons constaté une perte de contrainte à l'image de la courbe expérimentale. Cette essai montre que la proposition de thermo-dépendance globale sous forme d'une évolution simple linéaire de loi des mélanges reste à améliorer pour les hautes températures. Il se

peut que, pour les hautes températures, d'autres phénomènes ne soient pas pris en compte avec notre modèle phénoménologique.

En résumé, nous disposons maintenant d'une base d'essais à même de guider et valider une modélisation pertinente. Les propositions de modèle présentées semblent une réponse intéressante à la problématique.

Conclusion générale

Ce travail est consacré à l'étude et à la caractérisation du comportement mécanique d'un élastomère fluoré en fonction de la température. L'objectif était de définir, d'identifier et de valider un modèle de comportement phénoménologique, de type Hyperélasto-Visco-Hystérétique capable de reproduire le comportement mécanique de cet élastomère en fonction de la température.

A l'aide de la caractérisation physico-chimique, nous avons pu déterminer sa composition et plusieurs propriétés caractéristiques de ce matériau. Il présente ainsi une température de transition vitreuse T_g comprise entre -13°C et -19°C . Les essais mécaniques ont permis de mettre en évidence différents comportements. A travers les essais de chargement cycliques en traction et en compression, nous avons montré la prépondérance de l'hyperélasticité. La viscosité a été mise en évidence par les essais de relaxation. Grâce aux essais de chargement interrompu par des relaxations, nous avons fait apparaître un état d'équilibre après chaque relaxation, appelé équilibre hystérétique, démontrant la présence de l'hystérésis pour notre matériau.

Expérimentalement, l'influence de la température a été étudiée sur les mêmes essais qu'à température ambiante, mais dans une gamme de température allant de -35 à 100°C . Comme observé classiquement dans la littérature, un changement radical de comportement apparaît à des températures proches de la T_g , caractérisé par une modification conséquente des propriétés mécaniques du matériau. A haute température et à température ambiante, l'élastomère étudié a un comportement viscoélastique caractéristique de l'état caoutchoutique. En dessous de la T_g , le matériau devient dur et ductile, proche d'un comportement plutôt de type élasto-viscoplastique.

A l'aide des différents comportements mis en évidence par les essais expérimentaux, nous avons développé un modèle de comportement phénoménologique capable de reproduire des comportements mécaniques 3D et prenant en compte la température. Ce modèle est implanté dans un code de calcul de laboratoire HERZH++. Il est fondé sur l'additivité des puissances associées aux phénomènes observés : une réversibilité instantanée au travers d'une contribution hyperélastique, une irréversibilité non visqueuse à l'aide d'un modèle particulier d'hystérésis et une irréversibilité visqueuse caractérisant la viscosité du matériau.

Afin de modéliser l'hyperélasticité du matériau et après avoir testé quelques potentiels hyperélastiques classiques, nous avons retenu le potentiel de Hart-Smith. Il nous permet de représenter correctement le comportement en traction et en compression. La prise en compte de la viscosité se fait à l'aide du modèle Maxwell généralisé. Deux branches s'avèrent nécessaires pour reproduire les essais de relaxation. Un modèle original a été utilisé pour reproduire le comportement hystérétique du matériau. Ce modèle est constitué de deux parties : une partie incrémentale et un algorithme de gestion des instants particuliers (moments d'inversions et de coïncidences). Les différentes contributions peuvent dépendre de la température, mais pour le déterminer il nous a fallu au préalable identifier les paramètres matériau de notre modèle pour des isothermes.

Le modèle global apparaît complexe et comporte un grand nombre de paramètres à identifier. Nous avons proposé une méthodologie d'identification qui s'appuie sur l'utilisation des essais isothermes de chargement interrompu par des relaxations en traction et en compression. Elle conduit à une technique robuste et systématique d'identification, permettant la distinction des comportements présents pour l'élastomère fluoré. La validation des paramètres a été effectuée pour un joint en relaxation dans une gorge à température ambiante.

A partir des résultats de l'identification, nous avons observé l'évolution de chacune des contributions en fonction de la température. Nous retrouvons un comportement élastique entropique pour les températures supérieures à la T_g qui peut être approximé par une évolution linéaire de la partie hyperélastique en fonction de la température. Nous montrons que la viscosité se révèle fortement dépendante de la température. Les paramètres visqueux associés peuvent être correctement représentés par une loi de type Arrhenius. Enfin, le comportement hystérétique semble plus important à l'approche de la température de transition vitreuse, tout en restant relativement faible face au comportement visqueux. Un premier modèle d'évolution linéaire en température a été proposé sous forme d'une loi des mélanges.

Il faut noter que les essais expérimentaux ont montré des différences non négligeables entre les essais en traction et en compression. Cela nous a poussé à identifier séparément les paramètres matériau, plus particulièrement pour les essais à basse température. Pour améliorer le modèle, nous proposons un comportement global piloté par la pression sous forme de loi des mélanges entre les comportements en traction et en compression.

Des essais de relaxation subissant des cycles de températures ont été réalisés expérimentalement et numériquement. Le modèle numérique permet de reproduire correctement les tendances pour un cycle de température allant de 23°C à 0°C . Il reste à augmenter le nombre de branche de Maxwell afin de représenter la viscosité pour des temps longs. De plus, le modèle est à améliorer pour les hautes températures et plus largement pour des cycles en température complexes.

Expérimentalement, une étude plus poussée sera réalisée sur les essais de chargement interrompu en traction par des relaxations pour comprendre la différence de comportement observé à -8°C avec l'essai de traction cyclique. Pour ce faire de nouveaux essais seront effectués ainsi qu'une étude physico-chimique afin de tenter d'expliquer ce comportement.

Nous avons pu constater que la contribution hyperélastique pour les essais de traction ne suit pas une évolution proportionnelle à la température. Cela peut être due à la présence d'une variation de volume positive qui n'est pas traitée dans ce cas. Des investigations supplémentaires seront réalisées pour améliorer l'évolution de la contribution hyperélastique en fonction de la température.

A travers les essais en température nous avons pu observer que le matériau pouvait se rompre aux très basses températures, -30°C et -35°C . Il serait intéressant d'étudier l'endommagement et la rupture du matériau en y incluant l'influence de la température d'un point de vue expérimentale et numérique.

Annexe A

Comparaison entre les essais de chargement interrompu par des relaxations et les essais cycliques

La méthode d'identification des paramètres hyperélastique et hystérétique est fondée sur le principe que les essais de chargement interrompu par des relaxations ont une évolution très proche des essais de chargement cyclique de traction et compression. De ce fait, nous avons représenté les essais de chargement en traction et compression ainsi que les essais de chargement interrompu par des relaxations en terme de contrainte de PK1 en fonction de l'élongation, sur les figures de A.1 à A.3, pour les températures allant de -8°C à 100°C .

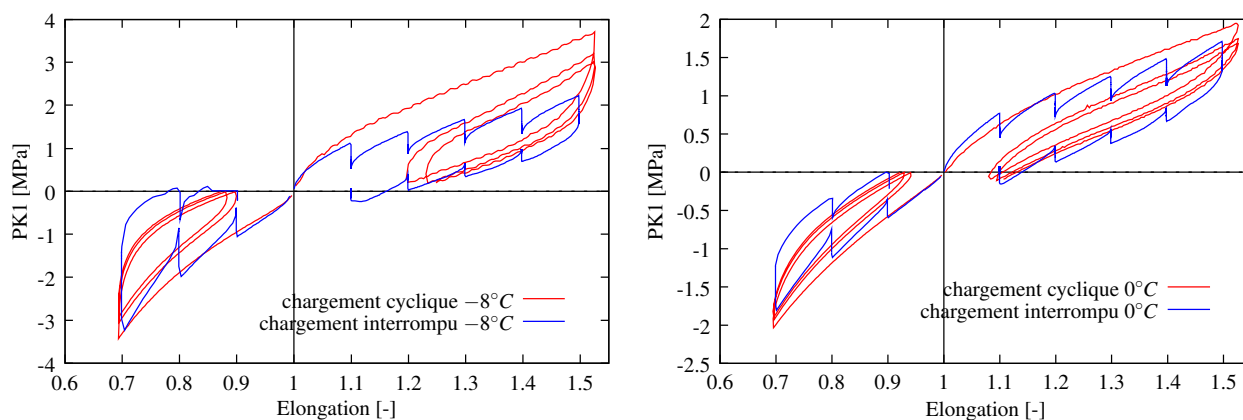


FIG. A.1 – Comparaison entre les essais cycliques et les essais de chargement interrompu par des relaxation pour -8°C et 0°C .

A travers les différentes courbes, pour les températures allant de -8°C à 40°C , nous pouvons constater que globalement quelque soit l'essai le comportement du matériau évolue de manière sensiblement identique, à part pour les essais de traction à -8°C . Ce dernier cas peut entraîner par la suite des difficultés pour reproduire le comportement des essais cycliques en traction à cette température. De nouveaux essais devront être menés pour tenter d'expliquer le comportement observé pour les essais en traction. Une étude physico-chimique serait peut être nécessaire pour apporter plus de réponse.

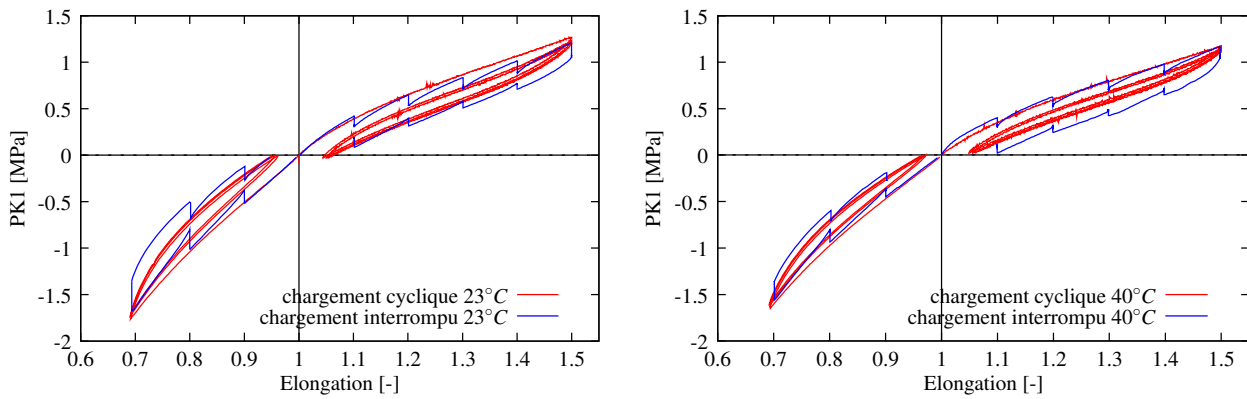


FIG. A.2 – Comparaison entre les essais cycliques et les essais de chargement interrompu par des relaxations pour 23°C et 40°C.

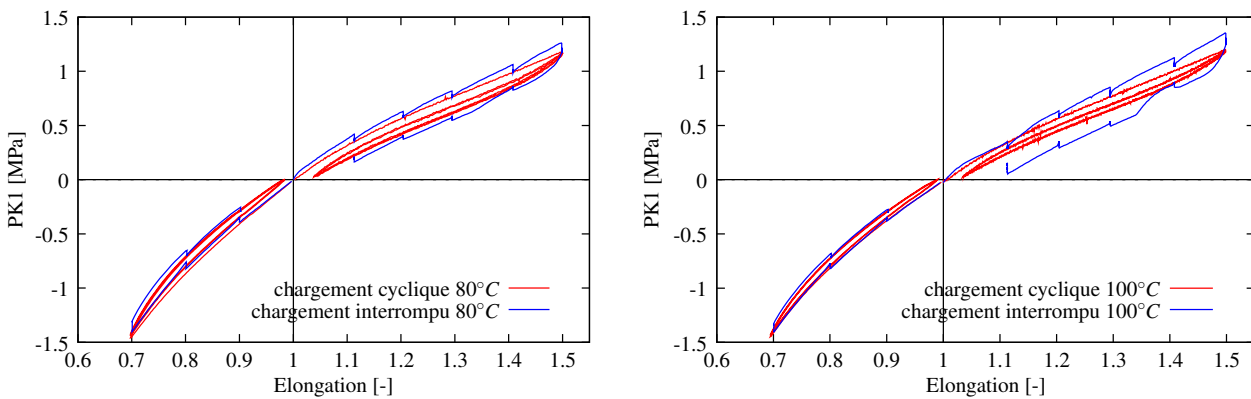


FIG. A.3 – Comparaison entre les essais cycliques et les essais de chargement interrompu par des relaxations pour 80°C et 100°C.

Pour les essais à 80°C et 100°C, nous observons plus difficilement le comportement dû à la diminution de la part hystérétique. Toutefois, en compression, les essais de chargement interrompu par des relaxations suivent la même évolution que les essais cycliques. En traction, nous observons que les essais de chargement cyclique correspondent à l'équilibre hystérétique des essais de chargement interrompu par des relaxations. Ce phénomène peut entraîner une surestimation du comportement du matériau par notre modèle à ces températures, lors de la validation sur les essais cycliques. La partie visqueuse viendra s'ajouter au comportement non visqueux du matériau lors de la validation.

Annexe B

Evolution des contributions hyperélastique et hystérétique et des paramètres matériau en fonction de la température pour les essais en traction

Nous souhaitons représenter l'évolution des différentes contributions hyperélastique et hystérétique en fonction de la température pour une meilleure compréhension de l'influence de la température sur les différentes contributions du modèle de comportement HVH.

Nous ne présenterons ici que les courbes pour les essais de chargement en traction interrompu par des relaxations en ne considérant que les points à la fin de chaque relaxation. Les figures B.1 et B.2 représentent respectivement les contributions hyperélastique et hystérétique en terme de contrainte en fonction de l'élongation. De plus, sur la figure B.3 nous avons représenté les courbes de l'identification correspondant à la somme des contributions hyperélastique et hystérétique.

L'évolution de la contrainte maximale atteinte pour la contribution hyperélastique est en forme de "V". La valeur la plus faible est obtenue à 23°C. La diminution de l'ouverture des boucles pour les courbes hyperélastiques en traction n'est pas aussi visible que pour les essais en compression.

La contribution hystérétique est relativement faible pour les essais de traction, avec une évolution similaire pour les températures allant de 40°C à 100°C. Pour les autres températures, on constate une augmentation de la contrainte maximale atteinte avec la diminution de la température.

L'évolution de la somme des deux contributions, hyperélastique et hystérétique, est semblable à l'évolution de la contribution hyperélastique.

Contrairement au cas de la compression, l'évolution de la contribution hyperélastique observée pour la traction n'est pas régulière et proportionnelle à la température. Nous supposons que c'est dû à la présence d'une variation de volume positive qui n'est pas traitée ici et demanderait des investigations supplémentaires.

L'évolution des paramètres matériau hyperélastique et hystérétique obtenus en traction, en fonction de la température, est récapitulée sur les figures B.4 et B.5.

Pour les paramètres hyperélastiques, nous pouvons constater que le paramètre C_1 a tendance à diminuer avec l'abaissement de la température jusqu'à 0°C pour ensuite tendre vers une asymptote horizontale. Le paramètre C_3 va, lui, diminuer avec l'abaissement de la température jusqu'à la

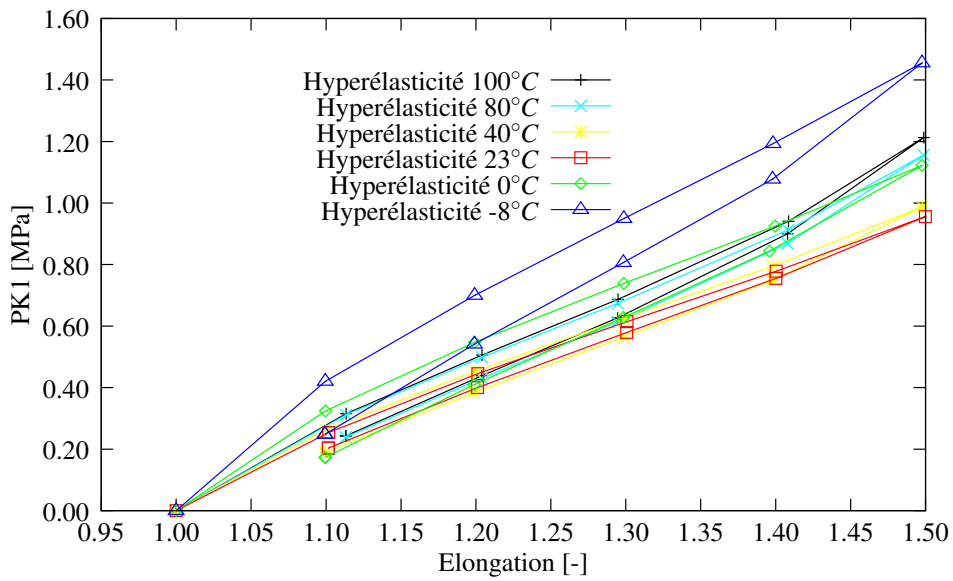


FIG. B.1 – Evolution de la contribution hyperélastique pour les essais de chargement en traction interrompu par des relaxations en fonction de la température.

température ambiante pour ensuite augmenter rapidement pour les hautes températures.

Les paramètres hystérétiques ont une autre évolution que ceux de la contribution hyperélastique. Le paramètre n_p représente une forme de "U" avec la diminution de la température jusqu'à 40°C, ensuite le paramètre est stable. Alors que le paramètre μ_h pour les basses températures a une évolution assez instable. Pour les hautes températures, par contre, nous avons une évolution en constante diminution.

Globalement nous pouvons constater que pour les températures très proches de la température de transition vitreuse, nous avons une augmentation importante des valeurs des paramètres. Ce phénomène peut être dû au changement de comportement du matériau se manifestant par l'augmentation des propriétés mécaniques avec la diminution de la température.

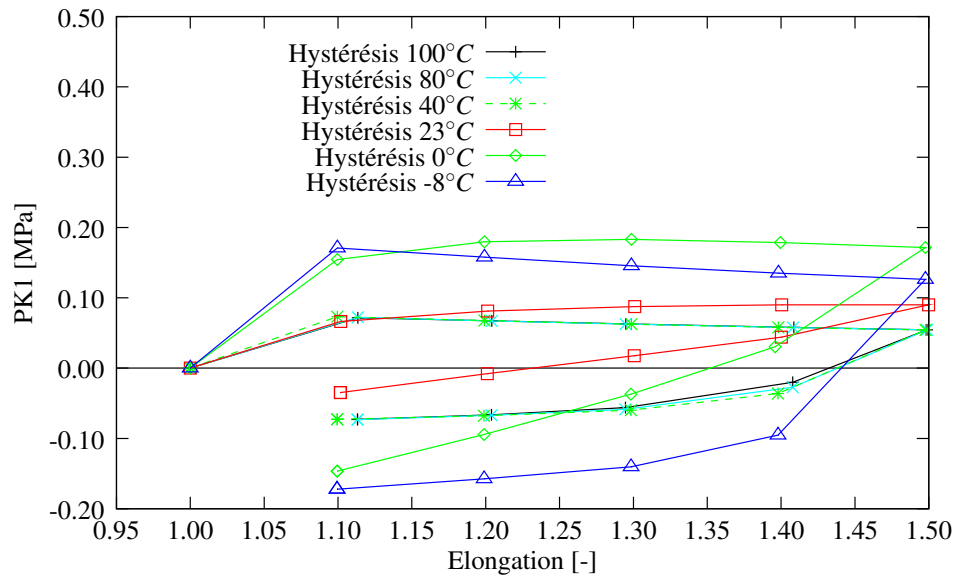


FIG. B.2 – Evolution de la contribution hystérique pour les essais de chargement en traction interrompu par des relaxations en fonction de la température.

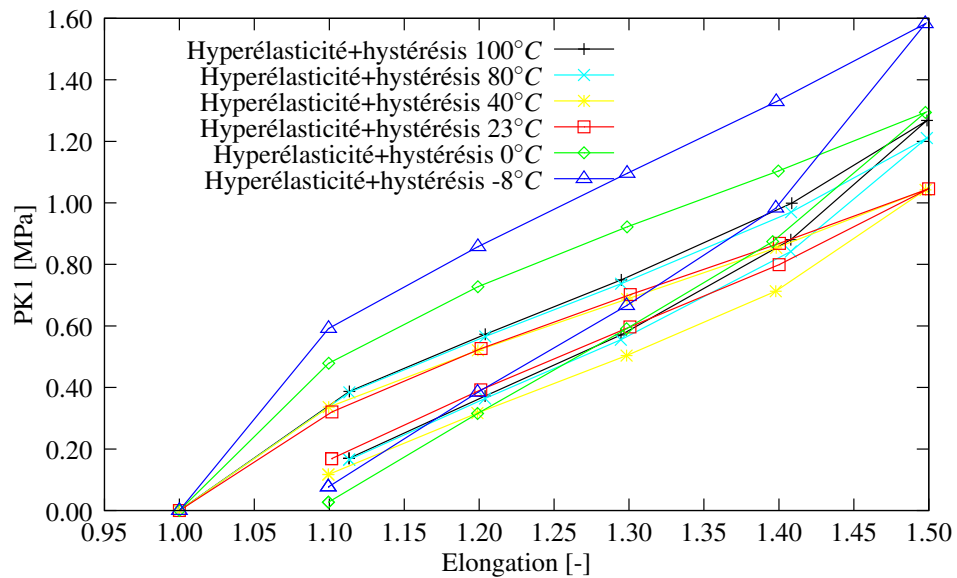


FIG. B.3 – Evolution globale de l'identification pour les essais de chargement en traction interrompu par des relaxations en fonction de la température.

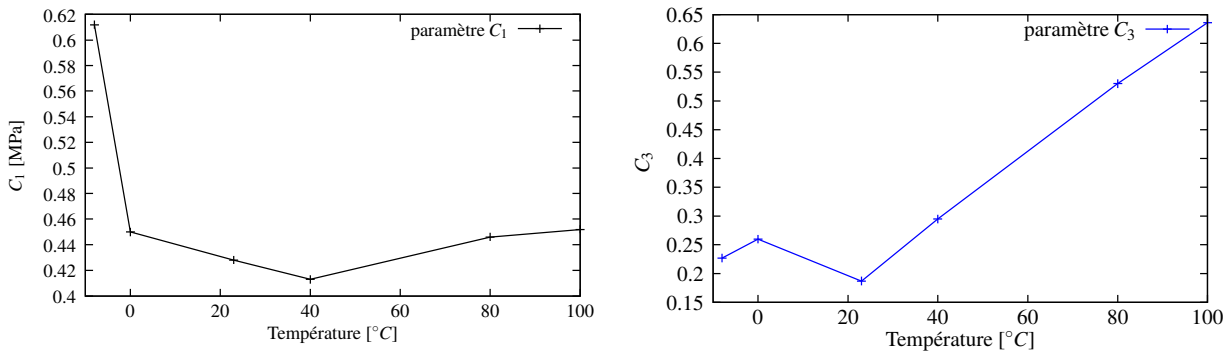


FIG. B.4 – Evolution des paramètres hyperélastiques en traction : C_1 et C_3 en fonction de la température.

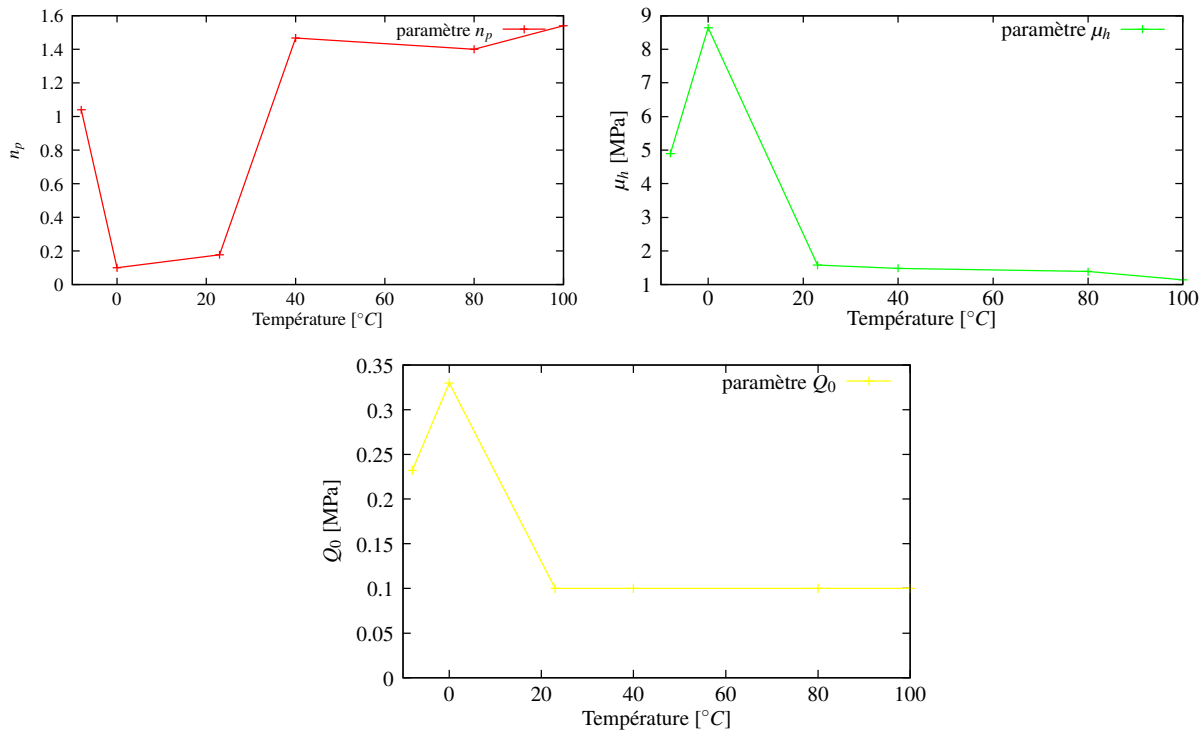


FIG. B.5 – Evolution des paramètres hystériques en traction : n_p et μ_h en fonction de la température.

Bibliographie

- [Abaqus, 2007] Abaqus (2007). *Abaqus theory manual*, chapter Mechanical constitutive theory. Simulia.
- [Akiba and Hashim, 1997] Akiba, M. and Hashim, A. (1997). Vulcanization and crosslinking elastomers. *Progress in Polymer Science*, 22 :475–521.
- [Ameduri et al., 2001] Ameduri, B., Boutevin, B., and Kostov, G. (2001). Fluoroelastomers : synthesis, properties and applications. *Progress in Polymer Science*, 26 :105–187.
- [Amin et al., 2002] Amin, A., Alam, M., and Okui, Y. (2002). An improved hyperelasticity relation in modeling viscoelasticity response of natural and high damping rubbers in compression : experiments, parameters identification and numerical verification. *Mechanics of Materials*, 34 :75–95.
- [Amin et al., 2006] Amin, A., Lion, A., Sekita, S., and Okui, Y. (2006). Nonlinear dependence of viscosity in modeling the rate-dependent response of natural and high damping rubbers in compression and shear : Experimental identification and numerical verification. *International Journal of Plasticity*, 22 :1610–1657.
- [Anand, 1996] Anand, L. (1996). A constitutive model for compressible elastomeric solids. *Computational Mechanics*, 18 :339–355.
- [Andrade-Campos et al., 2007] Andrade-Campos, A., Thuillier, S., Pilvin, P., and Teixeira-Dias, F. (2007). On the determination of material parameters for internal variable thermoelastic-viscoplastic constitutive models. *International Journal of Plasticity*, 23(8) :1349–1379.
- [Arrhenius, 1889] Arrhenius, Z. (1889). *J. Phys. Chem*, 4 :226.
- [Arruda and Boyce, 1993] Arruda, E. and Boyce, M. (1993). A three-dimensional constitutive model for the large stretch behavior of rubber elastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41 :389–412.
- [Arruda et al., 1995] Arruda, E., Boyce, M., and Jayachandran, R. (1995). Effect of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite deformation of glassy polymers. *Mechanics of Materials*, 19 :193–212.
- [Attard, 2003] Attard, M. (2003). Finite strain isotropic hyperelasticity. *International Journal of Solids and Structures*, 40(17) :4353–4378.
- [Attard and hunt, 2004] Attard, M. and hunt, G. (2004). Hyperelastic constitutive modeling under finite strain. *International Journal of Solids and Structures*, 41 :5327–5350.
- [Beatty and Davies, 1950] Beatty, J. and Davies, J. (1950). Time and stress effects in the behavior of rubber at low temperature. *Rubber of Chemistry and Technology*, 23 :54–66.
- [Berardi et al., 1996] Berardi, G., Jaeger, M., Martin, R., and Carpentier, C. (1996). Modelling of a thermo-viscoelastic coupling for large deformations through finite element analysis. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 39 :3911–3924.

- [Bergström and Boyce, 1998] Bergström, J. and Boyce, M. (1998). Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *Journal of the Mechanical and Physics of Solids*, 46 :931–954.
- [Besdo and Ihlemann, 2003] Besdo, D. and Ihlemann, J. (2003). A phenomenological constitutive model fo rubberlike materials and its numerical applications. *International Journal of Plasticity*, 19 :1019–1036.
- [Bhuiyan et al., 2009] Bhuiyan, A., Okui, Y., Mitamura, H., and Imai, T. (2009). A rheology model of high damping rubber bearings for seismic analysis : Identification of non linear viscosity. *Internaltional Journal of Solids and Structures*, 46 :1778–1792.
- [Biron, 2008] Biron, M. (2008). Elastomères fluorocarbones. *Techniques de l'ingénieur*, N2820 :1–17.
- [Blès, 2002] Blès, G. (2002). *Base thermomécanique de la modélisation du comportement des matériaux tissés et des polymères solides*. PhD thesis, UBS.
- [Blès et al., 2009] Blès, G., Nowacki, W. K., and Tourabi, A. (2009). Experimental study of the cyclic visco-elasto-plastic behaviour of a polyamide fibre strap. *International Journal of Solids and Structures*, 46(13) :2693–2705.
- [Bonnet, 2004] Bonnet, J. (2004). Polymères fluorés. *Techniques de l'ingénieur*, AM3390 :1–16.
- [Bouchereau, 1997] Bouchereau, M. (1997). Formulation des élastomères. In *Genie mécanique des caoutchoucs*. APOLLOR.
- [Boyce and Arruda, 2000] Boyce, M. and Arruda, E. (2000). Constitutive models of rubber elasticity. *Rubber of Chemistry and Technology*, 73 :504–523.
- [Brazier and Nickel, 1979] Brazier, D. and Nickel, G. (1979). Application of TMA for rapid evaluation of low temperature properties of elastomer vulcanizates. *Rubber of Chemistry and Technology*, 52 :735–747.
- [Bueche, 1961] Bueche, F. (1961). Mullins effect and rubber-filler inetraction. *Journal Applied Polymer and Science*, 5 :271–281.
- [Cantournet et al., 2009] Cantournet, S., Desmorat, R., and Besson, J. (2009). Mullins effect and cyclic stress softening of filled elastomers by internal sliding and friction thermodynamics model. *International Journal of Solids and Structures*, 46(11-12) :2255–2264.
- [Chadwick, 1974] Chadwick, P. (1974). Thermo-mechanics of rubberlike materials. *Phil. Trans. Royal Soc. Lond.*, 276 :371–403.
- [Chagnon, 2003] Chagnon, G. (2003). *Modélisation de l'effet Mullins dans les élastomères*. PhD thesis, Ecole centrale de Nantes.
- [Chagnon et al., 2004] Chagnon, G., Verron, E., Gornet, L., Marckmann, G., and Charrier, P. (2004). on the relevance of continuum damage mechanics as applied to the mullins effet in elastomers. *Journal of the Mechanics and Physics of solids*, 52 :1627 – 1650.
- [Chaparro et al., 2008] Chaparro, B. M., Thuillier, S., Menezes, L. F., Manach, P. Y., and Fernandes, J. V. (2008). Material parameters identification : Gradient-based, genetic and hybrid optimization algorithms. *Computational Materials Science*, 44(2) :339–346.
- [Colak, 2005] Colak, O. (2005). Modeling deformation behavior of polymers with viscoplasticity theory based on overstress. *International Journal of Plasticity*, 21 :145–160.
- [Combette and Ernout, 2005] Combette, P. and Ernout, I. (2005). *Physique des polymères : Tome I Structure, fabrication, emploi*. Collection enseignement des sciences.

- [Combette and Ernoult, 2006] Combette, P. and Ernoult, I. (2006). *Physique des polymères :tome II Propriétés*. Collection enseignement des sciences.
- [Couty, 1999] Couty (1999). *Etude expérimentale de phénomène de choc : modélisation en dynamique incluant un comportement d'élasto-visco-hystérésis volumique et coque*. Application à l'impact de plaques. PhD thesis, Université de Bretagne Sud.
- [Diani et al., 2006a] Diani, J., Brieu, M., and Gilormini, P. (2006a). Observation and modeling of the anisotropic visco-hyperelastic behavior of a rubberlike material. *International Journal of Solids and Structures*, 43 :3044–3056.
- [Diani et al., 2006b] Diani, J., Brieu, M., and Vacherand, J. (2006b). A damage directional constitutive model for mullins effect with permanent set and induced anisotropy. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 25(3) :483–496.
- [Dorfmann and Ogden, 2004] Dorfmann, A. and Ogden, R. (2004). A constitutive model for the mullins effect with permanent set in particle-reinforced rubber. *International Journal of Solids and Structures*, 41 :1855–1878.
- [Favier, 1988] Favier, D. (1988). *Contribution a l'étude theorique de l'elastohysteresis a temperature variable*. PhD thesis, Universite Joseph Fourier & Intitut National Polytechnique de Grenoble.
- [Fayolle and Verdu, 2005] Fayolle, B. and Verdu, J. (2005). Vieillessement physique des matériaux polymères. *Techniques de l'ingénieur*, COR108 :1–19.
- [Fond, 2001] Fond, C. (2001). Cavitation criterion for rubber materials : A review of void-growth models. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 39 :2081–2096.
- [Fröhlich et al., 2005] Fröhlich, J., Niedermeier, W., and Luginsland, H. (2005). The effect of filler-filler and filler-elastomer interaction on rubber reinforcement. *Composite, part A*, 36 :449–460.
- [Gehman et al., 1950] Gehman, S., Jones, P., C.S. Wilkinson, J., and Woodford, D. (1950). Low temperature stiffening of elastomers. *Rubber of Chemistry and Technology*, 23 :770–785.
- [Ghaemi et al., 2006] Ghaemi, H., Behdinan, K., and Spence, A. (2006). On the development of compressible pseudo-strain energy function for elastomers part I theory and experiment. *Journal of Materials Processing Technology*, 178 :307–316.
- [Gorce et al., 1993] Gorce, J., Hellgeth, J., and Ward, T. (1993). Mechanical hysteresis of a polyether polyurethane thermoplastic elastomer. *Polymer Engineering and Science*, 33 :1170–1176.
- [Gracia et al., 2010] Gracia, L. A., Liarte, E., Pelegay, J. L., and Calvo, B. (2010). Finite element simulation of the hysteretic behaviour of an industrial rubber. Application to design of rubber components. *Finite Elements in Analysis and Design*, 46 :357–368.
- [Green and Tobolsky, 1946] Green, M. and Tobolsky, A. (1946). A new approach to the theory of relaxing polymeric media. *Journal of Chemical Physics*, 14 :80–92.
- [Guelin, 1980] Guelin, P. (1980). Remarque sur l'hystérésis mécanique : base d'un schéma thermomécanique à structure héréditaire. *Journal de la Mécanique*, 19 :217–247.
- [Halary et al., 2008] Halary, J., Lauprêtre, F., and Monnerie, L. (2008). *Mécanique des matériaux polymères*. Collection Echelles.
- [Hamdi, 2006] Hamdi, A. (2006). *Critère de rupture généralisé pour les élastomères vulcanisables et thermoplastiques*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille.

- [Hart-Smith, 1966] Hart-Smith, L. (1966). Elasticity parameters for finite deformations of rubber-like materials. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Physik*, 17 :608–626.
- [Harwood et al., 1967] Harwood, J., Mullins, L., and Payne, A. (1967). Stress softening in rubbers : a review. *Journal of the IRI*, pages 17–27.
- [Harwood et al., 1965] Harwood, J. A. C., Mullins, L., and Payne, A. (1965). Stress softening in natural rubber vulcanizates. part 2. stress softening effects in pure gum and filler loaded rubbers. *Journal of Applied Polymer and Science*, 9 :3011–3021.
- [Hasanpour and Ziaei-Rad, 2008] Hasanpour, K. and Ziaei-Rad, S. (2008). Finite element simulation of polymer behaviour using a three-dimensional, finite deformation constitutive model. *Computers & Structures*, 86(15-16) :1643–1655.
- [Hasanpour et al., 2009] Hasanpour, K., Ziaei-Rad, S., and Mahzoon, M. (2009). A large deformation framework for compressible viscoelastic materials : Constitutive equations and finite element implementation. *International Journal of Plasticity*, 25 :1154–1176.
- [Haupt and Sedlan, 2001] Haupt, P. and Sedlan, K. (2001). Viscoplasticity of elastomeric materials : experimental facts and constitutive modelling. *Archive of Applied Mechanics*, 71 :89–109.
- [Heuillet and Dugautier, 1997] Heuillet, P. and Dugautier, L. (1997). Modélisation du comportement hyperélastique des élastomères compacts. in *apollon-génie mécanique des caoutchoucs*,. In *Génie mécanique des caoutchoucs*, page 67–104. APOLLOR.
- [Holownia, 1974] Holownia, B. (1974). Effect of carbon black on the elastic constants of elastomers. *Rubber Industry*, pages 157–160.
- [Huber and Tsakmakis, 2000] Huber, N. and Tsakmakis, C. (2000). Finite deformation viscoelasticity laws. *Mechanics of Materials*, 32 :1–18.
- [Jaumann, 1911] Jaumann, G. (1911). Geschlossenes system physikalischer und chemischer differentialgesetze. *Sitzber Acad. Wiss. Wien (IIa)*, 120 :385–530.
- [Khan and Lopez-Pamies, 2002] Khan, A. and Lopez-Pamies, O. (2002). Time and temperature dependent response and relaxation of a soft polymer. *International Journal of Plasticity*, 18 :1359–1372.
- [Kilian et al., 1994] Kilian, H., Strauss, M., and Hamm, W. (1994). Universal properties in filler loaded rubbers. *Rubber of Chemistry and Technology*, pages 1–16.
- [Krempel and Khan, 2003] Krempel, E. and Khan, F. (2003). Rate (time)-dependent deformation behavior : an overview of some properties of metals and solid polymers. *International Journal of Plasticity*, 19 :1069–1095.
- [Kucherskii, 2003] Kucherskii, A. (2003). New characteristic of tensile stress-strain properties in rubber. *Polymer testing*, 22 :503–507.
- [Laiarinandrasana et al., 2003] Laiarinandrasana, L., Piques, R., and Robisson, A. (2003). Visco-hyperelastic model with internal state variable coupled with discontinuous damage concept under total lagrangian formulation. *International Journal of Plasticity*, 19 :977–1000.
- [LeBideau et al., 2009] LeBideau, P., Ploteau, J., Dutournié, P., and Glouannec, P. (2009). Experimental and modelling study of superficial elastomer vulcanization by short wave infrared radiation. *International Journal of Thermal Sciences*, 48 :573–582.
- [Lee, 1969] Lee, E. (1969). Elastic-plastic deformation at finite strains. *Journal of Applied Mechanics*, 36 :1–14.

- [Lemaitre and Chaboche, 2001] Lemaitre, J. and Chaboche, J. (2001). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod.
- [Lin and Schomburg, 2003] Lin, R. C. and Schomburg, U. (2003). A finite elastic-viscoelastic-elastoplastic material law with damage : theoretical and numerical aspects. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 192(13-14) :1591–1627.
- [Lion, 1996a] Lion, A. (1996a). A constitutive model for carbon black filled rubber : experimental investigations and mathematical representation. *Continuum of Mechanics and thermodynamics*, 8 :153–169.
- [Lion, 1996b] Lion, A. (1996b). A physically based method to represent the thermo-mechanical behaviour of elastomers. *Acta Mechanica*, 123 :1–25.
- [Lion, 1997] Lion, A. (1997). On the large deformation behaviour of reinforced rubber at different temperatures. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 45 :1805–1834.
- [Lion, 1998] Lion, A. (1998). Thixotropic behaviour of rubber under dynamic loading histories : Experiments and theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 :895–930.
- [Lion, 2000] Lion, A. (2000). Constitutive modelling in finite thermoviscoplasticity : a physical approach based on nonlinear rheological models. *International Journal of Plasticity*, 16 :469–494.
- [Lion and Kardelky, 2004] Lion, A. and Kardelky, C. (2004). The payne effect next term in finite viscoelasticity : constitutive modelling based on fractional derivatives and intrinsic time scales. *International Journal of Plasticity*, 20 :1313–1345.
- [Lubliner, 1985] Lubliner, J. (1985). A model rubber viscoelasticity. *Mechanics Research Communications*, 12 :93–99.
- [Mandel, 1971] Mandel, J. (1971). *Plasticité Classique et Viscoplasticité*. Springer-Verlag.
- [Marckmann and Verron, 2006] Marckmann, G. and Verron, E. (2006). Comparison of hyperelastic models for rubberlike materials. *Rubber Chemistry and Technology*, 79(5) :835–858.
- [Marckmann et al., 2002] Marckmann, G., Verron, E., Gornet, L., Chagnon, G., Charrier, P., and Fort, P. (2002). A theory of network alteration for the mullins effect. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 :2011–2028.
- [Martinon, 1998] Martinon, P. (1998). Caractéristiques des élastomères. *Techniques de l'ingénieur*, K380 :1–12.
- [Marvalova, 2007] Marvalova, B. (2007). Viscoelastic properties of filled rubber. experimental observations and material modelling. *Engineering Mechanics*, 14 :81–89.
- [Miehe, 1998] Miehe, C. (1998). A constitutive frame of elastoplasticity at large strains based on the notion of a plastic metric. *International Journal of Solids and Structures*, 35 :3859–3897.
- [Miehe and Göktepe, 2005] Miehe, C. and Göktepe, S. (2005). A micro-macro approach to rubber-like materials. part ii : The micro-sphere model of finite rubber viscoelasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(10) :2231–2258.
- [Miehe and Keck, 2000] Miehe, C. and Keck, J. (2000). Superimposed finite elastic-viscoelastic-plastoelastic stress response with damage in filled rubbery polymers. experiments, modelling and algorithmic implementation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(2) :323–365.

- [Mitra et al., 2004] Mitra, S., Ghanbari-Siahkali, A., Kingshott, P., Almdal, K., Rehmeier, H., and Christensen, A. (2004). Chemical degradation of fluoroelastomer in alkaline environment. *Polymer Degradation and Stability*, 83 :195–206.
- [Mooney, 1940] Mooney, M. (1940). A theory of large elastic deformation. *Journal of Applied Physics*, 11 :582–592.
- [Mora, 2004] Mora, V. (2004). *Etude de l'intégration temporelle du tenseur taux de déformation. Application à la modélisation de l'élastoplasticité en grandes transformations*. PhD thesis, Université de Bretagne Sud.
- [Moreau, 2000] Moreau, C. (2000). *Etude expérimentale et numérique de l'hyperélasticité avec prise en compte de la compressibilité*. PhD thesis, Université Bretagne Sud, Lorient.
- [Mullins, 1947] Mullins, L. (1947). Effect of stretching on the properties of rubber. *The Research Association of British Rubber Manufacturers*, 16 :275–289.
- [Ogden, 1972] Ogden, R. (1972). Large deformation isotropic elasticity- on the correlations of theory and experiment for incompressible rubberlike solids. *Proc. Roy. Soc. Lond.*, 326 :565–584.
- [Ogden, 1976] Ogden, R. (1976). Volume changes associated with the deformation of rubber-like solids. *Journal of the Mechanical and Physics of Solids*, 24 :322–338.
- [Ogden, 1992] Ogden, R. (1992). On the thermoelastic modeling of rubberlike solids. *Journal of thermal Stresses*, 15 :533–557.
- [Omnès, 2007] Omnès, B. (2007). *Modélisation micromécanique du comportement d'élastomères chargés*. PhD thesis, UBS.
- [Orgeas, 1997] Orgeas, L. (1997). *Etude expérimentale et numérique de comportement thermo-mécanique d'un alliage a mémoire de forme industriel NiTi*. PhD thesis, Université Joseph Fourier.
- [Oudet, 1993] Oudet, C. (1993). *Polymères - Structure et Propriétés, Introduction*. Masson, Paris.
- [Payne, 1963] Payne, A. (1963). The dynamic properties of carbon-black loaded natural rubber vulcanizates, part i. *Rubber of Chemistry and Technology*, 36 :432–443.
- [Pegon, 1988] Pegon, P. (1988). *Contribution à l'étude de l'hystérésis élastoplastique*. PhD thesis, Université Joseph Fourier & Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [Peng and Landel, 1975] Peng, S. and Landel, R. (1975). Stored energy function and compressibility of compressible rubberlike materials under large strain. *Journal of Applied Physics*, 46 :2599–2604.
- [Persoz, 1960] Persoz, B. (1960). *Introduction à l'étude de la rhéologie*. Dunod.
- [Pilvin, 1996] Pilvin, P. (1996). *SiDoLo*. User's Manual in French.
- [Reese and Govindjee, 1998] Reese, S. and Govindjee, S. (1998). A theory of finite viscoelasticity and numerical aspects. *International journal of solids and structures*, 35 :3455–3482.
- [Richeton et al., 2006] Richeton, J., Ahzi, S., Vecchio, K., Jiang, F., and Adharapurapu, R. (2006). Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers : Characterization and modeling of the compressive yield stress. *International Journal of Solids and Structures*, 43 :2318–2335.
- [Rio, 2006] Rio, G. (2006). *Herezh++*. certification IDDN-FR-010-0106078-000-R-P-2006-035-20600.

- [Rio et al., 2005] Rio, G., Laurent, H., and Blès, G. (2005). Modélisation phénoménologique du comportement hyper-visco-hystérique d'une nuance de caoutchouc naturel. Technical report, LG2M-ENSIETA.
- [Rio et al., 2008] Rio, G., Laurent, H., and Blès, G. (2008). Asynchronous interface between a finite element commercial software ABAQUS and an academic research code HEREZH++. *Advances in Engineering Software*, 39(12) :1010–1022.
- [Rivlin, 1949] Rivlin, R. (1949). *Phil. Trans. Royal Soc. Lond.*, 240 :509.
- [Rivlin, 1956] Rivlin, R. (1956). Large elastic deformations. *Rheology-Theory and applications*, 1 :351–385.
- [Sidoroff, 1975a] Sidoroff, F. (1975a). Variables internes en viscoélasticité i. variables internes scalaires et tensorielles. *Journal de la Mécanique*, 14 :545–566.
- [Sidoroff, 1975b] Sidoroff, F. (1975b). Variables internes en viscoélasticité ii. milieux avec configuration intermédiaire. *Journal de la Mécanique*, 14 :571–595.
- [Smith et al., 1951] Smith, O., Hermonat, W., Haxo, H., and Meyer, A. (1951). Retraction test for serviceability of elastomers at low temperatures. *Rubber of Chemistry and Technology*, 24 :684–696.
- [Spertz, 1990] Spertz, G. (1990). review of test methods for determination of low temperature properties of elastomers. *Polymer testing*, pages 27–37.
- [Spetz, 2001] Spetz, G. (2001). Development in low temperature testing of rubber materials. Technical report, Elastocon AB.
- [Thuillier and Manach, 2009] Thuillier, S. and Manach, P. Y. (2009). Comparison of the work-hardening of metallic sheets using tensile and shear strain paths. *International Journal of Plasticity*, 25(5) :733–751.
- [Tourabi, 2005] Tourabi, A. (2005). *Comportement irréversible des matériaux solides en sollicitations cycliques multiaxiales*. PhD thesis, Université Joseph Fourier.
- [Trealor, 1975] Trealor, L. (1975). *The physics of rubber elasticity*. Clarendon press.
- [Treloar., 1944] Treloar., L. (1944). Stress-strain data for vulcanised rubber under various types of deformation. *Trans. Faraday. Soc.*, 40 :59–70.
- [Valanis, 1971] Valanis, K. (1971). A theory of viscoplasticity without a yield surface ; part i. general theory, part ii. application to mechanical behaviour of metals. *Archives of Mechanics*, 23 :517–551.
- [VanDenBogert and DeBorst, 1994] VanDenBogert, P. and DeBorst, R. (1994). On the behaviour of rubberlike materials in compression and shear. *Archive of Applied Mechanics*, 64 :136–146.
- [Vandenbroucke et al., 2010] Vandenbroucke, A., Laurent, H., Hocine, N. A., and Rio, G. (2010). A Hyperelasto-Visco-Hysteresis model for an elastomeric behaviour : experimental and numerical investigations. *Computational Materials Science*, 48 :495–503.
- [VanKrevelen, 1972] VanKrevelen, D. (1972). *Their correlation with chemical structure, their numerical estimation and prediction for additive contributions*. Properties of Polymers.
- [Ward and Hadley, 1993] Ward, I. and Hadley, D. (1993). *Mechanical properties of solid polymers*. Wiley, England.
- [Zener, 1948] Zener, C. (1948). *elasticity and anelasticity of metals*. Chicago University Press.

[Zrida, 2009] Zrida, M. (2009). *Simulation du comportement d'un polymère par un modèle d'hyper-visco-hystérésis : application à trois nuances de polypropylène*. PhD thesis, Université de Bretagne Sud.

[Zrida et al., 2009] Zrida, M., Laurent, H., Rio, G., Pimbert, S., Grolleau, V., Masmoudi, N., and Bradai, C. (2009). Experimental and numerical study of polypropylene behavior using an hyper-visco-hysteresis constitutive law. *Computational Materials Science*, 45(2) :516–527.

Etude du comportement mécanique à différentes températures d'un élastomère : Caractérisation expérimentale et numérique

Aude Vandembroucke - Université de Bretagne Sud - LIMatB rue de Saint-Maudé, BP92116
56321 Lorient Cedex

L'objectif de cette étude est de développer un modèle de comportement adapté pour reproduire le comportement mécanique de l'élastomère avec l'évolution de la température. Pour réaliser cette étude, un travail expérimental préliminaire est effectué pour mettre en évidence les différents phénomènes mécaniques présents pour le matériau avec l'évolution de la température. Le matériau étudié est un élastomère synthétique fluoro-carboné (FKM), le Viton. Cet élastomère possède d'excellentes performances aux hautes températures et aux agressions chimiques. Ses propriétés sont utilisées pour diverses applications comme l'étanchéité, l'amortissement, l'isolation, etc. La caractérisation mécanique du matériau est réalisée à l'aide des essais classiques de traction et compression ainsi que des essais de relaxation sur une plage de température allant de -40°C à 100°C . Les essais de chargement cyclique mettent en évidence une présence non négligeable de l'hyperélasticité pour les élastomères. Les essais de relaxation nous permettent de décrire la viscosité du matériau. De plus, des essais de chargement interrompus par des relaxations ont aussi été effectués, pour différents taux de déformation avec des temps de relaxations de 900s. Ils font apparaître un équilibre hystérétique démontrant la présence de l'hystérésis pour notre matériau. Dans cette étude, nous avons fait le choix de ne considérer que la plage de température de -8°C à 100°C pour reproduire correctement le comportement du matériau. Le modèle utilisé est une loi de comportement phénoménologique basée sur une décomposition additive des puissances. Le modèle est constitué de trois contributions de contrainte : l'hyperélasticité, la viscosité et l'hystérésis. Ce modèle sera nommé Hyperélasto-Visco-Hystérésis (HVH) où la contribution hyperélastique est prise en compte à l'aide de potentiel phénoménologique de Hart-Smith. La viscosité est décrite à l'aide du modèle de Maxwell généralisé et la contribution hystérétique est prise en compte à l'aide d'un modèle original. Au cours de cette étude nous considérons simplement le premier cycle de chargement de notre matériau. Une méthode d'identification a été mise en place pour permettre de mieux prendre en compte les différentes contributions du modèle. Les identifications des paramètres matériau sont réalisées pour des isothermes comprises dans la plage de température étudiée. La validation du modèle sera dans un premier temps testé à température ambiante sur un cas de chargement industriel d'un joint en relaxation. Pour valider le modèle en fonction de la température nous simulons différents cas de chargement en isotherme. Ensuite, la simulation d'un essai de relaxation en compression subissant des cycles de températures est réalisée pour confronter le modèle à un calcul dépendant de la température.

Mots clé : Elastomère, essais expérimentaux, température, loi de comportement, simulation, Hyperélasticité, viscosité, hystérésis