



HAL
open science

Analyse multi-échelles de la fatigue des élastomères : définition et identification de l'endommagement en pointe de fissure

Jordan de Crevoisier d'Hurbache

► **To cite this version:**

Jordan de Crevoisier d'Hurbache. Analyse multi-échelles de la fatigue des élastomères : définition et identification de l'endommagement en pointe de fissure. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2012. Français. NNT : 2012PAO66381 . tel-00828171

HAL Id: tel-00828171

<https://theses.hal.science/tel-00828171>

Submitted on 30 May 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 DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE**

Spécialité

ED397 Physique et Chimie des Matériaux

Présentée par

Jordan de Crevoisier d'Hurbache

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE

Sujet de la thèse

**Analyse multi-échelles de la fatigue des élastomères :
définition et identification de l'endommagement
en pointe de fissure**

Soutenue à Paris le 23 octobre 2012 devant le jury composé de :

M. Jean-Benoit Le Cam	Rapporteur
M. Erwan Verron	Rapporteur
M. Luc Chevalier	Examineur
M. Eric Clément	Examineur
M. Costantino Creton	Directeur de thèse
M. Michel Grédiac	Examineur
M. Stéphane Roux	Directeur de thèse
M. Daniel Berghezan	Invité

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	iii
Liste des tableaux	xiii
1 Introduction générale	1
1 Le projet AMUFISE	2
2 Les matériaux de cette étude	5
3 La corrélation d'images numériques	10
3.1 Principe	10
3.2 Approche globale	12
3.3 Exemple	13
4 Conclusion	16
2 Variation de volume	17
1 Introduction	18
2 État de l'art	20
2.1 Essais mécaniques	20
2.2 Autres études	21
3 Méthode	22
3.1 Essais mécaniques	22
3.2 Analyse par CIN	25
3.3 Vérification des déformations induites par les déplacements hors plan	26
3.4 Calcul des déformations à partir des champs de déplacements	31
4 Résultats	32
5 Interprétation et discussion	35
5.1 Informations additionnelles	35
5.2 Discussion	35
6 Conclusion et perspectives sur la variation de volume dans les élastomères fortement chargés	37

3	Identification de paramètres de loi hyperélastique par CIN	39
1	Introduction	40
2	Logiciel de simulation utilisé : DELI	41
3	Partie expérimentale	42
3.1	Les éprouvettes	42
3.2	Le perçage des trous	42
3.3	Le montage	44
3.4	Les essais	45
3.5	les champs de déplacements obtenus	48
4	Méthode	50
4.1	Le recalage par éléments finis	50
4.2	Le modèle	52
4.3	Identification sur le mélange 2CB_8NC	54
4.4	Identification sur le mélange 24CB_8NC	67
5	Conclusions et perspectives sur l'identification de paramètres de loi hyperélastique	74
4	Emoussement en pointe de fissure	77
1	Introduction	78
2	Introduction succincte à la fissuration des élastomères	79
3	Partie expérimentale	83
3.1	Essais mécaniques	83
4	Résultats	91
4.1	Champs de déplacements et de déformations	91
4.2	Analyse des données et comparaison entre les matériaux	95
4.3	Evolution des déformations au cours du cyclage	98
5	Conclusion et perspectives sur la fissuration dans les élastomères fortement chargés	103
	Conclusion Générale	105
	Perspectives	109
	Bibliographie	113
5	Caractéristiques de l'environnement logiciel	119

Table des figures

1.1	Les différents motifs du SBR	5
1.2	Structure chimique du SBR	5
1.3	Courbes représentant la contrainte nominale en fonction de l'allongement λ pour les mélanges <i>2CB_8NC</i> , <i>17CB_8NC</i> et <i>24CB_8NC</i> dans le cas d'une traction simple jusqu'à rupture.	8
1.4	Courbes représentant la contrainte nominale en fonction de l'allongement λ pour les mélanges <i>2CB_8NC</i> , <i>17CB_8NC</i> et <i>24CB_8NC</i> dans le cas d'une série de cycles d'amplitude croissante.	8
1.5	Courbes représentant la vitesse de propagation d'une fissure en mm/cycle en fonction du taux de restitution d'énergie G en J/m^2 pour les mélanges <i>2CB_8NC</i> , <i>17CB_8NC</i> et <i>24CB_8NC</i>	9
1.6	Illustration du principe de la corrélation d'images. Le déplacement d'un motif est suivi à différents instants.	10
1.7	Approche locale (a) et globale (b) pour la corrélation d'images numériques (CIN)	11
1.8	Image de référence (a) et région d'étude (b).	13
1.9	Histogramme des niveaux de gris de la figure 1.8b. La dynamique de l'image est de 16 bits soit 65536 niveaux de gris	14
1.10	Fluctuation (a), normée par la dynamique de l'image, en fonction de la taille des ZOI, pour la figure 1.8b. La courbe grise en trait plein représente la moyenne et celle en tiret représente la ZOI ayant le moins de fluctuation de ses niveaux de gris. La limite est fixée à 1% de la dynamique de l'image. Longueur de corrélation (b), adimensionnée par la taille de ZOI, en fonction de la taille des éléments. La section de la fonction de corrélation est approximée par une ellipse avec donc deux rayons (R1) et (R2), en moyenne (mean) et au maximum (max). La limite est fixée au quart de la taille de ZOI.	14
1.11	Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément. La région prise pour calculer cette incertitude exclue la fissure.	15

2.1	Protocole expérimental. Deux caméras équipées d'objectifs quasi télécentriques, sont montées sur des platines de translation verticales à pas micrométriques et filment la face et la tranche de l'échantillon (a). Mors auto-serrant composés de deux cylindres excentrés (b).	22
2.2	Montage expérimental. Trois ordinateurs et un générateur basses-fréquences (GBF). Les ordinateurs contrôlent la machine de traction Instron 5882 ainsi que les caméras « Clever Dragon » (filmant la face) et « Leutron » (filmant la tranche). Le GBF envoie son signal aux caméras pour les déclencher et à l'ordinateur de l'Instron pour qu'il soit enregistré avec les signaux d'effort et de déplacement.	22
2.3	Courbe montrant le déplacement dans la direction de traction du mors du haut en fonction du temps.	23
2.4	Type d'éprouvette utilisée pour l'essai. Éprouvette haltère ayant la norme ISO 527-2.	23
2.5	Image prise au début de l'essai par la caméra filmant la face (a) et celle filmant la tranche (b).	24
2.6	Courbe Force en fonction du déplacement de la traverse. Chaque point de la courbe correspond à une prise d'image. Il y a 2400 images prises pour cet essai.	25
2.7	Incertitude sur les déplacements mesurés en fonction de la taille des éléments pour les images de face (a) et de tranche (b)	26
2.8	Montage utilisé pour mesurer l'influence d'un déplacement hors plan de la caméra Clever Dragon avec son télécentrique sur la mesure des champs de déplacements. La caméra est placée sur une platine de translation dont la précision est d'un micromètre Le même montage a été utilisé pour mesurer l'influence d'un déplacement hors plan avec la caméra Leutron. . . .	27
2.9	Images prises pour le montage avec la caméra « Clever Dragon » en s'éloignant de 1 mm (a), à la mise au point (b), et en s'approchant de 1 mm (c).	27
2.10	Images prises pour le montage avec la caméra « Leutron » en s'éloignant de 1 mm (a), à la mise au point (b), et en s'approchant de 1 mm (c). . . .	28
2.11	Déformation moyenne mesurés par corrélation d'images numériques en fonction du déplacement hors plan. Les deux caméras ont été mises sur un banc spécifique avec les mêmes objectifs quasi télécentriques que lors de l'essai sur l'élastomère.	28
2.12	Coupe de l'éprouvette pour chaque image du calcul prise par la Clever Dragon. Les pixels ont une taille physique de 3.5 micromètres.	29
2.13	Coupe de l'éprouvette pour chaque image du calcul prise par la Leutron. Les pixels ont une taille physique de 6.2 micromètres.	29
2.14	Déplacements hors plan relevés sur la caméra Clever Dragon en fonction du numéro de l'image.	29
2.15	Déplacements hors plan relevés sur la caméra Leutron en fonction du numéro de l'image.	30

2.16	Déformation induite par les déplacements hors plan suivant la direction de traction (E11) et suivant l'épaisseur (E22) sur les images prises par la Clever Dragon.	30
2.17	Déformation induite par les déplacements hors plan suivant la direction de traction (E11) et suivant l'épaisseur (E33) sur les images prises par la Leutron.	31
2.18	Allongements transverse 2 et 3 par rapport à l'allongement dans la direction de traction au cours de l'essai.	32
2.19	Allongements λ_2 par rapport à l'allongement λ_3 au cours de l'essai. . . .	32
2.20	Évolution du déterminant du tenseur gradient des déformations en fonction de l'allongement dans la direction principale au cours de l'essai . . .	33
3.1	Éprouvette PS trouée dont les dimensions sont $l_0 = 63$ mm, $e_0 = 2$ mm, $h_0 = 13$ mm et $d_0 = 3$ mm	42
3.2	La figure montre la cuve ainsi que la cale en alliage d'aluminium (a). La cale est vissée à la cuve pour maintenir l'éprouvette en place lors du refroidissement avec de l'azote liquide. À droite sont montrées une éprouvette avant et après perçage (b).	43
3.3	Montage pour l'identification de paramètres dans les éprouvettes dites « PS » trouées (b). Il est composé de deux cubes (c) venant se fixer au vérin ou à la cellule d'effort. Sur chacun des cubes se fixent deux plaques (a) avec des trous pour le centrage et des trous permettant de mettre des vis de serrage. Des cales de même épaisseur que l'éprouvette sont mises entre ces plaques (a). On peut aussi fixer une plaque derrière celle du bas afin d'empêcher la rotation d'un mors par rapport à l'autre.	44
3.4	Montage des éprouvettes trouées. Le mors du bas est fixé sur la cellule d'effort et celui du haut est fixé au vérin hydraulique. Un appareil photo de type canon EOS 450D est placé à la perpendiculaire de la surface et prend les images environ toutes les 5 secondes. L'éclairage est fait avec des fibres optiques flexibles de marque Schott (KL 1500 LCD).	45
3.5	Images de référence (a), zone sélectionnée pour le calcul d'incertitude en déplacement (b) et incertitude en déplacements (c).	46
3.6	Courbe force/déplacement pour le mélange 2CB_8NC. L'essai est piloté en déplacement avec un passage au cycle suivant lorsque l'effort arrive à zéro. Chaque point représente une prise d'image, en moyenne toutes les 5 secondes. L'essai a duré environ une heure, l'éprouvette ayant rompu lors de la décharge du second cycle à 19.5 mm de déplacement maximum. . .	46
3.7	Courbe force/déplacement pour le mélange 2CB_8NC. Seules les courbes aller sont tracées par rapport à la figure 3.6. Chaque point représente une prise d'image.	47
3.8	Courbe force/déplacement pour le mélange 2CB_8NC. Seules les courbes de décharge sont tracées par rapport à la figure 3.6. Chaque point représente une prise d'image.	47

3.9	Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale ($\frac{l-l_0}{l_0}$) pour le matériau 2CB_8NC. Chaque point représente une image. L'éprouvette fait 13 mm de haut (l_0) et 120 mm ² de surface minimum.	48
3.10	Superposition du maillage de corrélation d'images (en rouge) sur l'image de référence.	48
3.11	Image de référence (a), image déformée (b), champ de déplacements mesuré suivant la direction de traction (c) et champ de déplacements suivant la direction transverse (d). Un masque circulaire est apposé à l'endroit du trou pour la comparaison de ces champs avec ceux issus des simulations numériques.	49
3.12	Courbe énergie en fonction de I-3 pour le matériau 2CB_8NC (trait plein). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 150% de déformation (traitillé).	54
3.13	Courbe contrainte nominale en fonction du déplacement globale pour le matériau 2CB_8NC (cercles). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 19.5 mm de déplacement (trait plein).	55
3.14	Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau 2CB_8NC (trait gras). Le modèle ajusté en traitillé est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15)	55
3.15	Masque issu du seuillage de l'image de référence. Le centre du trou permet de faire correspondre les deux maillages (celui de la CIN et celui des calculs EF).	56
3.16	Maillage utilisé pour les simulations numériques avec le logiciel DELI. Le maillage est généré avec le logiciel Abaqus. Les éléments utilisés sont des quadrangles à 9 nœuds.	57
3.17	Superposition du maillage généré avec le logiciel Abaqus, du maillage utilisé pour la corrélation d'images numériques et de l'image de référence. Le maillage pour les simulations avec le logiciel DELI est inclut dans celui utilisé pour les mesures de déplacements dans le logiciel CORRELI.	57
3.18	Champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs correspondent à ceux montrés figure (3.11). Ils sont interpolés sur les nœuds du maillage utilisé pour les calculs et sont exprimés en millimètres.	58
3.19	Maillage utilisé pour les simulations numériques avec le logiciel DELI. Conditions limites en déplacement imposées. La longueur des flèches est proportionnelle à la valeur du déplacement imposé.	58
3.20	Champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, calculés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus en imposant les champs mesurés aux bords (figure 3.18) et en prenant les paramètres issus de l'ajustement sur la courbe 1D (figure 3.14).	59

3.21	Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 2CB.8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.18 et figure 3.20.	59
3.22	Champs de déplacements suivant la direction de traction Z induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i).	60
3.23	Champs de déplacements suivant la direction de transverse Y induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i).	61
3.24	Évolution au cours des itérations des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin utilisé. Les paramètres de l'itération 1 sont obtenus avec l'identification classique sur les courbes de traction 1D.	62
3.25	Évolution au cours des itérations des critères utilisés. Le critère d'arrêt a été atteint ici sur la variation de ΔU	62
3.26	Champs de déplacements suivant la direction de traction Z induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i). Ces champs sont obtenus pour la dernière boucle de l'identification.	63
3.27	Champs de déplacements suivant la direction de transverse Y induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i). Ces champs sont obtenus pour la dernière boucle de l'identification.	64
3.28	Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 2CB.8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.18 et ceux obtenus après convergence des calculs.	65
3.29	Évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ pour différentes paires d'images avec l'image à effort nul servant de référence et des images déformés à un allongement λ variable. La ligne horizontale correspond à la valeur du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ lorsque l'on prend toutes les images pour faire l'identification.	66
3.30	Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau 2CB.8NC (trait gras). On superpose à cette courbe deux courbes issues de deux identifications. La première provient d'un ajustement direct de la courbe (foncé), la seconde provient de l'identification via la corrélation d'images (clair). Le modèle ajusté est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15).	66
3.31	Courbe effort en fonction du déplacement pour le matériau 24CB.8NC. L'éprouvette faisant 13 mm de haut, tous les trois cycles l'amplitude est augmentée de 6.5 mm.	67

3.32	Courbe énergie en fonction de I-3 pour le matériau 24CB_8NC (trait plein). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 200% de déformation (traitillé).	68
3.33	Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau 24CB_8NC. L'éprouvette fait 13 mm de haut et 120 mm ² de surface minimum. Le modèle de Mooney-Rivlin est ajusté sur cette courbe et les valeurs des paramètres sont indiquées équation 3.23	68
3.34	Image de référence (a), image déformée (b), champ de déplacements mesuré suivant la direction de traction (c) et champ de déplacements suivant la direction transverse (d). Un masque circulaire est apposé à l'endroit du trou pour la comparaison de ces champs avec ceux issus des simulations numériques.	69
3.35	Incertitude sur les déplacements en fonction de la taille d'élément choisi. La zone choisie se trouve en dehors du trou sur l'image de référence (figure 3.34a).	69
3.36	Champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs correspondent à ceux montrés figure (3.34). Ils sont interpolés sur les nœuds du maillage utilisé pour les calculs et sont exprimés en millimètres.	70
3.37	Champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus en imposant les champs mesurés aux bords (figure 3.36) et en prenant les paramètres issus de l'ajustement sur la courbe 1D (figure 3.33).	70
3.38	Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.36 et figure 3.37.	70
3.39	Évolution au cours des itérations des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin utilisé.	71
3.40	Évolution au cours des itérations des critères utilisés. Le critère d'arrêt a été atteint ici sur la variation de ΔU	71
3.41	Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.36 et ceux obtenus après convergence des calculs.	72
3.42	Évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ pour différentes paires d'images avec l'image à effort nul servant de référence et des images déformés à un allongement λ variable. La ligne horizontale correspond à la valeur du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ lorsque l'on prend toutes les images pour faire l'identification.	72

3.43	Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau 24CB_8NC (trait gras). On superpose à cette courbe deux courbes issues de deux identifications. La première provient d'un ajustement direct de la courbe (foncé), la seconde provient de l'identification via la corrélation d'images (clair). Le modèle ajusté est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15).	73
4.1	Fissure dans un milieu en deux dimensions avec x et y représentant les coordonnées cartésiennes, Γ un contour quelconque dans la partie élastique du matériau, Γ_t la pointe de fissure de rayon non nul et \mathbf{n} le vecteur normal au contour. [67]	79
4.2	Éprouvette « pantalon » ($G = \frac{2F}{e}$, F l'effort et e l'épaisseur) pour un essai de déchirure(a). Éprouvette « Pure Shear » ($G = W \times h_0$, W la densité d'énergie de déformation et h_0 la hauteur initiale). La géométrie (b) dite de « cisaillement pur » ou « pure shear » (en l'absence de fissure) est utilisée, entre autres, pour des essais de propagation de fissures par fatigue(b). Éprouvette « Lanière » ($G = 2kWc$, k un facteur dépendant de la déformation et c la longueur de fissure).	80
4.3	Vitesse de propagation (dc/dn) en fonction du G appliqué. L'étude porte sur du SBR (\times) et du NR (o).[48]	81
4.4	Montage pour la propagation de fissure dans les éprouvettes dites «PS» (b). Il est composé de deux cubes (c) venant se fixer au vérin ou à la cellule d'effort. Sur chacun des cubes se fixent deux plaques (a) avec des trous pour le centrage et des trous permettant de mettre des vis de serrage. Des cales de même épaisseur que l'éprouvette sont mises entre ces plaques (a). On peut aussi fixer une plaque derrière la plaque du bas afin d'empêcher la rotation d'un mors par rapport à l'autre.	84
4.5	Éprouvette PS dont les dimensions sont $e_0 = 2 \pm 0.05$ mm, $h_0 = 13 \pm 0.1$ mm et $L_0 = 157 \pm 0.5$ mm	85
4.6	Image de référence pour le mélange 2CB_8NC (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclut la fissure.	85
4.7	Image de référence pour le mélange 17CB_8NC (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclut la fissure.	86
4.8	Image de référence pour le mélange 24CB_8NC (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclut la fissure.	86

4.9	Champ de déplacements entre deux images décalées de 1 mm suivant la verticale (a). Le déplacement au centre correspond au décalage de la prise d'image. Le champ de déplacement autour est dû aux aberrations optiques. Champ de déplacements issu de la corrélation d'images (a), champ de déplacements lissé dont le maximum est de 207.6 pixels (b), différence entre les champs de déplacements (c). Les éléments pris font 16×16 pixels.	86
4.10	Champ de déplacements entre deux images décalées de 1 mm suivant la verticale (a). Le déplacement au centre correspond au décalage de la prise d'image. Le champ de déplacement autour est dû aux aberrations optiques. Champ de déplacements issu de la corrélation d'images (a), champ de déplacements lissé dont le maximum est de 207.65 pixels (b), différence entre les champs de déplacements (c). Les éléments pris font 32×32 pixels.	87
4.11	Sollicitation de type Haversine. La première partie consiste en un sinus tangent et la seconde en un maintien du déplacement.	88
4.12	Courbe Force en fonction du déplacement (a) et contrainte en fonction de la déformation (b) lors d'un même cycle stabilisé en fatigue. L'énergie apportée au matériau par unité de volume (W_0) correspond à l'aire hachurée. 89	89
4.13	Taux de restitution d'énergie G en fonction du déplacement imposé pour les mélanges <i>2CB_8NC</i> , <i>17CB_8NC</i> et <i>24CB_8NC</i> . Données obtenues par F. Vion-Loisel.	90
4.14	Vitesse de propagation en fonction du nombre de cycles pour les mélanges <i>2CB_8NC</i> , <i>17CB_8NC</i> et <i>24CB_8NC</i> pour un taux de restitution d'énergie G de 1500 J/m^2 . Données obtenues par F. Vion-Loisel.	90
4.15	Eprouvette <i>2CB_8NC</i> au premier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3 mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).	92
4.16	Eprouvette <i>2CB_8NC</i> au dernier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3 mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).	93
4.17	Eprouvette <i>24CB_8NC</i> au premier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3 mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).	94

4.18	Eprouvette 24CB_8NC au dernier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).	95
4.19	Champ de déplacement suivant Z de l'éprouvette 2CB_8NC au premier cycle de fissuration pour un déplacement du mors de 3mm (a). Les relevés de ce champ à la position supposée de la pointe de fissure (1), à 50 μm (2), à 300 μm (3), à 1 mm (4) et à 5 mm (5) montrent l'évolution de ce champ avec la distance à la pointe de fissure (b).	96
4.20	Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 2CB_8NC au premier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément (77 μm) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).	97
4.21	Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 2CB_8NC au dernier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément (77 μm) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).	97
4.22	Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 24CB_8NC au premier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément (77 μm) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).	97
4.23	Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 24CB_8NC au dernier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément (77 μm) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).	98
4.24	Évolution en log-log de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 2CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction. La droite verticale montre la taille d'un élément (77 μm).	98
4.25	Évolution en log-log de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 24CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction. La droite verticale montre la taille d'un élément (77 μm).	99
4.26	Évolution de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 2CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction.	99
4.27	Identification des paramètres de l'équation 4.6 pour le mélange 2CB_8NC au premier cycle. Les étoiles représentent les points exclus de l'identification. Les valeurs des coefficients a, b, c et R ² sont rapportées dans le tableau 4.2.	100
4.28	Évolution en semi-log de l'exposant b de la loi de puissance 4.6, pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC, au cours du cyclage. Tendances observées pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC sont tracées respectivement en trait plein, en pointillés et en traitillés. . . .	101
4.29	Image de référence (a) et image déformée (b) pour le mélange 2CB_8NC.	110

4.30	Maillage utilisé pour les simulations avec les conditions limites (a) et la superposition de celui-ci à l'image de référence (b).	110
4.31	Différence initiale entre l'image de référence et l'image déformée affectée du champ de déplacement issus de la simulation avec DELI. Les paramètres du modèle de Mooney-Rivlin sont identifiés sur une courbe de traction 1D.	111
4.32	Champs de déplacements mesurés par corrélation d'images numérique intégrée suivant la direction de traction (a) et la direction transverse (b). Ces champs sont exprimés en pixels.	111
4.33	Différence finale entre l'image de référence et l'image déformée affectée du champ de déplacement issus de la corrélation d'images intégrée avec les calculs DELI.	112

Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques des mélanges étudiés. Ce tableau comprend la dénomination du mélange, sa composition, son taux de réticulation en termes de moles de chaînes réticulées par unité de volume (v_c) et son temps de cuisson. . .	7
3.1	Valeurs initiales des paramètres identifiés à partir de la figure 3.14 et valeur finale des paramètres identifiés par la méthodologie mise en place. . .	66
3.2	Valeurs initiales des paramètres identifiés à partir de la figure 3.33 et valeur finale des paramètres identifiés par la méthodologie mise en place pour le mélange 24CB_8NC.	73
4.1	Résumé des essais réalisés à Ladoux pour l'étude de la fissuration par fatigue.	88
4.2	Résumé des essais réalisés à Ladoux pour l'étude de la fissuration par fatigue pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC. Les paramètres a, b et c viennent du recalage de l'équation 4.6. Le paramètre R^2 est le coefficient de corrélation entre l'équation 4.6 et les courbes expérimentales donné par l'équation 4.7.	101

Chapitre 1

Introduction générale

Les élastomères sont utilisés depuis des siècles pour leur déformabilité très importante tout en gardant une certaine rigidité. À l'heure actuelle, l'industrie du caoutchouc représente quelques 25 millions de tonnes utilisées par an dont plus de la moitié vient du caoutchouc synthétique. Les applications vont du textile au médical en passant par l'industrie du transport.

Beaucoup d'études sont encore en cours pour expliquer la complexité du comportement du matériau. Ceci découle de la grande variabilité portant sur ses constituants, les applications, les géométries etc. Dans le domaine du transport comme dans d'autres, les enjeux économiques et écologiques nécessitent une meilleure compréhension du comportement dans des conditions extrêmes comme la rupture et la fissuration par fatigue.

Cette étude fait partie du projet AMUFISE financé par l'ANR dans le cadre du programme « Matériaux Fonctionnels et Procédés Innovants ». Elle est axée sur l'étude de la fissuration des élastomères, de leur comportement et de leur endommagement. Les matériaux utilisés ont été fournis par la manufacture Michelin et la technique de mesure employée durant les essais est principalement la corrélation d'images numériques.

Sommaire

1	Le projet AMUFISE	2
2	Les matériaux de cette étude	5
3	La corrélation d'images numériques	10
	3.1 Principe	10
	3.2 Approche globale	12
	3.3 Exemple	13
4	Conclusion	16

1 Le projet AMUFISE

L'économie de nos ressources naturelles est aujourd'hui un enjeu fort pour l'industrie du pneumatique, tant sur le plan sociétal que sur le plan économique. En effet, on estime qu'en 2030 les activités de transports automobiles auront doublé. Les problèmes environnementaux en découlant, tels que l'épuisement des ressources naturelles, les émissions de CO₂, le recyclage des pièces etc, sont immenses. Actuellement, les deux phases du cycle de vie d'un pneumatique tourisme¹ représentant à elles seules 98% de l'impact sur l'environnement sont celle de l'utilisation (86%) et celles de la production de matière première et de fabrication (12%).

Durant son utilisation, le pneumatique est responsable de 20% de la consommation d'un véhicule. Cette consommation peut être reliée directement à la quantité de caoutchouc présente dans le pneumatique. De plus, le cahier des charges que doit respecter un pneumatique est complexe :

- bonne adhérence,
- faible bruit,
- faible consommation,
- légèreté,
- résistance à l'usure,
- résistance à la fatigue etc.

Toutes ces contraintes doivent bien entendu être respectées sur une grande variété de types de routes, de climats et de températures. Le juste dimensionnement - l'allègement du pneumatique tout en progressant encore sur sa sécurité, sa fiabilité et sa longévité - est un véritable défi qui doit s'appuyer sur une compréhension poussée des mécanismes relatifs à sa résistance au cours du temps d'utilisation. L'un de ces mécanismes est la propagation de fissures de fatigue. Or, les connaissances actuelles concernant la résistance à la fissuration en fatigue sont très empiriques et la dynamique de progrès sur la conception des matériaux est faible.

Parmi les études réalisées dans les années 70 [56], nombre d'entre elles visaient à mettre en évidence les paramètres agissant sur la résistance des matériaux en fatigue par une approche phénoménologique et empirique. Si l'on veut s'attacher à comprendre les phénomènes observés à la pointe d'une fissure se propageant par fatigue, il ne nous sera pas possible d'extrapoler ou d'utiliser des solutions issues directement de la mécanique de la rupture élastique linéaire. Dans le cas de tractions monotones, Bueche et Halpin ([12, 13]) ont montré le rôle important joué par le fluage à fort niveau de contrainte dans les phénomènes de rupture. Leurs observations font ainsi le lien entre les courbes de fluage pour des faibles niveaux de contrainte et la dépendance en température de la contrainte à la rupture d'un élastomère. Ces observations laissent penser qu'il serait possible de modéliser la résistance à la fracture par un essai homogène. Pourtant, il n'est pas démontré que ce mécanisme soit prépondérant pour la fissuration par fatigue. À notre connaissance, il n'existe pas de mesures homogènes pouvant être directement reliées à la résistance en fatigue.

1. Étude réalisée par Préconsultant B.V., mai 2001.

Dans le but d'ouvrir des perspectives nouvelles en matière d'innovation et d'optimisation, le projet AMUFISE (Analyse Multi-échelles de la FISSuration dans les Élastomères chargés) a été proposé par trois laboratoires et un industriel (la société Michelin). À la suite d'un appel d'offre Matetpro de l'ANR, ce projet a été financé pour une durée de quatre ans. Le projet AMUFISE vise à développer une approche de compréhension de l'endommagement en pointe de fissure et de modélisation du comportement des élastomères chargés, en fatigue. Cette compréhension des mécanismes mis en jeu bute encore sur le couplage de phénomènes variés :

- effet Mullins,
- effet Payne,
- endommagement,
- température,
- viscosité etc.

Autant certains phénomènes sont bien expliqués (i.e. l'effet Payne), autant d'autres posent toujours question, même après plus de 60 ans d'études (i.e. l'effet Mullins). Étant donné tous les phénomènes influant sur le comportement du matériau, sans compter le caractère anisotrope de celui-ci, soit provenant du procédé de fabrication, soit induite par la sollicitation, la modélisation de son comportement en grandes déformations et de son endommagement lors de la fracture restent encore un défi à relever. Là encore différentes approches sont possibles, en invariants ou avec des modèles directionnels. Ces deux approches ont donné naissance à beaucoup de modèles dont aucun, et c'est bien normal, ne traduit encore tous ces mécanismes.

Les études que nous présentons dans cette thèse font donc partie du projet AMUFISE.

Les défis que nous devons relever concernent aussi des modélisations de phénomènes mal maîtrisés pour les élastomères chargés comme l'origine physico-chimique de l'endommagement en pointe de fissure, les lois de comportement non-linéaires et sensibles à l'historique de sollicitation.

Il nous est donc impératif de mettre en place des méthodologies en commençant par un cadre restreint dans lequel nous simplifions le problème par l'étude de matériaux modèles, dans des conditions de sollicitation de laboratoire, pour des géométries maîtrisées d'éprouvettes. Ces méthodologies sont soit mises en place pour améliorer nos connaissances quant aux mécanismes d'endommagement des matériaux lors d'essais de fatigue, soit elles servent à faire le lien entre les essais et la modélisation.

Dans ces deux cas, nous avons mis au point des protocoles incluant des mesures de champs de déplacements par corrélation d'images numériques. Ces protocoles sont développés pour étudier le comportement. Enfin, la corrélation d'images numérique nous permet de valider ou de nourrir par une démarche inverse notre outil de simulation.

Dans un premier temps, notre démarche vise à améliorer nos connaissances des mécanismes d'endommagement dans un essai de traction en examinant la variation de volume du matériau au cours de différents cycles de chargements. Dans un deuxième temps, la méthodologie nous permet de faire un lien direct entre les essais et les simulations avec comme objectif une identification de paramètres de lois ici illustré dans le cadre « simple » de l'hyperélasticité mais à terme la même méthodologie est transposable à

tout type de lois implanté dans un code de calcul industriel. Dans un dernier temps nous étudions l'émoussement de pointes de fissures. Ces trois études, traitant sur les mêmes matériaux, utilisant la même technique de mesure, ouvrent des perspectives pour de nombreux développements qu'il ne nous a pas été possible de conduire dans le cadre de cette thèse mais pour lesquels des méthodologies ont été mises au point.

Les objectifs de ces trois études sont assez différents. Pour les études de variation de volume décrite dans le chapitre 2, l'objectif était de valider la CIN comme un outil versatile de mesure de variation de volume dans les matériaux nominaleme nt incompressibles et très déformables. Un certain nombre de défis expérimentaux ont du être résolus pour obtenir le compromis nécessaire entre facilité de mise en œuvre de la technique et précision des résultats. Le chapitre 3 décrit de façon détaillée une méthodologie pour obtenir les paramètres d'une loi de comportement à partir de la comparaison entre champs de déplacement mesurés et calculés. À partir d'un essai unique mais plus riche que la traction uniaxiale ou équi biaxiale seule, nous montrerons comment il est possible de remonter aux paramètres de la loi de comportement. Enfin, le chapitre 4 traite de l'émoussement en pointe de fissure, cas complexe de part la géométrie, son évolution et la concentration des mécanismes sur la zone très restreinte que représente la pointe de fissure.

Nous présentons maintenant les matériaux que nous allons étudier et la corrélation d'images numériques qui nous servira lors de nos études.

2 Les matériaux de cette étude

Les matériaux utilisés dans cette étude sont des matériaux modèles élaborés par Fabien Vion-Loisel de Michelin. Ils sont représentatifs des caoutchoucs utilisés dans les applications industrielles mais avec une formulation simplifiée. Les polymères de base avant vulcanisation sont des copolymères statistiques de Styrène et de Butadiène (SBR pour Styrene-Butadiene Rubber). Cette classe de polymères a été développée durant la seconde guerre mondiale car ils sont peu chers à produire et représentent environ 65% en volume de la composition d'un pneu de tourisme. Les applications du SBR sont multiples : les pneus, les chaussures de sport, les câbles d'isolation, les produits industriels en caoutchouc, les adhésifs etc.

Ce sont des polymères amorphes qui ne cristallisent pas sous contrainte. Cette cristallisation est empêchée par la présence en quantité suffisante du groupement benzénique du styrène. Il y a typiquement 85% de Butadiène en fraction molaire.

Les copolymères styrène-butadiène sont constitués de 4 motifs distincts (figure 1.1) : le motif styrène et 3 enchaînements différents de motifs butadiène (1,4-cis, 1,4-trans et vinyle) dont les homopolymères ont des températures de transition vitreuse (T_g) différentes.

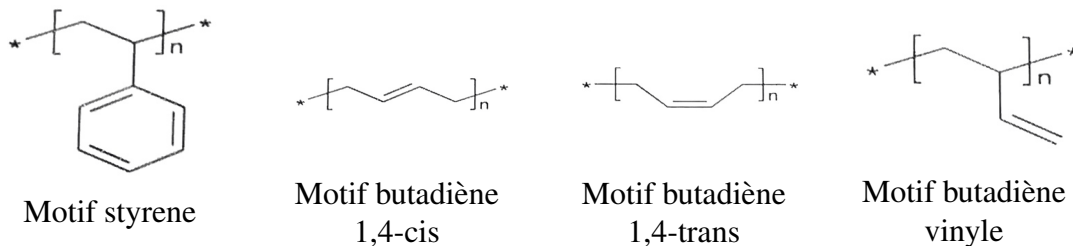


FIGURE 1.1: Les différents motifs du SBR

De façon schématique, sa structure chimique peut être représentée par [butadiène]-[B/S]-[Styrène], ou par le schéma de la figure 1.2.

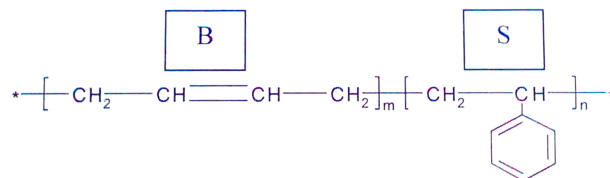


FIGURE 1.2: Structure chimique du SBR

La synthèse du SBR se fait par polymérisation anionique (initiée par des espèces organométalliques) du styrène et du butadiène (dans un solvant ayant une bonne affinité avec les deux monomères). Par ce biais, chaque molécule d'organolithium génère une chaîne. Il n'y a pas de terminaison de la croissance de la chaîne en l'absence d'impuretés

telle que de l'eau ou des acides. Il faut signaler que le procédé est le même dans le cas du butadiène et du styrène. Le polymère résultant consiste en un bloc de polybutadiène, avec des petits segments comonomères de styrène, suivi par un segment comprenant à la fois du styrène et du butadiène et enfin un bloc de polystyrène.

La proportion de ces différents motifs dépend de la composition en monomère du mélange réactionnel et surtout des conditions de polymérisation. Dans notre cas, le SBR étudié est dit "typique" et comporte dans sa microstructure 24% de motifs butadiène vinyle et 28% de motifs styrène, le reste correspond aux motifs butadiène cis. et trans. (principalement du trans.).

Le SBR de l'étude présente une T_g de -48°C mesurée par DSC. La densité de l'élastomère est de $0,94\text{ g/cm}^3$ et la masse molaire moyenne (M_n) du polymère est de 120 kg/mole avant réticulation. La fraction molaire de Styrène dans le polymère est de $0,15$. Il est classique de réticuler cet élastomère avec du soufre. La réaction de réticulation est activée par de l'oxyde de zinc (ZnO) et du DCBS (Benzothiazyl-2-Dicyclohexyl Sulfenamide). Elle se fait en présence d'un anti-oxydant, ici le 6-PPD (N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine) .

Une fois vulcanisé, le SBR compte généralement entre 10 et 100 monomères entre deux points de réticulation. La distance entre ces deux points serait de 10^{-7} à 10^{-8} m en considérant les monomères étirés au maximum. Pour des raisons d'entropie les chaînes sont sous forme de pelotes statistiques et la distance moyenne entre deux points de réticulation est d'environ 10 nm.

Pour avoir des propriétés mécaniques désirées, les élastomères sont généralement chargés avec des nanoparticules soit de noir de carbone soit de silice. Le noir de carbone utilisé est un N347 suivant la norme ASTM D1765. Afin d'obtenir des informations sur la structure des charges dans la matrice polymérique, une façon de procéder consiste à mesurer l'absorption de différents composés afin de caractériser d'une part la surface spécifique du noir et d'autre part l'effet qu'on ces charges sur la viscosité d'un fluide. Ces expériences permettent de classer les noirs en termes de finesse et de complexité de la structure.

L'absorption de bromure de cetyltriméthylammonium ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$ ou CTAB) dans une solution aqueuse contenant le noir de carbone technique fournit la surface spécifique du noir de carbone comme le précise la méthode ASTM D3765. Le N347 a une surface spécifique de $87 \pm 5\text{ m}^2/\text{g}$. Celle-ci peut varier de $10\text{ m}^2/\text{g}$ pour des grains de noir grossiers à $200\text{ m}^2/\text{g}$ pour des particules très fines ([45]). Depuis 2007, l'ASTM préconise de remplacer cette procédure par la méthode D6556 consistant en l'absorption d'azote à la surface d'un solide et se basant sur la théorie BET (pour Brunauer, Emmett et Teller).

Une autre méthode consiste en l'ajout de dibutyl phtalate (DBP) selon la méthode ASTM D2414. Cette huile est ajoutée progressivement à la poudre de noir de carbone dans un malaxeur. Pendant cet ajout, on mesure le couple appliqué pour le faire tourner. La méthode consiste à mesurer la quantité de DBP pour le couple stabilisé à 70% de sa valeur maximale. Plus cette valeur est forte, plus la structure du noir est supposée complexe. Cette valeur est aussi appelée OAN pour « Oil Absorption Number ». $DBP = 124 \pm 5\text{ ml}/100\text{g}$ dans notre cas. Cette valeur varie en général de $30\text{ ml}/100\text{g}$ à

170 ml/100g ([45]).

L'incorporation des charges se fait en deux temps. La première étape consiste à mélanger les différents composants tels que la matrice polymère, les charges, l'antioxydant et les activateurs dans un four à 50°C. Les agents de cuisson (le soufre et le CBS) sont ajoutés dans une mélangeuse à cames dans un second temps. La composition des mélanges est résumée dans le tableau 1.1. Les caoutchoutiers ont pour habitude d'utiliser les « pour cent d'élastomère » (*pce*) pour donner la composition d'un mélange. Les *pce* constituent une valeur massique d'un composant. Par exemple pour le mélange 2CB_8NC, pour 100 en masse de SBR, on ajoute 5 en masse de N347, 1.6 en masse de CBS etc.

Une fois mélangé, le matériau « cru » ou non vulcanisé est calandré et transformé en plaques de 2,8 mm d'épaisseur (typiquement 180 mm de large sur 1 m de long). Ensuite, les plaques sont découpées au format de 150 × 150 × 2,8 mm³. Elles sont mises dans des moules de 150 × 150 × 2,5 mm³, où elles sont cuites à 150°C pendant environ 15 minutes.

À cause de la contraction du caoutchouc due à la vulcanisation, les contraintes mécaniques pendant le procédé de moulage et de cuisson restent bien en dessous de celles vues par le matériau lors du calandrage. Il vient donc que l'anisotropie possible du matériau après cuisson serait surtout due au procédé de calandrage. Étant donné le caractère symétrique de ce procédé, le comportement du matériau est au plus orthotrope, avec comme directions d'orthotropie celle du sens de calandrage, celle transverse et celle de l'épaisseur.

Mélange	2CB_8NC	17CB_8NC	24CB_8NC
SBR (<i>pce</i>)	100	100	100
N347 (<i>pce / vol%</i>)	5 / 2.3	40 / 17.3	60 / 23.9
CBS (<i>pce</i>)	1.6	1.6	1.6
Soufre (<i>pce</i>)	1.6	1.6	1.6
6PPD (<i>pce</i>)	1.9	1.9	1.9
Acide stéarique (<i>pce</i>)	2	2	2
ZnO (<i>pce</i>)	2.5	2.5	2.5
v_c ($10^{-5} mol/cm^3$)	6.5	7.4	7.7
temps de cuisson (<i>min</i>)	35	20	15

Tableau 1.1: Caractéristiques des mélanges étudiés. Ce tableau comprend la dénomination du mélange, sa composition, son taux de réticulation en termes de moles de chaînes réticulées par unité de volume (v_c) et son temps de cuisson.

Quelques essais mécaniques ont été menés pour quantifier cette anisotropie en mesurant la rigidité du matériau dans le sens de calandrage et dans le sens transverse. Des essais mécaniques dynamiques en cisaillement simple sur des échantillons venant de la même plaque ont montré qu'en général, les modules G' et G'' sont de 5 à 15 % supérieurs dans la direction de calandrage par rapport à la direction transverse. Par contre, ces mesures n'ont pas été faites dans l'épaisseur. Nous donnerons dans le chapitre 2 des informations

complémentaires sur cette anisotropie.

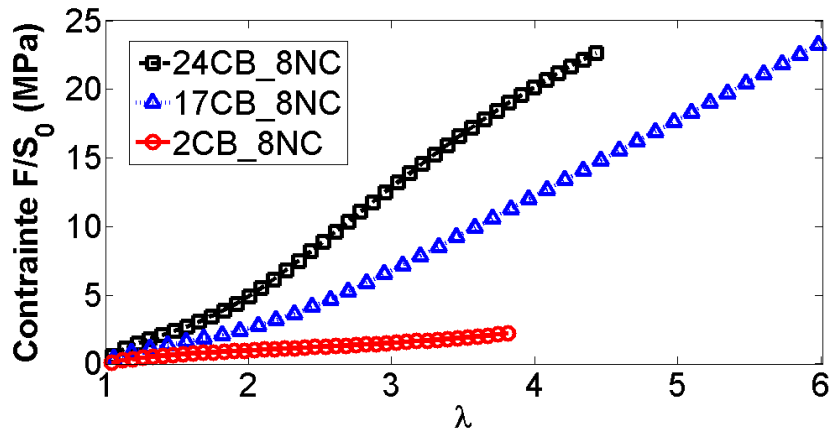


FIGURE 1.3: Courbes représentant la contrainte nominale en fonction de l'allongement λ pour les mélanges $2CB_8NC$, $17CB_8NC$ et $24CB_8NC$ dans le cas d'une traction simple jusqu'à rupture.

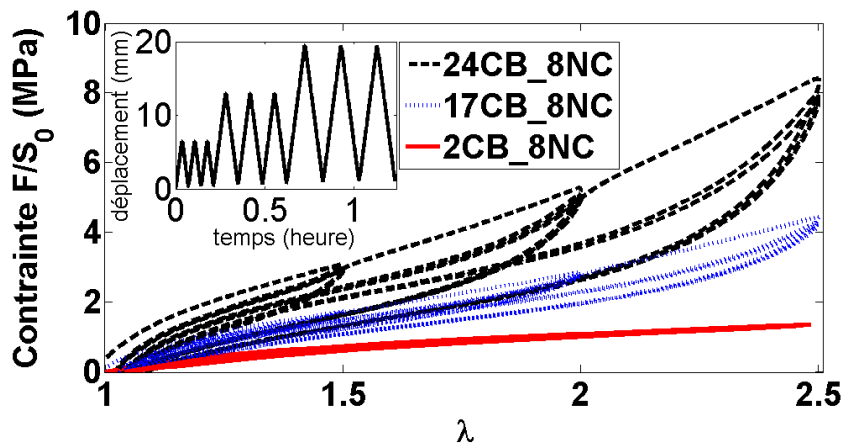


FIGURE 1.4: Courbes représentant la contrainte nominale en fonction de l'allongement λ pour les mélanges $2CB_8NC$, $17CB_8NC$ et $24CB_8NC$ dans le cas d'une série de cycles d'amplitude croissante.

Les essais réalisés classiquement sont des essais de traction jusqu'à rupture de l'échantillon (figure 1.3), ou encore des essais cycliques avec une amplitude croissante de chargement (figure 1.4). Les essais de traction simple permettent de voir simplement l'effet du taux de charge sur le comportement du matériau. En effet, plus celui-ci contient du noir de carbone, plus il est rigide. De plus, on remarque que l'ajout de noir permet aussi d'augmenter la déformation à rupture du matériau entre le matériau peu chargé ($2CB_8NC$) et ceux chargés ($17CB_8NC$ et $24CB_8NC$). Enfin, on constate un optimum

du taux de charge car en rajoutant beaucoup de noir de carbone et en passant du mélange 17CB_8NC au mélange 24CB_8NC, on finit par réduire l'allongement à rupture. Ces effets sont bien connus et sont dus aux interactions entre chaînes et charges. Les essais cycliques permettent de mettre en évidence l'effet Mullins. Cet effet, lui aussi très connu, se manifeste au premier cycle où l'on dépasse l'allongement maximum vu par le matériau dans toute son histoire de chargement. Il consiste en une hystérèse très importante et très différente des cycles suivants. Passé ce premier cycle où l'on a de l'endommagement en plus des effets visqueux, les suivants se superposent presque et l'hystérèse nettement réduite dépend principalement des effets visqueux dans le matériau. Là encore, cet effet est dû aux interactions entre chaînes et charges. Dans le cas du mélange peu chargé, l'effet Mullins n'est pas actif et le comportement du matériau est donc principalement élastique avec très peu d'effet de la viscosité. Les mélanges chargés sont plus représentatifs des caoutchoucs utilisés dans les pneumatiques.

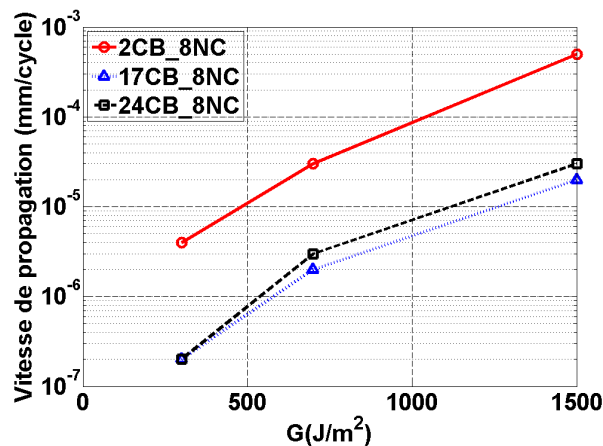


FIGURE 1.5: Courbes représentant la vitesse de propagation d'une fissure en $mm/cycle$ en fonction du taux de restitution d'énergie G en J/m^2 pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC.

Ainsi les mélanges ont été choisis pour avoir des matériaux modèles dont l'un a un comportement simple, le mélange 2CB_8NC et les deux autres des comportements plus complexes avec de l'adoucissement de type Mullins, des effets visqueux etc. Ces différents effets sont particulièrement importants dans la propagation de fissure en fatigue. La figure 1.5 montre les vitesses stabilisées de propagation de fissures pour les trois mélanges. Le rôle joué par le taux de charges est prépondérant dans la résistance à cette propagation et il existe, entre autres, un optimum du taux de charge. On voit aussi que cette vitesse augmente fortement avec l'énergie apportée au matériau. L'émoussement de fissures sera vu plus en détail dans le chapitre 4.

Après avoir présenté les matériaux, passons à la technique de mesure employée, la corrélation d'images numériques.

3 La corrélation d'images numériques

3.1 Principe

La Corrélation d'Images Numériques (CIN) appliquée à la mécanique est une technique consistant en la prise d'images au cours d'un essai à différents stades de chargement afin de retrouver les champs de déplacements à la surface de l'objet filmé ([74]). Le champ d'application lié à ce traitement d'images est très vaste. La précision de la méthode repose surtout sur le contraste important des hétérogénéités (naturel ou artificiel) présentes à la surface de l'objet observé. La mesure de champs, par rapport à la mesure ponctuelle par jauges de déformation, constitue une avancée dans le lien entre les essais et les simulations numériques. Cette avancée découle de la comparaison d'un champ complet plutôt que de quelques valeurs seulement. La corrélation d'images permet cette mesure de champs car elle consiste à comparer, lors d'un essai, des images pour y retrouver des motifs et déterminer leurs déplacements (figure 1.6).

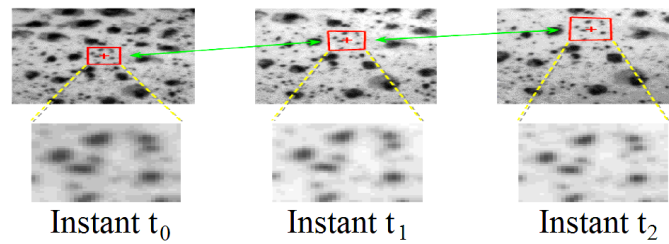


FIGURE 1.6: Illustration du principe de la corrélation d'images. Le déplacement d'un motif est suivi à différents instants.

C'est donc par le biais d'un logiciel de corrélation (CORRELI-Q4 dans notre cas), que l'on arrive à trouver des champs de déplacements et, lorsque les déplacements sont suffisamment grands, des champs de déformation. L'algorithme de corrélation est construit sur la conservation des niveaux de gris entre les images corrélées. Pour déterminer ce champ, on définit la fonction f pour l'image de référence et g pour l'image déformée. On considère que les niveaux de gris des motifs de l'image de référence sont les mêmes sur l'image déformée. Le champ de déplacement pour l'image déformée vaut donc :

$$f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) + b(\mathbf{x}) \quad (1.1)$$

avec (\mathbf{x}) les coordonnées sur l'image du pixel, $b(\mathbf{x})$ le bruit d'acquisition, $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ le champ de déplacements. Le but est donc de minimiser l'écart entre $g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))$ et $f(\mathbf{x})$. Nous faisons l'hypothèse que le bruit de mesure a une contribution négligeable dans la détermination des champs de déplacements. Les fonctions f et g sont toutes deux définies sur un domaine Ω . La résolution de l'équation 1.1 revient à trouver le champ de déplacement qui minimise le résidu de corrélation ϕ^2 tel que :

$$\phi^2(\mathbf{u}) = \iint_{\Omega} [g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) - f(\mathbf{x})]^2 d\mathbf{x} \quad (1.2)$$

L'algorithme consiste à déterminer des approximations successives de \mathbf{u} , $\mathbf{u}^{(n)}$, qui s'approchent progressivement de la solution. A chaque étape, on construit une correction de l'image déformée $g^{(n)}(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}^{(n)}(\mathbf{x}))$ et on calcule la correction de déplacement par linéarisation de l'argument de la fonctionnelle ϕ^2 .

$$\begin{aligned}\phi^2 &\simeq \iint_{\Omega} \left(g^{(n)}(\mathbf{x} + d\mathbf{u}^{(n+1)}) - f(\mathbf{x}) \right)^2 dx \\ &\simeq \iint_{\Omega} \left(g^{(n)}(\mathbf{x}) - f(\mathbf{x}) \nabla g^{(n)} \cdot d\mathbf{u}^{(n+1)} \right)^2 dx \\ &\simeq \iint_{\Omega} \left(g^{(n)}(\mathbf{x}) - f(\mathbf{x}) \nabla f \cdot d\mathbf{u}^{(n+1)} \right)^2 dx\end{aligned}\quad (1.3)$$

On minimise pour obtenir $d\mathbf{u}^{(n+1)}$ puis :

$$\mathbf{u}^{(n+1)} = \mathbf{u}^{(n)} + d\mathbf{u}^{(n+1)} \quad (1.4)$$

À ce stade, nous n'avons pas fait d'hypothèses sur la façon de décrire les champs de déplacements. Or, pour chaque pixel, nous cherchons à déterminer le déplacement suivant x et y tout en ayant une seule information, le niveau de gris. Pour résoudre ce problème mal posé, nous faisons les hypothèses suivantes :

- le champ de déplacements évolue continûment et régulièrement,
- un maillage régulier de type élément finis permet de le mesurer,
- des éléments de type quadrangles bilinéaires sont suffisants,

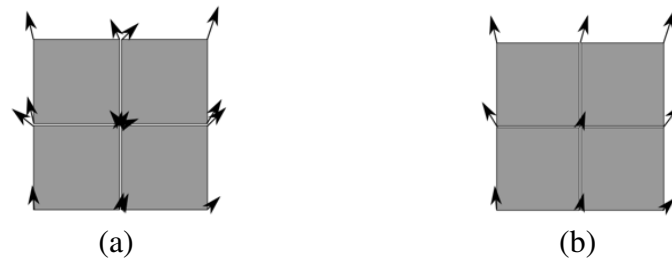


FIGURE 1.7: Approche locale (a) et globale (b) pour la corrélation d'images numériques (CIN)

Différentes stratégies de CIN ont été utilisées pour donner une mesure du champ de déplacements. La plus commune, appelée « locale » (figure 1.7) et utilisée par la plupart des codes commerciaux, se base sur une segmentation de l'image en petites zones, dont chacune est caractérisée par la translation du centre de la zone (exemple Vic©, Aramis©, etc.). Pour afficher les champs de déplacements en tous points, et *a fortiori* ceux de déformations, ces logiciels appliquent une interpolation et un filtrage sur ces données locales. Le code utilisé ici diffère car il utilise une approche « globale » où les champs de déplacements sont décomposés sur une base choisie, leurs amplitudes sont donc déterminés globalement sur toute la région d'intérêt (figure 1.7b). Il a été montré qu'une telle approche est adéquate quand il s'agit de suivre les grandes déformations

sur les matériaux polymères ([15]). Une base pratique contenant des fonctions de forme de type « éléments finis » sur un maillage régulier fixé à l'image est utilisé. Une grille d'éléments carrés bilinéaires est prise ici. L'avantage de cette technique est d'imposer la continuité des déplacements, ce qui réduit dans ce cas les incertitudes de nos mesures.

3.2 Approche globale

Les champs de déplacements sont réécrits sur une base de type éléments finis. Pour chaque élément Ω_e , on a le déplacement $\mathbf{u}^e(\mathbf{x})$ tel que :

$$\mathbf{u}^e(\mathbf{x}) = \sum_{i=1}^4 \sum_{\alpha} a_{\alpha i} N_i(\mathbf{x}) \mathbf{e}_{\alpha} \quad (1.5)$$

N_i constituent les fonctions de formes dans l'espace de référence, a_{ij} correspondent aux déplacements nodaux et \mathbf{e}_{α} le vecteur unité suivant la direction α . Les amplitudes à l'itération n de l'algorithme sont notées $\mathbf{a}^{(n)}$ et les corrections ($d\mathbf{x}d\mathbf{u}^{(n)}$) sont notées $d\mathbf{a}^{(n)}$. Dans notre cas ces fonctions sont $(\xi - 1)(\eta - 1)$, $(\xi - 1)\eta$, $\xi(\eta - 1)$ et $\xi\eta$ pour un élément de référence carré dans un espace orthonormé (ξ, η) . L'équation 1.3 peut se réécrire en englobant tous les éléments du domaine Ω . Nous cherchons donc à minimiser un résidu ϕ^2 pour l'ensemble du maillage tel que :

$$\phi_n^2(d\mathbf{a}^{(n+1)}) = \iint_{\Omega} \left[\sum_{i=1}^4 d\mathbf{a}^{(n+1)} N_i(\mathbf{x}) \cdot \nabla_{\alpha} f(\mathbf{x}) \mathbf{e}_{\alpha} + g^{(n)}(\mathbf{x}) - f(\mathbf{x}) \right]^2 d\mathbf{x} \quad (1.6)$$

La minimisation de ϕ_n^2 par rapport aux inconnues $d\mathbf{a}^{(n)}$ conduit au système linéaire suivant :

$$M_{\alpha k \beta j} d a_{\beta j}^{(n+1)} = b_{\alpha k}^{(n)} \quad \text{soit} \quad \mathbf{M} d\mathbf{a}^{(n+1)} = \mathbf{b}^{(n)} \quad (1.7)$$

Avec $M_{\alpha k \beta j}$ et $b_{\alpha k}$ définis par :

$$\begin{cases} M_{\alpha k \beta j} &= \iint_{\Omega} [N_j(\mathbf{x}) N_k(\mathbf{x}) \partial_{\alpha} f(\mathbf{x}) \partial_{\beta} f(\mathbf{x})] d\mathbf{x} \\ b_{\alpha k} &= \iint_{\Omega} [f(\mathbf{x}) - g^{(n)}(\mathbf{x})] N_k(\mathbf{x}) \partial_{\alpha} f(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \end{cases} \quad (1.8)$$

Cette approche est détaillée par Besnard *et al.* [5]. La difficulté spécifique liée à l'utilisation de la CIN pour des matériaux hyper-élastiques est que les très grandes déformations du matériau peuvent empêcher la bonne détermination du champ de déplacements ([7, 53, 71]).

Plus récemment, Le Cam passa en revue les défis et limitations des mesures de champs appliquées aux grandes déformations des élastomères [52]. Dans le cas des marquages artificiels, le défi est de faire tenir ce marquage sur une large plage de déformations. Nous avons utilisé du Talc en nous basant sur un étude menée par Mzabi durant sa thèse [61]. Ceci entraîne un certain temps de préparation des échantillons ainsi que la nécessité

de pouvoir dire, *a priori*, si le marquage donnera la précision souhaitée. Un autre défi est de réactualiser l'image de référence le moins souvent possible pour limiter le cumul d'erreurs.

Pour surmonter cette difficulté, les images sont prises à un intervalle de temps suffisamment petit entre elles. Typiquement, cet intervalle est choisi pour avoir un incrément total de l'ordre de 2 à 3% en déformation dans le sens de traction.

De plus, le logiciel CORRELI-Q4 donne la possibilité de se définir une région d'intérêt (ou ROI pour Region Of Interest) réduisant ainsi les calculs à la partie intéressante de l'image pour l'utilisateur.

Dans cette région d'étude, un maillage est apposé pour avoir un calcul de type « éléments finis » et la continuité des déplacements est imposée. Ce maillage est composé d'éléments de tailles définies par l'utilisateur. Le choix de la taille des éléments est guidé par des outils de prétraitement fournis dans le logiciel. Pour voir plus en détail cette approche, nous allons prendre un exemple.

3.3 Exemple

La première étape dans le prétraitement consiste à caractériser la qualité de l'image par rapport à la corrélation d'images numérique. Dans cet exemple, nous prenons une image de fissure dans un élastomère peu chargé (figure 1.8a), nommé *2CB_8NC*. La composition de ce matériau est donnée dans le tableau 1.1. Les analyses sont effectuées sur une région d'intérêt dans laquelle il n'y a pas de fissure pour ne pas fausser les résultats (figure 1.8b).

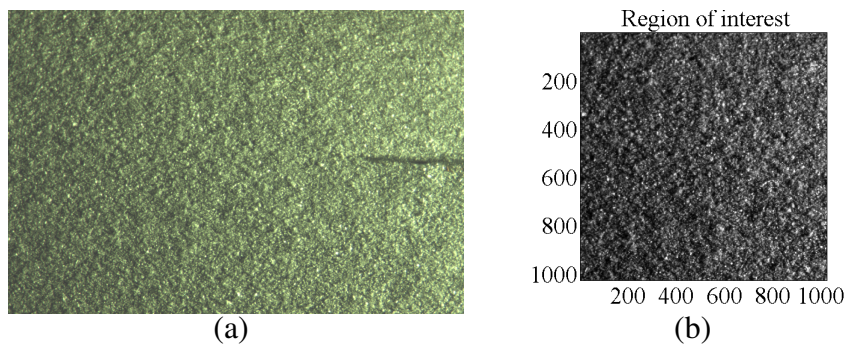


FIGURE 1.8: Image de référence (a) et région d'étude (b).

On peut ainsi afficher l'histogramme des niveaux de gris de cette ROI afin de voir si l'on exploite toute la dynamique du capteur (figure 1.9). Nous constatons qu'une large gamme de niveaux de gris est représentée.

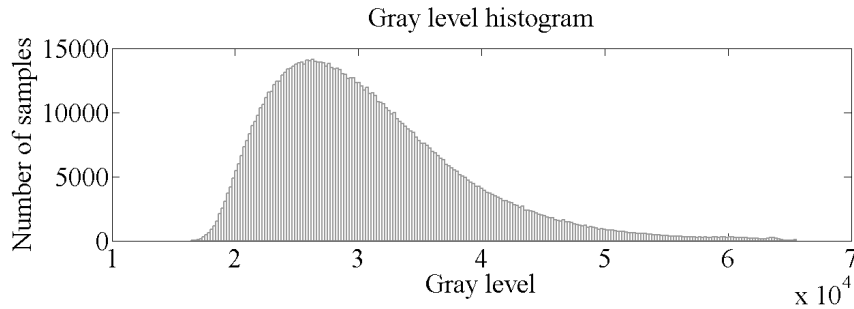


FIGURE 1.9: Histogramme des niveaux de gris de la figure 1.8b. La dynamique de l'image est de 16 bits soit 65536 niveaux de gris

Ensuite, il s'agit de voir s'il y a suffisamment de fluctuations des niveaux de gris dans des tailles variables d'images (ou ZOI pour « Zone Of Interest »). Nous nous sommes fixé 1% de la dynamique de l'image comme critère en fluctuation. Nous voyons figure 1.10a que ce critère est rempli pour toutes les ZOI dès qu'elles ont une taille de 16×16 pixels². Nous pouvons aussi regarder si les taches ne sont pas trop grandes par rapport aux éléments. Nous voyons figure 1.10b que ce critère est presque pleinement rempli à partir d'éléments de 16×16 pixels².

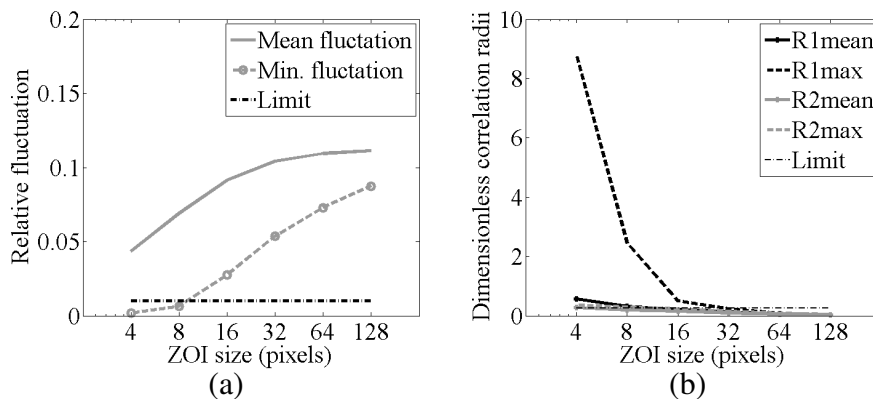


FIGURE 1.10: Fluctuation (a), normée par la dynamique de l'image, en fonction de la taille des ZOI, pour la figure 1.8b. La courbe grise en trait plein représente la moyenne et celle en tiret représente la ZOI ayant le moins de fluctuation de ses niveaux de gris. La limite est fixée à 1% de la dynamique de l'image. Longueur de corrélation (b), adimensionnée par la taille de ZOI, en fonction de la taille des éléments. La section de la fonction de corrélation est approximée par une ellipse avec donc deux rayons (R1) et (R2), en moyenne (mean) et au maximum (max). La limite est fixée au quart de la taille de ZOI.

Enfin, un autre outil nous permet d'avoir une évaluation de l'incertitude en déplacement pour différentes tailles d'élément. Cet outil se base sur un calcul de corrélation d'images entre la région d'intérêt (figure 1.8b) et la même image décalée d'un demi

pixel suivant les lignes et les colonnes. Ce décalage se fait dans l'espace de Fourier. Nous voyons figure 1.11 une décroissance rapide de l'incertitude en fonction de la taille d'élément. Pour des éléments de 16×16 pixels², l'incertitude théorique sur la détermination des déplacements est de 0,01 pixel.

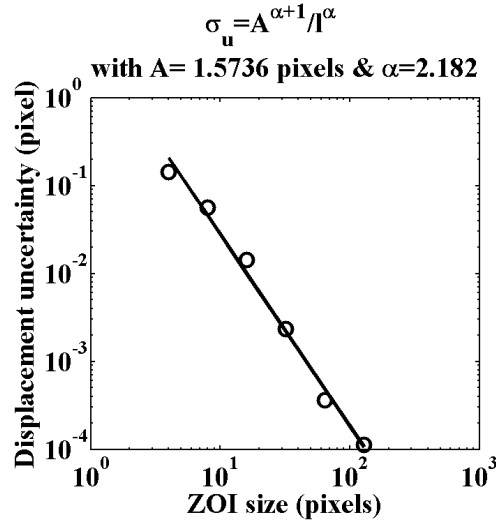


FIGURE 1.11: Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément. La région prise pour calculer cette incertitude exclue la fissure.

On observe dans un repère logarithmique une décroissance linéaire entre l'incertitude et la taille des éléments pris pour le calcul de corrélation d'images. On peut ainsi écrire une relation simple entre l'incertitude (σ_u) et la taille des éléments (l) telle que :

$$\sigma_u = \frac{A^{\alpha+1}}{l^\alpha} \quad (1.9)$$

Pour chaque texture, on identifie A et α . Par la suite, nous ne montrerons que cette courbe pour caractériser la qualité du marquage. Il va sans dire que nous utilisons systématiquement ces outils de prétraitement avant les essais.

4 Conclusion

Dans ce chapitre il a été présenté le contexte, les matériaux et outils nécessaires aux études réalisées après. Cette étude est inscrite au sein du projet AMUFISE dans une démarche de compréhension des mécanismes d'endommagement et d'identification de paramètres de modèles constitutifs. Elle porte sur des matériaux modèles dont la formulation est simple et dont les caractéristiques mécaniques sont bien connues. Ces matériaux sont toutefois très proches de ceux utilisés par Michelin. Il est aussi impératif d'utiliser des techniques de mesures comme la corrélation d'images numérique permettant de tirer meilleur parti d'essais couramment réalisés, voire même d'essais que nous allons développer. C'est ainsi par la mise en place de méthodologies que d'une part nous améliorerons ce que l'on peut apprendre d'essais classique comme la traction sur éprouvettes haltères et ensuite nous passerons par des essais sur éprouvettes trouées afin de nous rapprocher de l'étude finale sur des fissures.

Le chapitre qui suit présente la première étude menée sur la variation de volume d'un élastomère chargé soumis à de la traction uniaxiale.

Chapitre 2

Variation de volume

Nous avons introduit dans la première partie les matériaux ainsi que l’outil principal de mesure, la corrélation d’images numériques. Nous allons voir maintenant comment nous pouvons utiliser cet outil pour améliorer nos connaissances des matériaux en mesurant la variation de volume lors du cyclage d’un élastomère chargé. Nous allons voir la méthode mise en place pour le protocole d’essai et le traitement des résultats ainsi que les interprétations de ceux-ci.

Sommaire

1	Introduction	18
2	État de l’art	20
2.1	Essais mécaniques	20
2.2	Autres études	21
3	Méthode	22
3.1	Essais mécaniques	22
3.2	Analyse par CIN	25
3.3	Vérification des déformations induites par les déplacements hors plan	26
3.4	Calcul des déformations à partir des champs de déplacements	31
4	Résultats	32
5	Interprétation et discussion	35
5.1	Informations additionnelles	35
5.2	Discussion	35
6	Conclusion et perspectives sur la variation de volume dans les élastomères fortement chargés	37

1 Introduction

L'incompressibilité est une hypothèse couramment utilisée pour décrire le comportement mécanique des élastomères chargés ou non-chargés dans la plupart des essais et des modèles.

Cette hypothèse est confortée par le fait que le module d'incompressibilité est d'un ordre de grandeur trois fois supérieur au module de cisaillement.

Pourtant, depuis le début du 20^{ème} siècle, des variations de volumes notables ont été relevées dans les élastomères chargés, et cela pour une courbe de première traction ([43]). Ces variations sont attribuées aux décohésions entre chaînes et charges ou encore à de la cavitation dans la matrice polymère ([43, 66]).

Malgré ces observations, il devint couramment accepté, en mécanique des milieux continus, d'utiliser l'allongement longitudinal uniquement et de supposer l'incompressibilité afin d'estimer la réponse en contrainte / déformation d'un élastomère lors d'un essai de traction uniaxiale. Cette hypothèse rend difficile l'étude de l'endommagement et peut contredire la mesure réelle de la loi de comportement.

Avec le développement de caméras et de l'acquisition de données, la mesure de la déformation fût améliorée en la relevant au cours de l'essai, directement sur l'échantillon, dans la direction longitudinale et transversale. Ceci peut se réaliser avec l'extensométrie vidéo ([37, 76]) ou par la corrélation d'images numériques ([51]). En utilisant ces techniques couplées à l'hypothèse d'isotropie transverse, des auteurs ont reporté des variations de volumes réversibles et non-négligeables ([51]), mais en désaccord avec les mesures par dilatométrie ([43, 32, 59, 72]). Ces dernières, très sensibles, donnent une variation négligeable du volume pour les élastomères non chargés et des variations notables pour les caoutchoucs chargés durant la première traction. Dans le cas des élastomères chargés, les éprouvettes de traction uniaxiale sont découpées à l'emporte-pièce dans des plaques calandrées. Diani et al. ([21]) ont montré expérimentalement une anisotropie possible dans le plan de la plaque. Cette anisotropie est par conséquent prise en compte en précisant le sens de calandrage sur les plaques.

Par ailleurs, la possibilité d'une anisotropie dans l'épaisseur à été très peu étudiée pour des raisons évidentes de difficultés expérimentales. Il faut tourner l'éprouvette pour ne pas être gêné par les montants. Cela nécessite aussi de synchroniser deux instruments de mesures sur deux faces perpendiculaires, regardant la même zone. Il faut enfin recoller proprement les mesures entre elles. Cependant, le matériau subit une forte compression dans cette direction due au procédé de fabrication, et l'isotropie transverse reste donc à prouver.

Le but de cette étude est d'observer les champs de déformations suivant les trois directions spatiales (longitudinale, transverse et suivant l'épaisseur) au cours d'un essai cyclique de traction uniaxiale afin d'analyser les variations de volume de la façon la plus précise possible. Cette mesure de variation de volume peut nous permettre de mieux comprendre les mécanismes conduisant à l'adoucissement Mullins qui intervient dans les élastomères chargés au cours du premier cycle de chargement ([59]).

D'autre part, il est intéressant de souligner le caractère innovant, à notre connaissance,

de cette méthodologie pour des mesures de variations de volume.

Nous utilisons la Corrélation d'Images Numériques (CIN) ([74]) pour avoir une estimation quantitative des déplacements et de leurs gradients sur une région d'intérêt. La CIN a déjà été utilisée pour étudier les grandes déformations avec des élastomères ([15, 51, 62]). Des études ont été réalisées en incluant l'observation de deux surfaces libres avec une seule caméra et un prisme optique ([36]) ou de deux caméras regardant deux faces avec de la stéréo-corrélation ([36]). Pourtant, la vue de côté et les distorsions optiques combinées aux déformations inhomogènes que l'on peut rencontrer en cas de striction entraînent une précision limitée sur l'évaluation de ces déformations.

Dans cette étude, deux caméras différentes mais synchronisées sont utilisées pour mesurer la déformation moyenne sur deux surfaces libres orthogonales et dans une région qui est sollicitée de façon homogène. Ceci permet une incertitude minimale sur la mesure. La principale difficulté de l'approche proposée est de pouvoir gérer les grands déplacements ainsi que leurs gradients, (point faible en général de la CIN) afin d'accéder à une déformation volumique de faible amplitude par rapport aux déplacements. Une approche globale de la CIN nous apporte la précision nécessaire pour détecter et mesurer les déformations de dilatation.

Après un bref état de l'art, nous parlerons de la composition du mélange utilisé et décrirons le protocole expérimental avec les vérifications effectuées pour valider la technique de mesure. Nous exposerons enfin les résultats obtenus et les conclusions que nous en tirons.

2 État de l'art

2.1 Essais mécaniques

Les mesures de variation de volume lors de la déformation de matériaux quasi incompressibles ne sont ni faciles ni courantes. Elles ont été principalement réalisées grâce à de la dilatométrie ou de la vidéo-extensométrie. Pour les mesures de dilatométrie, les échantillons sont plongés dans un liquide ne diffusant pas dans le matériau (souvent de l'eau) et dans une cellule. La variation de volume de l'éprouvette est alors mesurée au cours de l'étirement en notant le déplacement d'un ménisque dans un capillaire relié à la cellule. ([32, 38, 43, 47, 59, 72]). En utilisant cette technique, Jones et Yiengst ([43]) mesurent les variations de volume dans un caoutchouc naturel chargé lors de la première traction et montrent que cette variation est due à des cavités se formant à l'interface matrice-charge. A l'opposé, le caoutchouc non-charge ne présente que de très faibles variations de volume, moins de 0,2% pour un allongement de 200%, dans des conditions similaires ([32]).

Mullins et Tobin ([59]), ont effectué des mesures de variation de volume sur des élastomères chargés non-cristallisants sur des échantillons ayant déjà subi de la traction. Ils ont noté des variations de l'ordre de 10^{-3} pour une déformation moyenne de 400%. Shinomura et Takahashi ([72]) ont mesuré sur des élastomères de butyle chargés et de SBR chargé des variations de volume. Ils ont étudié les effets du type de charges, du taux de charge (20, 50 et 70 pce) ainsi que des conditions de vulcanisation. Ils ont relevé une augmentation de la variation de volume sous étirement avec l'augmentation du taux de charges. Mais de façon plus intéressante, ils ont remarqué un seuil en allongement entre 2,4 et 1,6 en dessous duquel ils ne relevaient pas de variation de volume pour les mélanges à 20 et 50 pce de taux de charges respectivement. Les mesures par dilatométrie sont d'une précision redoutable car des variations de l'ordre de 10^{-5} peuvent être détectées ; pourtant il est nécessaire d'attendre plusieurs minutes afin de laisser le dilatomètre s'équilibrer, ceci rend impossible des mesures dynamiques. Les échantillons peuvent aussi être placés dans une chambre contenant du gaz reliée à une autre chambre de référence par un capteur de pression. Chenal et al. ([14]) ont utilisé un appareil de Farris pour mesurer la variation de volume d'une éprouvette de caoutchouc naturel chargé. Ils ont relevé une dilatation de 4% pour une traction de 200% durant un essai cyclique. Pour le caoutchouc naturel, la cavitation et la cristallisation entrent en compétition dans cette variation de volume, cette difficulté supplémentaire rend toute interprétation physique délicate. En effet, la formation de cavités augmente le volume alors que la cristallisation sous tension densifie le matériau localement et donc réduit le volume.

Avec l'utilisation de plus en plus courante de la vidéo-extensométrie pour avoir une mesure locale de la déformation de matériaux de type élastomère, certains auteurs se sont servis de cette technique pour mesurer les variations de volume. Layouni et al. ([50]) ont peint sept marqueurs sur une face d'une éprouvette en élastomère chargé et ont extrait les variations de volumes sous traction en supposant le matériau initialement isotrope. Ils ont relevé une variation de près de 14% pour des échantillons étirés à 300% de déformation.

Le Cam et Toussaint ([51]) firent le même type de mesures mais en utilisant la CIN. Ils obtinrent des champs de déplacements sur la face de leurs échantillons et ont supposé une isotropie transverse pour estimer la variation de volume. Ils ont conduit des essais sur des échantillons de SBR chargés à 34 pce découpés dans des plaques moulées de 2 mm d'épaisseur. Ils n'ont pas relevé de différence notable entre le premier cycle, où le matériau montre de l'adoucissement Mullins, et les autres cycles. D'après leurs résultats, la variation de volume (de 9% pour 200% de déformation) est linéaire en fonction de l'allongement et n'est pas reliée à l'adoucissement Mullins.

2.2 Autres études

Les élastomères peuvent augmenter leur volume apparent via de la cavitation interne ce qui peut se décrire comme une séparation de phase. Un tel phénomène, prévisible par minimisation d'énergie ([3, 23, 39]), arrive dans les zones où la dépression dépasse un certain seuil. Des expériences sur des liquides, Fisher et Briggs montrent qu'en l'absence d'impuretés, le seuil de cavitation est piloté par les forces de Van der Waals([27, 9, 10]). Dans les élastomères, par ailleurs, la nucléation apparaît sur les défauts, et l'on observe en général une expansion des cavités lorsque la contrainte augmente au delà du module d'Young. Dans les élastomères homogènes, un certain niveau de contraintes triaxiales est nécessaire à la nucléation de cavités ([40]) ainsi qu'à leur augmentation de volume à une échelle macroscopique ([29, 20, 18]).

Pourtant, les cavités peuvent aussi se former sous chargement uniaxial lorsque le matériau présente suffisamment d'hétérogénéités créant des zones locales de confinement pouvant servir de sites de formation des cavités. Deux cas ont été étudiés plus précisément : la cavitation dans des particules d'élastomères dispersées dans une matrice thermoplastique ([11, 54, 28, 2]) et la cavitation dans les élastomères chargés avec des inclusions

Pour avoir des informations sur la taille des cavités, les méthodes utilisant la diffusion de rayonnement aux petits angles sont particulièrement adaptées pour détecter un très grand nombre d'hétérogénéités de densité de petites tailles. Les cavités dans les élastomères ont été détectées par des méthodes de diffusion soit de lumière visible ([66]), soit de rayons X ([7, 71]). Dans les deux cas, l'augmentation du signal total diffusé est utilisé qualitativement pour détecter la création de cavités. Dans des articles récents, Zhang *et al.* ont étudié en détail la diffusion du matériau utilisé dans notre étude et ont montrés que des nanocavités (de taille 20 à 50 nm) apparaissent en grande quantité quand la contrainte vraie ($\frac{F}{S}$) dépasse à peu près 25 MPa ([77]). Le but de notre étude est de comparer ces résultats avec des mesures macroscopiques sur le même matériau.

3 Méthode

3.1 Essais mécaniques

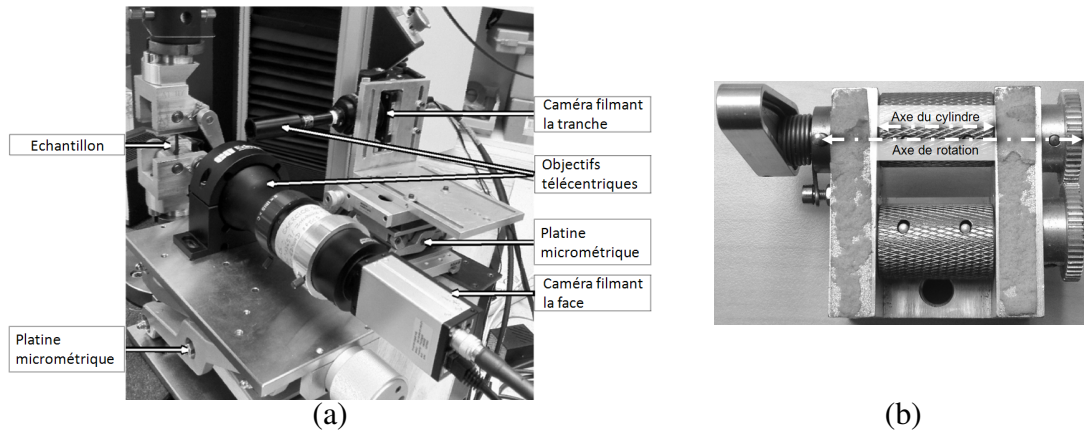


FIGURE 2.1: Protocole expérimental. Deux caméras équipées d'objectifs quasi télécentriques, sont montées sur des platines de translation verticale à pas micrométriques et filment la face et la tranche de l'échantillon (a). Mors auto-serrant composés de deux cylindres excentrés (b).

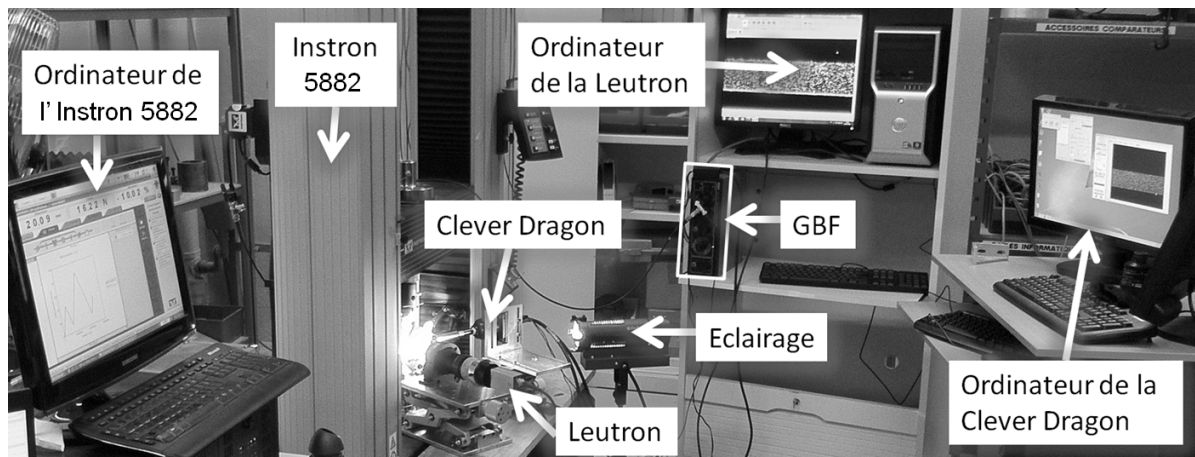


FIGURE 2.2: Montage expérimental. Trois ordinateurs et un générateur basses-fréquences (GBF). Les ordinateurs contrôlent la machine de traction Instron 5882 ainsi que les caméras « Clever Dragon » (filmant la face) et « Leutron » (filmant la tranche). Le GBF envoie son signal aux caméras pour les déclencher et à l'ordinateur de l'Instron pour qu'il soit enregistré avec les signaux d'effort et de déplacement.

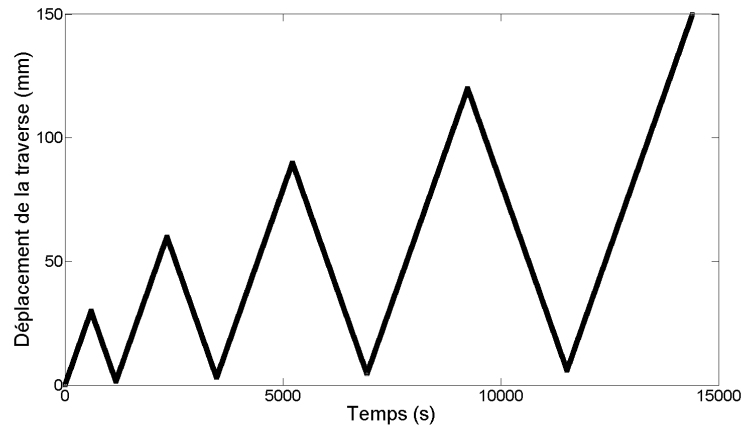


FIGURE 2.3: Courbe montrant le déplacement dans la direction de traction du mors du haut en fonction du temps.

L'essai de traction uniaxiale consiste en des cycles de charge et de décharge d'amplitude croissante tel que montrés sur la figure (2.3). La distance initiale entre mors est initialement de 30 mm. Étant donné que le pilotage se fait sur le déplacement de la traverse, les cycles de chargement augmentent de 30 mm à chaque cycle jusqu'à rupture de l'échantillon.

L'essai a été réalisé au LMT-Cachan (figure 2.2) sur une machine électromécanique de marque Instron (modèle 5882). La cellule d'effort pouvant accueillir les mors auto-serrants a une capacité de 100 kN, ce qui est surdimensionné pour l'essai, mais ne cause cependant pas de difficultés dans notre cas. En effet, notre étude porte sur la variation de volume lors d'un essai piloté en déplacement et non en effort. Les échantillons sont en forme d'haltères, découpées dans le sens du calandrage et ayant une longueur utile de 50 mm figure (2.4). La partie centrale fait 4 mm de large pour 2.5 mm d'épaisseur. L'éprouvette est placée dans des mors auto-serrants (figure 2.1b). Les longueurs sont donc $L = 75$ mm, $l_0 = 20$ mm et $h_0 = 12.5$ mm. Cette géométrie permet d'assurer un état de contrainte homogène dans la partie centrale (entre les pastilles). Soulignons qu'aucune accommodation des échantillons ne fut faite avant l'essai. Le matériau est donc testé dans son état de fabrication. Le seul chargement vu par l'échantillon est celui du découpage, qui a été réalisé avec précaution.

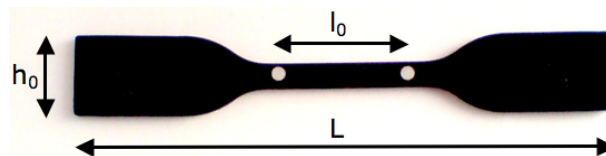


FIGURE 2.4: Type d'éprouvette utilisée pour l'essai. Éprouvette haltère ayant la norme ISO 527-2.

Comme nous pouvons le voir sur la figure 2.5, un mouchetis est déposé sur la surface de l'échantillon. La méthode consiste à d'abord nettoyer la surface de l'échantillon

avec un peu d'éthanol pour retirer les poussières et avoir une surface dont la couleur est la plus homogène possible. Le marquage ne doit pas interférer avec le comportement du matériau, et doit pouvoir se déformer au moins autant que celui-ci sans se décoller. C'est pourquoi une fine poudre blanche de talc a été déposée sur cette surface. La poudre colle à la surface grâce aux interactions de Van der Waals qui sont ici suffisantes pour leur maintien à la surface durant tout l'essai. Le but est d'avoir une surface dont la répartition des taches est homogène. La figure (2.5) montre les surfaces observées ainsi que les mouchetis de ces surfaces.

En plus de la machine d'essais, nous utilisons deux caméras observant respectivement la face (modèle Clever Dragon de marque Toshiba Teli) et la tranche (modèle Leutron) de l'éprouvette. Elles serviront à mesurer les déplacements et les déformations dans la direction de traction et dans les directions transverses. Cette mesure nous donnera l'état de déformation de l'éprouvette dans les trois directions.

Afin de réduire les effets dus aux déplacements hors-plan sur les mesures des champs de déplacements ([16]), des objectifs quasi-télécentriques ont été montés sur les deux caméras. Nous avons montré figure (2.1) le protocole expérimental. La caméra de face prends des images de 4096×1400 pixels tandis que celle filmant la tranche était limitée à 800×1040 pixels. La taille physique des pixels est respectivement de 3.5 et $6.2 \mu\text{m}$ pour la face et la tranche de l'éprouvette. Un total de 2400 images furent enregistrées par chaque caméra.

Pourtant, à cause des grands déplacements durant l'essai et du repositionnement manuel de la zone observée, toutes les images n'ont pu être exploitées. En effet, si l'une des caméras à été repositionnée mais pas l'autre, on élimine la paire, et si le repositionnement se fait pendant la prise d'image, on élimine la paire. Enfin, les déplacements entre deux images consécutives étant petits, seules une image sur trois en moyenne à été analysée. Un peu plus de 700 paires d'images ont donc été utilisées pour l'analyse de la déformation dans notre étude.

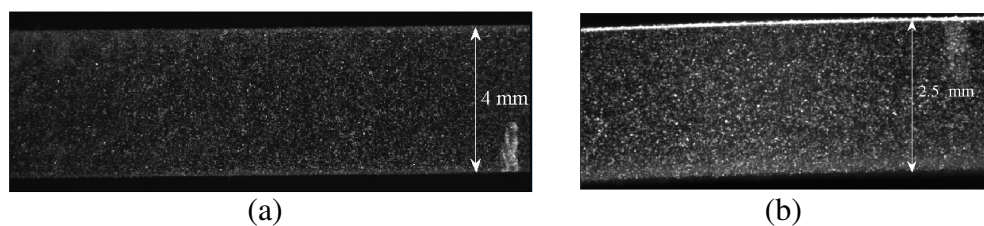


FIGURE 2.5: Image prise au début de l'essai par la caméra filmant la face (a) et celle filmant la tranche (b).

Au vu des grandes déformations mesurées, les caméras ont du être fixées sur des platines de translation verticale à pas de vis micrométrique (figure 2.1). Sans ce dispositif, la zone observée sortirait très vite de leur champ de vision. Le repositionnement des caméras fut limité au strict minimum. Des marques spécifiques ont été mises sur la face et la tranche afin de suivre de façon grossière le mouvement de la zone observée. L'analyse par CIN nous donnera les valeurs de translation afin de re-cadrer les images pour l'ana-

lyse. De plus, des images ont été prises avant et après le repositionnement des caméras pour vérifier qu'aucun artéfact de déformation ne serait dû à ces mouvements.

Pour synchroniser les caméras, un générateur à basses fréquences (GBF) avec un signal en créneau a été utilisé. Ce type de signal est utilisé pour avoir un déclenchement précis des caméras. Celles-ci se déclenchent lorsque le signal passe d'une tension négative à positive. Par ailleurs, il faut pouvoir synchroniser la prise d'images avec le pilotage de la machine lors du dépouillement. De ce générateur sortent donc trois câbles, un pour chaque caméra et le troisième est dirigé vers la machine Instron afin d'enregistrer le signal du GBF au cours de l'essai. Le fichier de sortie du logiciel BlueHill qui pilote la machine contient donc le déplacement, la force et la prise d'images en fonction du temps. Le résultat est la courbe suivante où à chaque point de la courbe correspond une prise d'image (figure 2.6).

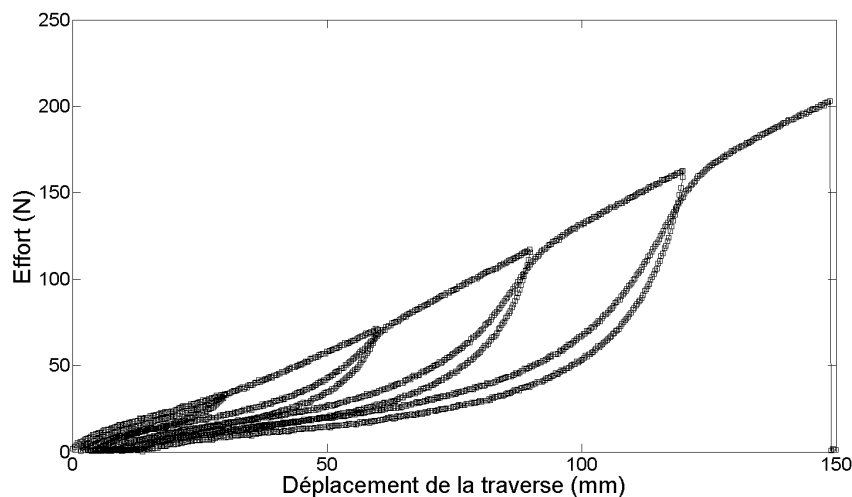


FIGURE 2.6: Courbe Force en fonction du déplacement de la traverse. Chaque point de la courbe correspond à une prise d'image. Il y a 2400 images prises pour cet essai.

3.2 Analyse par CIN

La difficulté spécifique liée à l'utilisation de la CIN pour des matériaux hyperélastiques est que les très grandes déformations du matériau peuvent empêcher la bonne détermination du champ de déplacements ([7, 53, 71]). Pour surmonter cette difficulté, les images sont prises à un intervalle de temps suffisamment petit entre elles. Typiquement, cet intervalle est choisi pour avoir un incrément total de l'ordre de 2 à 3% en déformation dans le sens de traction.

De plus, l'image de référence est régulièrement actualisée (les déplacements sont calculés entre le temps t_i et le temps t_j avec $t_j - t_i < 50$ images). Nous ne traitons que des paquets d'images inférieurs à 50 images avec la même image de référence à chaque fois. Les séries résultant des actualisations peuvent être combinées pour obtenir le déplacement absolu par rapport à l'image initiale.

Il ne nous est pas nécessaire de cumuler les déplacements sachant qu'ils ont une description simple et que seule la dérivée de ces déplacements nous intéresse. Ce gradient peut être obtenu directement et l'on vérifie que les champs de déplacements sont homogènes. D'autres choix étaient possibles, le premier consistant à lancer un calcul sur toutes les images en prenant comme référence l'image précédente. Cela permet de garder un grand nombre d'éléments mais entraîne un cumul des incertitudes plus important que la méthode utilisée. Pour valider le caractère homogène des champs de déplacements dans la partie observée, nous les récupérons et nous les analysons.

La cinématique de l'essai est simple (une déformation uniforme sur le domaine observé), d'où l'utilisation d'éléments de grande taille dans cette étude (64×64 pixels). Ceci conduit à de faibles incertitudes sur les déplacements mesurés. Même si un élément unique aurait été suffisant pour déterminer la déformation uniforme, la région d'intérêt a été partitionnée en quelques éléments afin de s'assurer de l'homogénéité des déplacements et donc des déformations.

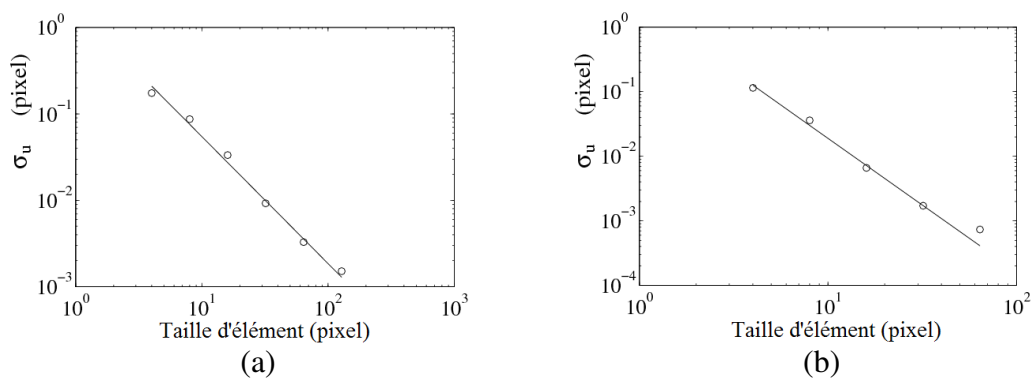


FIGURE 2.7: Incertitude sur les déplacements mesurés en fonction de la taille des éléments pour les images de face (a) et de tranche (b)

La première étape de l'analyse consiste en une estimation a priori de l'incertitude sur les déplacements et sur l'évaluation des déformations. Cette dernière dépend du mou-chetis et de la taille d'élément choisi. Pour les deux séries d'images, les incertitudes de déplacements dues à la CIN ont été évaluées à 10^{-3} pixel, et l'incertitude sur la déformation à 10^{-5} . Le changement de la texture ainsi que le bruit des capteurs peuvent entraîner des valeurs supérieures d'incertitude (figure 2.7).

3.3 Vérification des déformations induites par les déplacements hors plan

Une autre étape fût de vérifier que les mesures de champs de déplacements et de déformations ne sont pas affectées par des déplacements parasites. Ainsi on caractérise les distorsions des objectifs montés sur les caméras. Il s'agit de vérifier si les déplacements

hors plans lors de l'essai n'ont pas de conséquences trop importantes sur les champs mesurés. Ces déplacements hors plan sont issus de la réduction de section du matériau, ils sont dans le cas le plus défavorable de l'incompressibilité égaux à $\frac{e}{2\sqrt{\lambda}}$. Avec e l'épaisseur et λ l'allongement dans la direction principale. Pour la largeur faisant 4 mm, cela représente 1 mm de déplacement hors plan pour un $\lambda = 4$. Dans notre cas, le grandissement associé à ce déplacement hors plan est tracé dans la figure (2.11).



FIGURE 2.8: Montage utilisé pour mesurer l'influence d'un déplacement hors plan de la caméra Clever Dragon avec son télécentrique sur la mesure des champs de déplacements. La caméra est placée sur une platine de translation dont la précision est d'un micromètre. Le même montage a été utilisé pour mesurer l'influence d'un déplacement hors plan avec la caméra Leutron.

Le montage utilisé lors de l'essai est placé sur une platine de translation à pas micrométrique. Chaque tour de vis ne représente que 0.5 mm et la vis est graduée à chaque dizaine de micromètres. On commence par faire une mise au point du système en évaluant les deux réglages extrêmes de la plage de netteté. On se place au centre de cette zone et l'on rapproche puis on éloigne la caméra de la plaque sur laquelle on a placé un mouchetis de peinture. Les photos sont prises tous les 100 micromètres. Les figures (2.9 et 2.10) montrent les photos obtenus pour le montage avec la Clever Dragon et celui avec la Leutron.

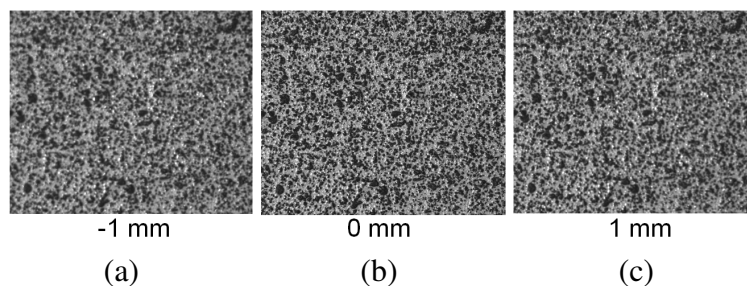


FIGURE 2.9: Images prises pour le montage avec la caméra « Clever Dragon » en s'éloignant de 1 mm (a), à la mise au point (b), et en s'approchant de 1 mm (c).

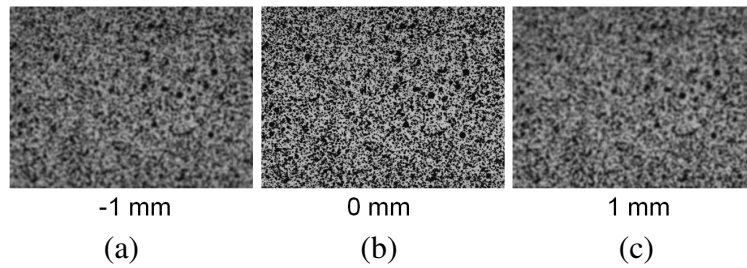


FIGURE 2.10: Images prises pour le montage avec la caméra « Leutron » en s'éloignant de 1 mm (a), à la mise au point (b), et en s'approchant de 1 mm (c).

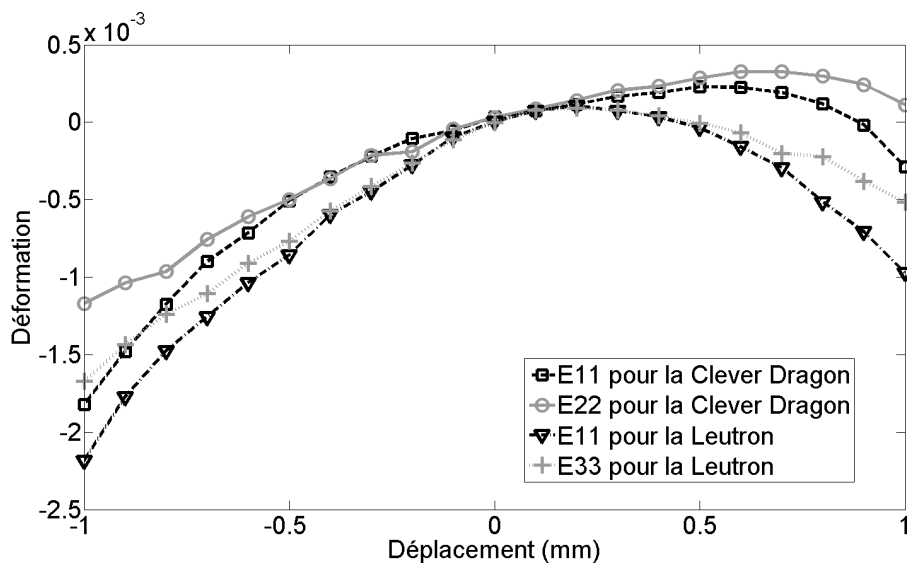


FIGURE 2.11: Déformation moyenne mesurés par corrélation d'images numériques en fonction du déplacement hors plan. Les deux caméras ont été mises sur un banc spécifique avec les mêmes objectifs quasi télécentriques que lors de l'essai sur l'élastomère.

Comme nous pouvons le voir, le grandissement induit par les déplacements hors plan est de l'ordre de 10^{-3} . Le grandissement $E11$ est celui dans la direction de traction, pour la « Clever Dragon » et la « Leutron ». Les grandissements $E22$ et $E33$ correspondent aux directions transverses pour la Clever Dragon et la Leutron. On constate que ces grandissements sont très proches les uns des autres. La zone de netteté, que nous avons maintenue durant l'essai, se situe entre -0.5 mm et 0.5 mm. Pour garder la mise au point durant l'essai, les caméras ont été placées le plus près possible de la surface de l'échantillon, tout en restant dans la zone de netteté. Ceci revient à rapprocher les caméras de 0.5 mm. Ainsi, lorsque l'éprouvette est sollicitée, les plans observés s'éloignent tout en restant nets. Pour le cas le plus défavorable de l'essai qui est l'allongement à rupture, $\lambda < 4$. Le déplacement maximal hors plan attendu pour un matériau incompressible est inférieur à 1 mm par rapport à l'image de référence. Ce déplacement hors plan se voit mieux sur les figures (2.12 et 2.13).

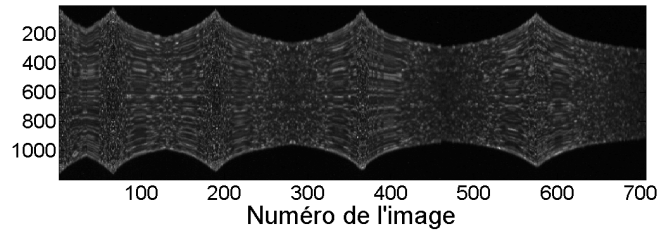


FIGURE 2.12: Coupe de l'éprouvette pour chaque image du calcul prise par la Clever Dragon. Les pixels ont une taille physique de 3.5 micromètres.

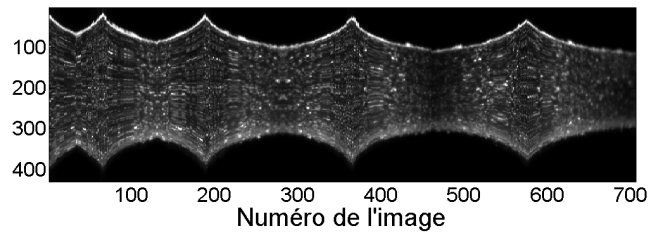


FIGURE 2.13: Coupe de l'éprouvette pour chaque image du calcul prise par la Leutron. Les pixels ont une taille physique de 6.2 micromètres.

En observant la figure 2.12 on a une information sur le déplacement hors plan de la caméra Leutron. De même, en observant la figure 2.13, on a une information sur le déplacement hors plan de la caméra Clever Dragon. Plus précisément, ces déplacements hors plan sont exprimés en pixels dans les figures (2.14 et 2.15).

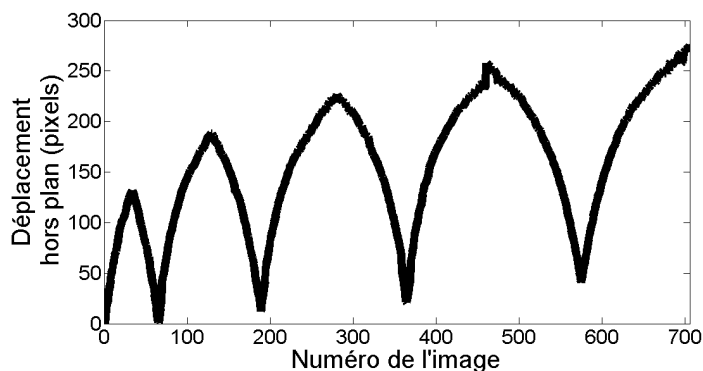


FIGURE 2.14: Déplacements hors plan relevés sur la caméra Clever Dragon en fonction du numéro de l'image.

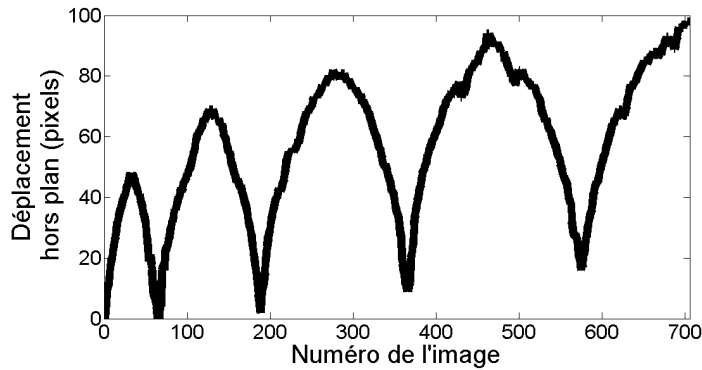


FIGURE 2.15: Déplacements hors plan relevés sur la caméra Leutron en fonction du numéro de l'image.

On en déduit l'évolution du grandissement induit par ces déplacements hors plan durant l'essai. Les figures suivantes (2.16 et 2.17) montrent ces évolutions. L'artéfact de déformation induit par les déplacements hors plan sur les images prises par la Clever Dragon, filmant la face de l'échantillon, sont plus faibles que celui induit à partir des images filmant la tranche. Ceci s'explique par la différence entre l'épaisseur de 2.5 mm et la largeur de 4 mm. En effet, pour les images de face, le déplacement hors plan maximal attendu, pour le cas incompressible, est de 0.625 mm pour un $\lambda = 4$ soit une centaine de pixels sur les images de tranche. Pour les images de tranche, le déplacement hors plan attendu est de 1 mm pour un $\lambda = 4$ soit environ 285 pixels sur les images de face. Ceci est à peu près ce que nous voyons sur les figures (2.14 et 2.15)

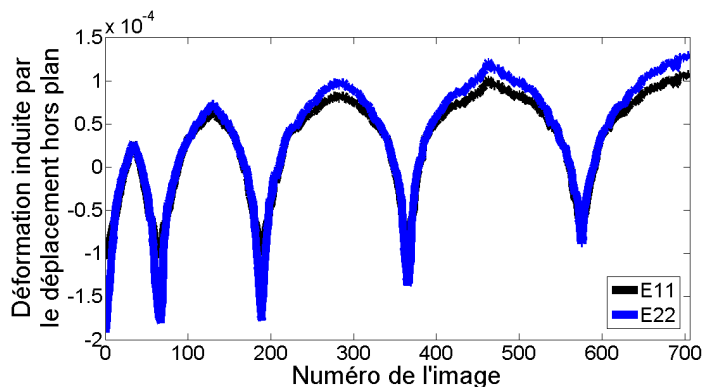


FIGURE 2.16: Déformation induite par les déplacements hors plan suivant la direction de traction (E11) et suivant l'épaisseur (E22) sur les images prises par la Clever Dragon.

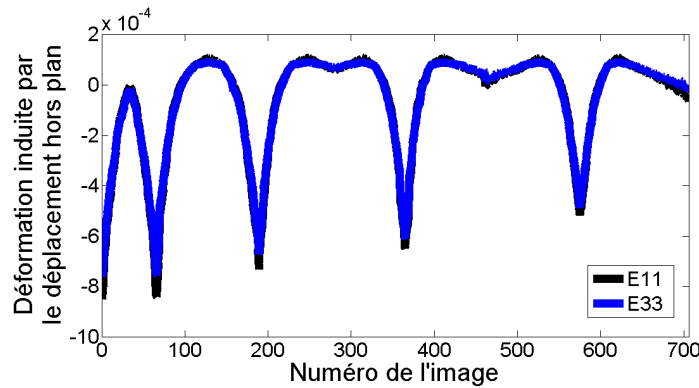


FIGURE 2.17: Déformation induite par les déplacements hors plan suivant la direction de traction (E11) et suivant l'épaisseur (E33) sur les images prises par la Leutron.

Comme nous pouvons le voir, ces déformations induites sont négligeables devant les mesures car elles ne représentent qu'un millième au maximum des déformations (figure 2.17). Maintenant que nous avons vérifié que la réduction de section lors de l'essai n'a que très peu d'influence sur les mesures, nous pouvons passer au calcul des déformations proprement dites.

3.4 Calcul des déformations à partir des champs de déplacements

On commence par faire un calcul de corrélation d'images sur les 706 paires d'images choisies. Vu le nombre très important de paires, on traite à la fois des paquets de 50 images. Chaque calcul comporte une image de référence qui est mise à jour à chaque nouveau calcul. On actualise l'image de référence à chaque paire d'images et les déplacements sont cumulés pour les exprimer en fonction de la toute première image du paquet. Pour chaque paquet de calculs, nous avons donc une mesure lagrangienne des déplacements.

A partir de la mesure Lagrangienne des champs de déplacements, le gradient moyen est obtenu en faisant une régression linéaire telle que le tenseur gradient des déformations F soit égal à $I+G$. Si l'on désigne la longueur (resp. la largeur et l'épaisseur) par 1 (resp. 2 et 3), la caméra filmant la face donne accès à F_{11} , F_{12} , F_{21} et F_{22} . De même, la caméra filmant la tranche donne accès à F_{11} , F_{13} , F_{31} et F_{33} . Seules les composantes F_{32} et F_{23} de cisaillement ne peuvent être estimées d'après ces observations. Cependant, ces deux composantes sont supposées nulles et leurs contributions à $\det(F)$ est faible. Notons aussi que la déformation F_{11} est déterminée à la fois par les images de la face et de la tranche. La comparaison de ces valeurs nous a servi de validation partielle de cette analyse. A partir du gradient de déformation, il est aisé de déterminer la déformation volumique. Les allongements principaux sont obtenus à partir des valeurs propres du tenseur de Cauchy-Green droit $C = F^t F$. On a observé que trois valeurs propres coïncident avec les axes géométriques de l'échantillon. Notons aussi que l'allongement effectif est différent de celui estimé en exploitant la distance entre mors. Ceci est dû à la forme des éprouvettes « haltères » et au glissement partiel de celles-ci dans les mors.

4 Résultats

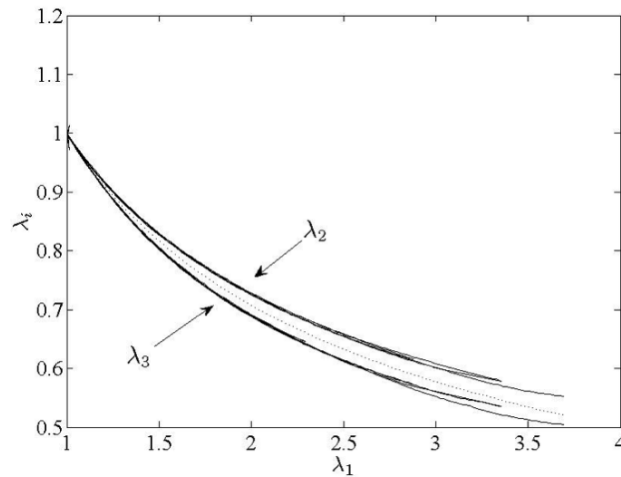


FIGURE 2.18: Allongements transverse 2 et 3 par rapport à l'allongement dans la direction de traction au cours de l'essai.

La figure (2.18) montre les allongements λ_2 et λ_3 en fonction de λ_1 , pour tous les cycles de traction. Chacun des allongements suit une courbe presque réversible car au long des cycles, les données convergent vers une seule courbe. Il y a de petites variations notables à cette tendance. La deuxième chose que l'on peut remarquer, et qui est bien visible dans la figure 2.19, est que bien que l'essai soit uniaxial, les déformations dans l'épaisseur et la largeur sont clairement différentes.

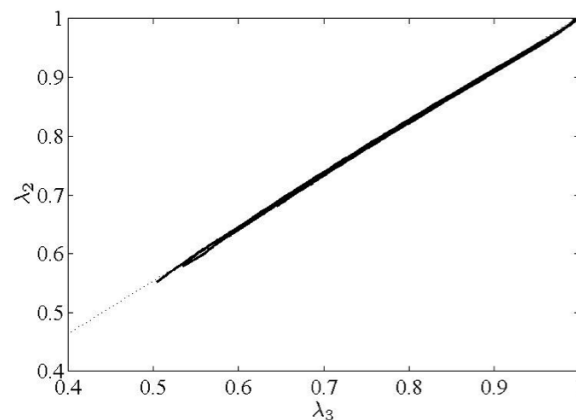


FIGURE 2.19: Allongements λ_2 par rapport à l'allongement λ_3 au cours de l'essai.

Quand on trace λ_2 par rapport à λ_3 , on remarque qu'il y a une relation linéaire entre ces deux allongements qui décrit les courbes sur toute la gamme des déformations observées

figure 2.19. Si l'on fait une régression linéaire, on obtient un coefficient α de 0.90 entre les deux. Étant donné le caractère vierge (non-déformé) de l'échantillon avant l'essai, cette anisotropie provient essentiellement du procédé de calandrage. Cette anisotropie ne peut pour autant pas directement être comparée à celle mentionnée dans l'introduction. En effet, l'anisotropie dans le plan de la plaque compare les directions 1 à 2 et est caractérisée par des essais cycliques [22]. Dans notre cas, nous comparons les directions 2 et 3.

Même si la figure 2.18 montre un comportement quasi-réversible, on voit de légères déviations pour les plus grandes déformations. Ceci résulte d'un écart à l'incompressibilité. Pour souligner ce phénomène, on étudie le volume donné par $\det(F)$ (que l'on peut aussi écrire $\lambda_1\lambda_2\lambda_3$), dont l'évolution en fonction de l'allongement principal (λ_1) est donné figure 2.20.

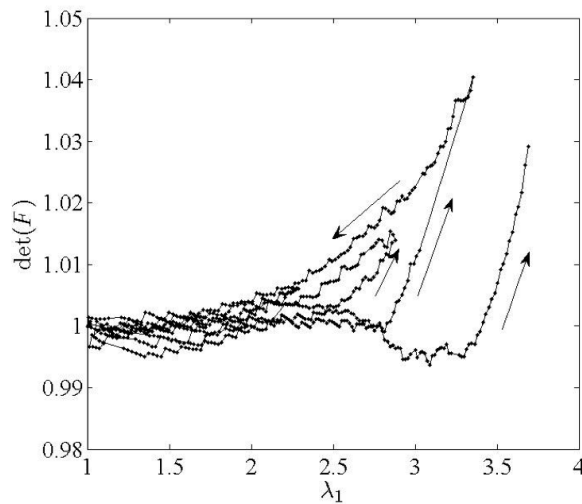


FIGURE 2.20: Évolution du déterminant du tenseur gradient des déformations en fonction de l'allongement dans la direction principale au cours de l'essai

Sur cette courbe, on peut voir les différents cycles appliqués à l'échantillon. Pour les premiers cycles, on remarque très peu de variation du déterminant et donc un volume que l'on peut considérer comme constant. Les fluctuations, inférieures à 1%, sont la conséquence de toutes les erreurs cumulées sur toute la chaîne d'acquisition et la chaîne de traitement, allant des incertitudes venant de la CIN pour les champs de déplacements, aux moyennes prises pour les déformations homogènes (incluses dans λ_1 et F) de la zone observée et conduisant à la détermination de $\det(F)$. Ces fluctuations se voient plus nettement dans cette figure que dans la figure 2.18 car la référence est plate. Pourtant, passé un allongement seuil que l'on évalue pour notre essai à $\lambda_1 \approx 2.5$, l'échantillon augmente de volume bien au delà du niveau d'incertitude. Lors de la décharge, on observe une hystérèse mais l'échantillon recouvre un comportement incompressible pour un allongement estimé à 2.3, et reste incompressible pour des valeurs inférieures. Un comportement inattendu apparaît alors pour le cycle suivant : il n'y a pas de variation de volume notable tant que l'échantillon n'a pas atteint le maximum d'allongement vu par celui-ci dans toute

son histoire de chargement. Une fois cet allongement atteint, la pente de la courbe change brutalement et le volume augmente. Lors de la décharge de ce nouveau cycle, on observe encore une hystérèse plus prononcée avec un retour à l'incompressibilité pour le même λ que précédemment. Le cycle suivant, qui est aussi le dernier, montre aussi clairement le même comportement que celui qui le précède. On voit donc pour ce cycle une variation nulle du volume tant que l'allongement maximum vu dans toute l'histoire de l'éprouvette n'est pas atteint, puis un changement de pente avec une forte augmentation du volume et enfin une courbe de décharge où le volume reste supérieur (à même λ_1) que pour la déformation équivalente lors de la charge avec une incompressibilité atteinte pour un $\lambda_1 \approx 2.3$. L'échantillon a rompu ensuite avant d'avoir atteint l'allongement maximum voulu, arrêtant ainsi l'essai.

5 Interprétation et discussion

5.1 Informations additionnelles

Le même matériau a été soumis à des essais de chargement uniaxial et monotone jusqu'à rupture sous des radiations aux rayons X dans un synchrotron ([77]). Le but étant d'observer par diffusion des rayons X aux petits angles le matériau sous chargement croissant jusqu'à rupture. Des cavités apparaissent au dessus d'un seuil d'allongement évalué là aussi à $\lambda_1 \approx 2.5$. Ceci est traduit par une augmentation du signal diffusé. Les formes observées sur les figures de diffusion donnant une information sur les tailles moyennes des objets observés, on voit sur ces figures des cavités orientées et allongées suivant l'axe de traction.

L'invariant de diffusion associé aux figures est proportionnel à la fraction volumique des éléments diffusant dans le matériau. Il augmente dans notre cas avec les mêmes tendances que la variation de volume observée macroscopiquement. Une étude plus poussée des figures de diffraction sur le capteur 2D montre que les cavités ont des formes de losanges ou d'ellipsoïdes très allongés dans la direction de traction. Leurs tailles moyennes sont entre 20 et 40 nm. Les cavités créées bien au delà du seuil de cavitation sont plus petites mais gardent un rapport de 1.6 entre l'axe suivant la direction de traction et l'autre.

La fraction volumique de ces nanocavités peut être calculée à partir des mesures de l'invariant en écrivant un modèle contenant trois phases et les résultats sont tout à fait comparables à ceux obtenus par corrélation d'images numériques. Pour un essai avec un chargement cyclique, la variation de l'invariant de diffraction avec l'allongement suit les mêmes tendances et le détail des analyses des données de diffraction de rayons X sont l'objet d'un article ([77]).

5.2 Discussion

Notons que les résultats présentés ici sont les premiers obtenus par CIN qui reproduisent les variations de volumes mesurées par dilatométrie faites dans la littérature. Ces résultats confirment que pour un élastomère très chargé en noir de carbone sous un chargement uniaxial :

- Lors d'une première charge son volume augmente au dessus d'un allongement correspondant au seuil de cavitation. Pour le matériau de cette étude et en uniaxial, le seuil que nous avons trouvé est d'environ $\lambda_1 \approx 2.5$
- Lors d'une deuxième charge son volume reste quasi-constant tant que l'allongement maximum précédemment vu n'est pas dépassé, et augmente au-delà,

La différence entre λ_2 et λ_3 décrite dans la figure 2.18 montre que le matériau n'est pas isotrope dans les directions transverses. L'allongement transverse λ_2 semble toujours être supérieur à $\lambda_1 - 1/2$. Déduire le volume uniquement à partir de λ_1 et λ_2 tout en supposant l'isotropie transverse comme cela est proposé dans ([51]) conduit à une variation positive et quasi réversible mais fausse du volume lors de chargements cycliques.

En ce qui concerne les courbes contrainte-déformation, l'hypothèse habituelle d'incompressibilité du matériau conduit à surestimer les contraintes de Cauchy. Pourtant, cette différence n'est valable que pour de grandes déformations, typiquement $\lambda_1 = 4$ pour notre matériau. Le seuil de variation positive de volume augmente quand on réduit la proportion de charge dans le mélange ([72]), Autrement dit, plus on met de charges, plus le seuil en allongement de la cavitation diminue [77]. L'hypothèse d'incompressibilité est donc valable pour de petites déformations et/ou de faibles taux de charge dans le mélange. De plus, passée la première charge, le volume reste constant en traction uniaxiale.

Enfin, les mesures ont montré une anisotropie initiale du matériau dans la plaque, alors que celui-ci est généralement supposé isotrope. Ceci peut avoir un impact sur des modèles complexes décrivant une anisotropie induite par l'adoucissement Mullins.

6 Conclusion et perspectives sur la variation de volume dans les élastomères fortement chargés

Une expérience dans laquelle un échantillon de SBR chargé sous chargement uniaxiale cyclique à été menée. La corrélation d'images numérique été utilisée pour suivre la cinématique de deux faces orthogonales. Cette technique a montré qu'elle donnait des mesures précises des déformations dans la direction de traction ainsi que dans les directions transverses. Elle a aussi permis d'avoir une bonne estimation de la variation de volume au cours du chargement. Nous avons calculé la variation de volume en fonction de l'histoire de chargement sur la zone filmée et à partir d'une éprouvette vierge de toute sollicitation.

Pendant la première charge, il n'y a pas de variation de volume du caoutchouc qui est donc incompressible jusqu'à un seuil reproductible d'allongement. Passé ce seuil, une variation positive et monotone du volume est observée, cette augmentation de volume est attribuée à l'apparition de cavités de taille nanométrique.

Sous un chargement cyclique, il s'avère que l'histoire complète des déformations subies par le matériau joue un rôle important. Durant la première décharge, l'augmentation de volume observée, durant la charge précédente, décroît progressivement pour finir par disparaître. Malgré cela, durant les cycles suivants, le volume reste constant tant que l'on n'atteint pas l'allongement maximum vu par le matériau. Passée cette valeur, on observe une très rapide augmentation du volume. Ce comportement est de même nature que l'adoucissement Mullins, dans le sens où la première charge crée beaucoup « d'endommagement », alors que les cycles suivants ont un comportement beaucoup plus réversible. De même, les charges, connues pour avoir une forte influence sur l'adoucissement Mullins, semblent nécessaires à la formation de zones confinées où la dépression est suffisamment élevée pour donner lieu à l'apparition de cavités sous charge. Par contre, on observe l'adoucissement Mullins à des allongements inférieurs à ceux observés pour la cavitation. Il est donc impossible de tirer un lien quantitatif direct entre l'augmentation de volume due à la cavitation et l'effet Mullins. La cavitation est sûrement un des mécanismes entrant dans l'effet Mullins mais n'est pas le seul mécanisme à l'œuvre.

Tous les résultats présentés ici ont été confirmés par des études avec la technique de SAXS sur les mêmes matériaux, partageant les mêmes conditions de fabrication. Ces études ont révélé l'apparition de cavités ainsi que leur expansion (de taille 20-50 nm) ([77]). Dans ces études, la variation de volume n'est pas directement mesurée mais est déduite d'un modèle prenant en compte la variation de l'intensité des rayons diffusés par les interfaces entre les cavités et le milieu. Les valeurs estimées pour l'augmentation de volume sont comparables même si ces deux différentes techniques sont faites à des échelles de mesure très différentes (macroscopique pour la CIN et nanoscopique pour la technique de SAXS). Des différences peuvent venir du fait que la fenêtre d'observation de SAXS est limitée à des cavités allant de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres ce qui ne permet pas de voir des cavités plus grandes, toutefois les similitudes sont tout à fait remarquables et suggèrent que de telles grandes cavités ne se produisent pas. En particulier, le seuil de cavitation est le même dans les deux cas et le fait que les

À RETENIR

cavités refermées ne s'ouvrent plus à un même niveau de chargement est aussi observé dans les deux cas.

Pour approfondir le lien entre cavitation, adoucissement et déformation rémanente, il est important de combiner des essais mécaniques macroscopiques avec des mesures locales des mécanismes d'endommagement. Cette combinaison pourra passer aussi par de la modélisation du comportement des matériaux. Il est donc aussi important de mettre en place des méthodologies faisant le lien entre ces essais mécaniques macroscopiques et les simulations qui en découlent afin de pouvoir identifier par des mesures de champs les paramètres des modèles. Nous passons maintenant à l'identification de paramètres de loi hyperélastique.

Chapitre 3

Identification de paramètres de loi hyperélastique par CIN

Nous avons vu dans le chapitre précédent ce que peut apporter la CIN de plus par rapport à des outils habituels dans l'étude du comportement et de l'endommagement de nos matériaux. Pour des géométries plus riches qu'une éprouvette de traction simple, l'un des défis est de recalibrer les simulations aux essais pour en tirer les informations pertinentes (paramètres matériau, endommagement etc.). Nous allons illustrer la méthodologie mise en place pour faire ce recalage par des cas concrets.

Sommaire

1	Introduction	40
2	Logiciel de simulation utilisé : DELI	41
3	Partie expérimentale	42
3.1	Les éprouvettes	42
3.2	Le perçage des trous	42
3.3	Le montage	44
3.4	Les essais	45
3.5	les champs de déplacements obtenus	48
4	Méthode	50
4.1	Le recalage par éléments finis	50
4.2	Le modèle	52
4.3	Identification sur le mélange 2CB_8NC	54
4.4	Identification sur le mélange 24CB_8NC	67
5	Conclusions et perspectives sur l'identification de paramètres de loi hyperélastique	74

1 Introduction

Ce chapitre présente une méthodologie originale pour l'identification de paramètres d'une loi de comportement hyperélastique par une procédure numérique qui exploite d'une part une série d'images d'un essai mécanique sur éprouvettes, et d'autre part un calcul EF réalisé dans notre cas avec un code industriel DELI développé par Michelin. Il s'agit d'effectuer cette identification de paramètres tout en respectant certains impératifs :

- utiliser un logiciel de simulations numériques sans pouvoir le modifier
- faire les essais sans pour autant créer un montage spécifique
- mettre en place une méthode faisant dialoguer différentes descriptions de type éléments finis dans différents environnements comme Windows et Linux
- avoir une convergence des résultats pour beaucoup de paramètres dont certains ne sont pas identifiables

Pour cela nous allons présenter dans l'ordre les logiciels, les éprouvettes, les essais, la méthode employée et les résultats de l'identification réalisée.

2 Logiciel de simulation utilisé : DELI

Cette étude se faisant en partenariat avec l'entreprise Michelin, il est naturel d'utiliser les outils développés pour les calculs par l'entreprise. De plus, ce logiciel présente de nombreux avantages :

- Il est optimisé pour des calculs en grandes déformations, rapides et ne nécessitant que peu de mémoire vive.
- Il contient beaucoup de modèles de comportement, ainsi que beaucoup d'options pour prendre en compte par exemple la température. Dans notre cas nous n'évoquons qu'un modèle, celui de Mooney-Rivlin développé à l'ordre 3.
- L'exécutable peut être lancé avec des commandes en « shell » et donc être facilement lancé par Matlab.
- L'écriture des fichiers permettant de faire un calcul (.GEO et .DON), expliqué plus loin, peut aussi se faire facilement avec Matlab.

L'utilisation du logiciel développé par Michelin, appelé DELI, a nécessité une installation spécifique à l'ordinateur utilisant ce logiciel. Premièrement, pour des raisons de confidentialité sur ce qui est effectivement écrit dans le programme, seule une fraction de celui-ci nous a été remise, l'exécutable est un fichier binaire dont nous n'avons pas le code source. Deuxièmement, le logiciel ne fonctionne que sous un environnement de type Linux. Troisièmement, les programmes de lecture des fichiers de sortie pour le logiciel Matlab ne fonctionnent que sous Windows XP. Quatrièmement, le logiciel doit être installé sur une partition cryptée pour qu'en cas de perte, celle-ci soit inutilisable. Nous utilisons le logiciel libre TrueCrypt permettant de créer et de crypter des partitions.

Nous avons présenté l'environnement logiciel sur lequel vont s'effectuer les simulations avec le modèle hyperélastique. Avant de présenter les champs de déplacements mesurés, nous allons discuter le type d'éprouvette utilisé et les essais réalisés.

3 Partie expérimentale

3.1 Les éprouvettes

La méthode d'identification que nous proposons s'appuie sur des essais réalisés sur des éprouvettes dont la géométrie est suffisamment simple pour qu'elle puisse être facilement modélisée tout en restant sensible aux paramètres du modèle. La géométrie de l'éprouvette devant être simple, nous n'étudierons pas le cas d'une fissure se propageant. En effet, non seulement la détection de la géométrie exacte de la pointe de fissure est délicate, mais de plus les évolutions des déformations sont localisées sur une zone peu étendue au regard de l'échelle observée pour la technique de mesure employée. Pour simplifier cette géométrie, nous avons choisi une éprouvette percée en son centre d'un orifice circulaire (figure 3.1). Cette géométrie présente l'avantage d'être facilement identifiable sur les images, aidant ainsi au recalage spatial entre les images et les simulations. La présence d'un trou permet aussi de concentrer les contraintes sur une zone dépendant de son rayon. Nous avons choisi le diamètre du trou pour qu'il soit de l'ordre du quart de la hauteur des éprouvettes. Dans notre cas, nous avons simplement découpé nos éprouvettes dans des éprouvettes «PS» qui ont été fournies par Michelin. Le diamètre choisi est donc de 3 mm. Ceci nous permet d'une part d'utiliser les mors déjà à notre disposition et servant à l'étude de la propagation de fissure, et d'autre part d'avoir une sollicitation hétérogène à partir du déplacement d'un seul vérin. La confection d'un moule avec un trou spécifiquement pour ces éprouvettes étant exclu, nous avons donc besoin de percer nos éprouvettes.

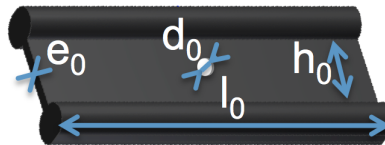


FIGURE 3.1: Éprouvette PS trouée dont les dimensions sont $l_0 = 63$ mm, $e_0 = 2$ mm, $h_0 = 13$ mm et $d_0 = 3$ mm

3.2 Le perçage des trous

Le choix de la technique employée pour percer ces éprouvettes est un facteur important. Trois techniques se présentaient à nous, le poinçonnage, la découpe au jet d'eau et le perçage à froid.

Le poinçonnage est la technique la plus simple, pourtant elle entraîne des grandes déformations autour du trou et le centrage de celui-ci n'était, dans notre cas, pas très précis. De plus, un diamètre de 3 mm pour une épaisseur de 2 mm faisait que les trous poinçonnés étaient plus coniques que cylindrique. Enfin, ce poinçonnage n'est pas aisément perpendiculaire à la surface.

La découpe au jet d'eau permet d'avoir des trous toujours aux mêmes endroits, ainsi qu'une géométrie identique. Le perçage est perpendiculaire à la surface. Seulement il est apparu que même en utilisant un faisceau fin à 1500 bars de pression, les trous présentaient beaucoup de micro-fissures.

Le perçage à froid est la technique la moins simple. Pour percer les éprouvettes, il s'agit de les refroidir avec de l'azote liquide, dans une petite cuve en aluminium pour accélérer le processus grâce à la conduction thermique du métal, sans se brûler, en perçant de façon à échauffer le moins possible le matériau (donc rapidement) mais sans appuyer trop fort pour ne pas endommager voire même casser l'éprouvette (figure 3.2). De plus, la pression à exercer dépend de l'état dans lequel se trouve l'éprouvette.

Le résultat est cependant un trou de forme cylindrique très bien défini, perpendiculaire à la surface et sans micro-fissures.

Nous avons donc choisi de percer à froid nos éprouvettes. La longueur de celles-ci est de 63 mm, cela nous permet d'avoir une partie de l'éprouvette en cisaillement pur et de découper deux éprouvettes dans une éprouvette PS standard. Ceci présente un avantage car le taux de casse due au perçage à froid est important.

Après avoir percé les éprouvettes, elles sont nettoyées avec un peu d'éthanol pour retirer les poussières présentes à leur surface, puis on vient déposer du talc afin de réaliser un mouchetis. Ce mouchetis nous servira pour la corrélation d'images numériques. Les éprouvettes mouchetées sont placées dans un montage que nous décrivons maintenant.

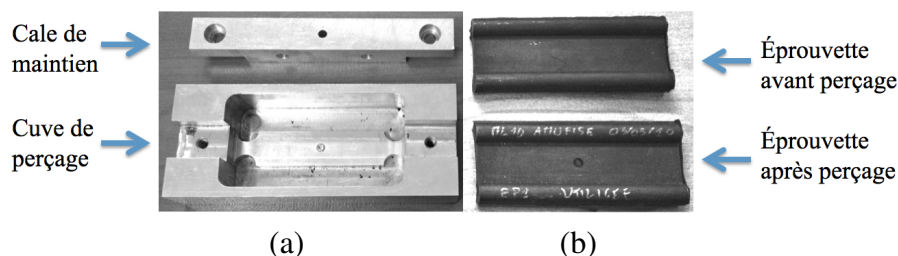


FIGURE 3.2: La figure montre la cuve ainsi que la cale en alliage d'aluminium (a). La cale est vissée à la cuve pour maintenir l'éprouvette en place lors du refroidissement avec de l'azote liquide. À droite sont montrées une éprouvette avant et après perçage (b).

3.3 Le montage

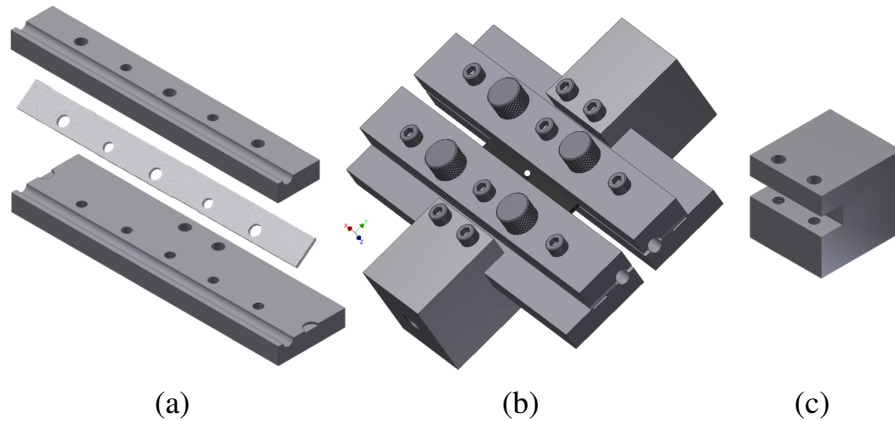


FIGURE 3.3: Montage pour l'identification de paramètres dans les éprouvettes dites « PS » trouées (b). Il est composé de deux cubes (c) venant se fixer au vérin ou à la cellule d'effort. Sur chacun des cubes se fixent deux plaques (a) avec des trous pour le centrage et des trous permettant de mettre des vis de serrage. Des cales de même épaisseur que l'éprouvette sont mises entre ces plaques (a). On peut aussi fixer une plaque derrière celle du bas afin d'empêcher la rotation d'un mors par rapport à l'autre.

Le montage utilisé est spécifiquement dimensionné pour les éprouvettes dites « PS ». Nous avons donc gardé les mors utilisés pour les essais de propagation de fissures par fatigue. Ces mors sont composés de cubes, fixés à la machine d'essais, ici une MTS 831. Il sont aussi composés de plaques dont celles extérieures servent à pincer les bourrelets de l'éprouvette et celles intérieures ont la même épaisseur que la partie centrale de l'éprouvette (figure 3.3).

Une fois l'éprouvette montée dans les mors, elle est sollicitée en traction par le mors du haut, celui du bas étant vissé sur la cellule d'effort de 5000 N de capacité (figure 3.4). Pendant la sollicitation, l'ordinateur pilotant l'essai déclenche la prise de photos qui sont transférées sur un ordinateur dédié. Le déclenchement est réalisé à l'aide d'une sortie de type transistor-transistor-logique (TTL) qui est activée lorsque l'on revient à effort nul, lorsque l'on atteint le déplacement maximum et toutes les 5 secondes dans les phases de traction et de retour. Nous avons besoin d'éclairer l'éprouvette durant l'essai pour améliorer la qualité des images prises. L'éclairage rasant est fait avec des fibres optiques suffisamment fines pour se glisser entre les mors.

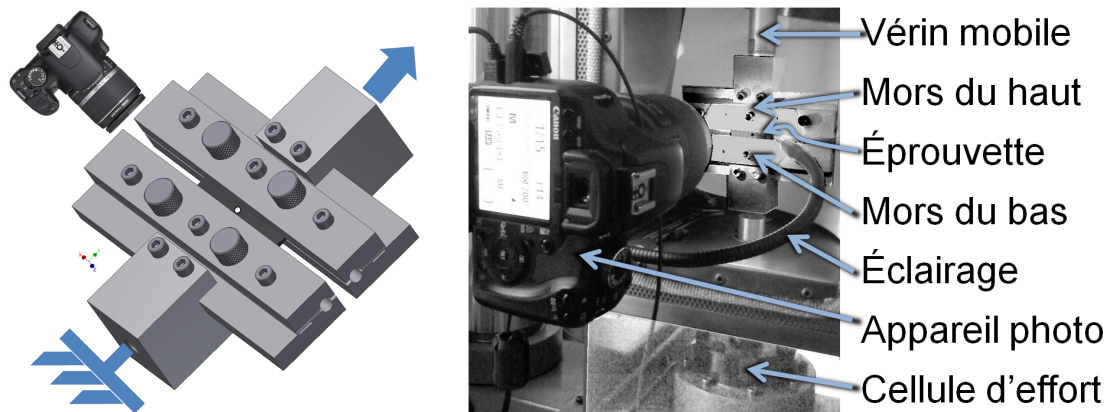


FIGURE 3.4: Montage des éprouvettes trouées. Le mors du bas est fixé sur la cellule d'effort et celui du haut est fixé au vérin hydraulique. Un appareil photo de type canon EOS 450D est placé à la perpendiculaire de la surface et prend les images environ toutes les 5 secondes. L'éclairage est fait avec des fibres optiques flexibles de marque Schott (KL 1500 LCD).

L'un des points importants de toute cette méthodologie est de ne rien changer au montage habituellement utilisé dans l'industrie tout en mettant de l'hétérogénéité dans les essais et ainsi permettre l'identification. Comme nous pouvons le voir, c'est un montage simple et robuste, nous permettant une certaine variété d'essais dont nous allons parler maintenant.

3.4 Les essais

Afin de s'assurer que les mesures que nous ferons par corrélation d'images lors des essais seront suffisamment précises, nous effectuons, avant l'essai, un calcul d'incertitude sur l'image de référence (figure 3.5). Cela nous permet d'ajuster l'éclairage, le temps d'exposition, ainsi que d'autres réglages de l'appareil afin d'avoir des images exploitables. Cela nous permet aussi de voir si le mouchetis est convenable pour notre étude.

Dans notre cas, la taille d'élément choisi pour la CIN est de 16×16 pixels. Cela représente des éléments de $278,4 \mu\text{m}$ de côté, la taille physique du pixel étant de $17,4 \mu\text{m}$. L'incertitude associée sur les déplacements est de 3×10^{-3} pixel.

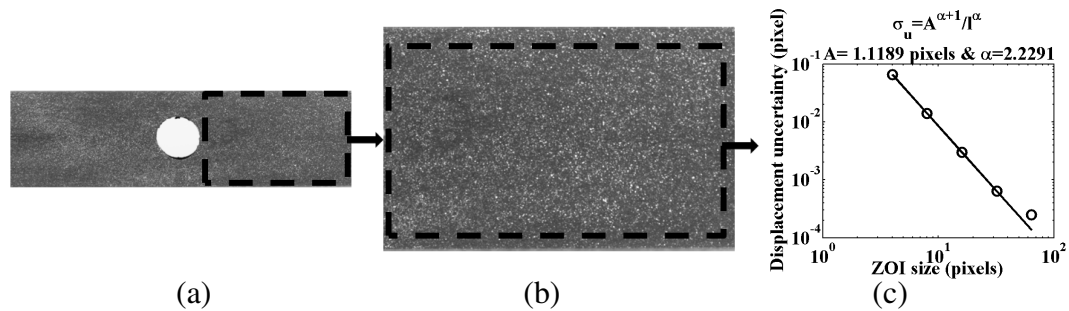


FIGURE 3.5: Images de référence (a), zone sélectionnée pour le calcul d'incertitude en déplacement (b) et incertitude en déplacements (c).

Différents essais ont été réalisés sur ces éprouvettes dont des essais cycliques (figure 3.6). L'intérêt de ces essais est de pouvoir choisir la gamme des déformations sur laquelle nous allons identifier les paramètres. Dans notre cas, nous utilisons les images correspondant au second cycle à 150 % de déformation globale pour le mélange *2CB_8NC* (figure 3.9). Nous réalisons l'identification sur un essai différent avec une éprouvette pleine (sans trou) avec la même histoire de chargement en déplacement (figure 3.13). Nous avons choisi un mélange peu chargé en premier pour avoir un comportement peu endommageant et rester dans un cadre élastique (non-linéaire) raisonnablement isotrope. L'essai est piloté en déplacement à une vitesse de $50 \mu\text{m/s}$. Les images sont prises en moyenne toutes les 5 secondes.

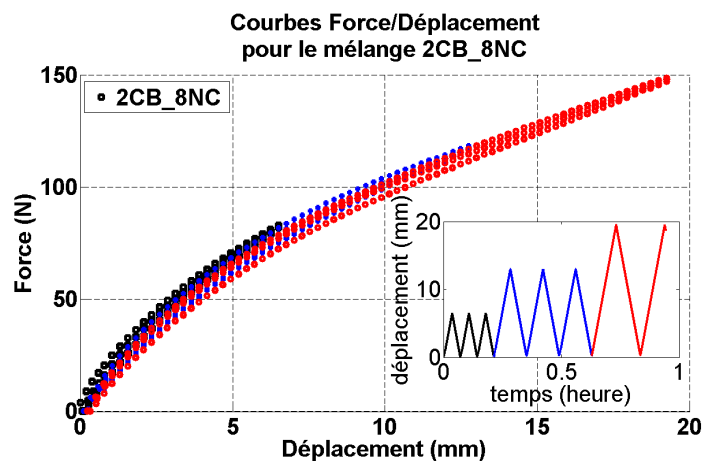


FIGURE 3.6: Courbe force/déplacement pour le mélange *2CB_8NC*. L'essai est piloté en déplacement avec un passage au cycle suivant lorsque l'effort arrive à zéro. Chaque point représente une prise d'image, en moyenne toutes les 5 secondes. L'essai a duré environ une heure, l'éprouvette ayant rompu lors de la décharge du second cycle à 19.5 mm de déplacement maximum.

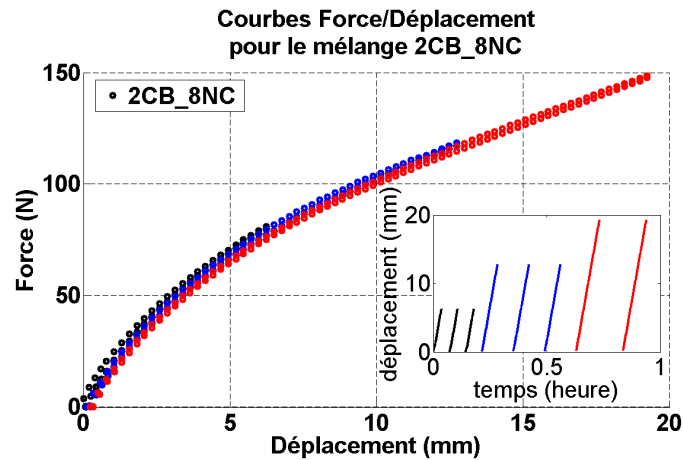


FIGURE 3.7: Courbe force/déplacement pour le mélange 2CB_8NC. Seules les courbes aller sont tracées par rapport à la figure 3.6. Chaque point représente une prise d'image.

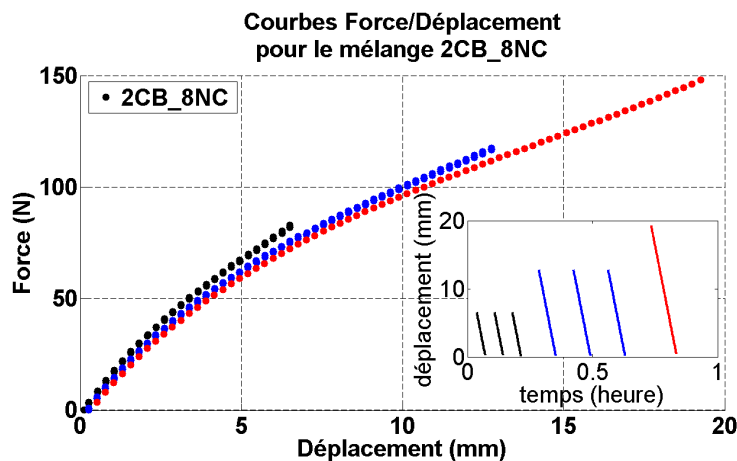


FIGURE 3.8: Courbe force/déplacement pour le mélange 2CB_8NC. Seules les courbes de décharge sont tracées par rapport à la figure 3.6. Chaque point représente une prise d'image.

La figure 3.7 montre que les courbes aller pour des cycles différents se superposent. Nous vérifions ainsi le caractère élastique du matériau. Pour effectuer l'identification, nous prenons les images correspondant à la courbe de traction pour le second cycle allant jusqu'à 150% de déformation globale. La figure 3.8 montre que les courbes de décharge ne se superposent pas. Ceci provient d'un comportement visco-élastique du matériau qui n'est pas identifiable avec le modèle choisi.

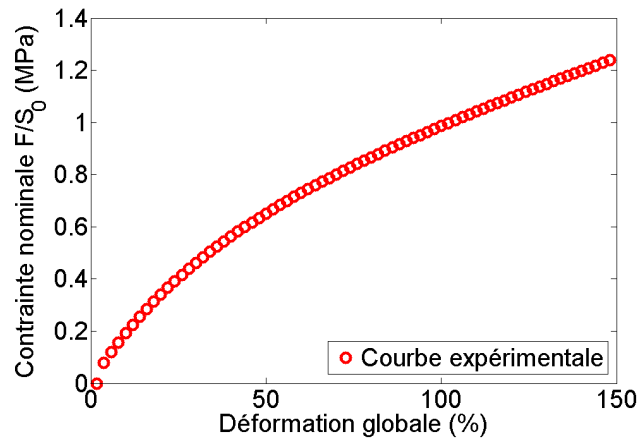


FIGURE 3.9: Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale ($\frac{l-l_0}{l_0}$) pour le matériau *2CB_8NC*. Chaque point représente une image. L'éprouvette fait 13 mm de haut (l_0) et 120 mm² de surface minimum.

Les champs de déplacements, utilisés pour l'identification de paramètres, ont pour image de référence celle à effort nul. Il y a 74 images en tout pour cette traction, de l'image à effort nul à celle à effort maximum, cela fait donc 73 champs de déplacements à calculer (Figure 3.9).

3.5 les champs de déplacements obtenus

La technique de mesure impose un maillage régulier sur l'image (figure 3.10). Le champ de déplacements dans les éléments traversés par le trou ou localisés dans le trou ne sont pas mesurables. C'est pourquoi ces éléments ne seront pas pris en compte pour l'identification des paramètres.

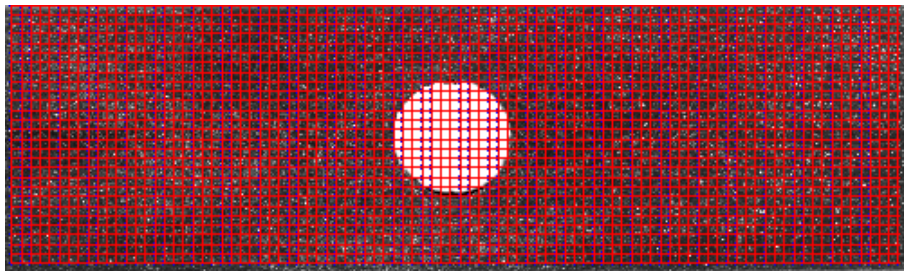


FIGURE 3.10: Superposition du maillage de corrélation d'images (en rouge) sur l'image de référence.

Les champs montrés figure 3.11 correspondent aux déplacements entre l'image à effort nul et celle à déplacement maximum. Les déplacements ont une amplitude de 900 pixels dans la direction de traction et 180 pixels dans la direction transverse. Étant donné

la très grande amplitude des déplacements, les mesures de corrélation d'images sont effectuées avec une référence mobile. Autrement dit, pour chaque mesure de champs de déplacement, l'image de référence est l'image précédente. Les champs de déplacements montrés figure (3.11) sont donc obtenus en combinant les 73 champs de déplacements calculés pour la série d'images. Cette référence mobile, indispensable dans notre cas, entraîne un cumul d'erreurs et augmente le bruit de mesure. Cette incertitude est de 3×10^{-3} pixel (figure 3.5) par calcul de corrélation. le cumul de l'incertitude sur les 73 déplacements vaut donc :

$$\sigma_u = \sqrt{73} \times 3 \times 10^{-3} = 2,56 \times 10^{-2} \quad (3.1)$$

(a) (b) (c) (d)

FIGURE 3.11: Image de référence (a), image déformée (b), champ de déplacements mesuré suivant la direction de traction (c) et champ de déplacements suivant la direction transverse (d). Un masque circulaire est apposé à l'endroit du trou pour la comparaison de ces champs avec ceux issus des simulations numériques.

Nous présentons maintenant la méthode d'identification des paramètres du modèle.

4 Méthode

L'identification des paramètres d'une loi hyperélastique s'appuie d'une part sur la corrélation d'images numériques et d'autre part sur un calcul avec la méthode des éléments finis. Il existe beaucoup de lois de comportement dont une partie a été passée en revue par Boyce et Arruda [8]. Ces lois peuvent comporter beaucoup de paramètres ce qui entraîne le risque de ne pas pouvoir tous les identifier. Il faut donc que la méthodologie d'identification soit suffisamment robuste pour converger aussi dans ces cas là. Nous allons maintenant parler de la méthode de recalage par éléments finis (FEMU pour « Finite Element Model Updating »). Nous verrons ensuite le modèle puis les étapes conduisant aux résultats de l'identification.

4.1 Le recalage par éléments finis

Il existe beaucoup de méthodes permettant d'identifier des paramètres mécaniques en se basant sur des mesures de champs. Différentes méthodes telles que le recalage par éléments finis, l'écart à la loi de comportement, la méthode des champs virtuels, l'écart à l'équilibre ou encore à la réciprocité sont exposées dans un article du Groupement de Recherche 2519 dont l'intitulé est « Mesures de champs et Identification en Mécanique des Solides » [1]. Le fait d'avoir accès au code DELI nous permet un calcul direct et c'est pourquoi nous utilisons une méthode consistant en un recalage par éléments finis. Cette méthode fut d'abord utilisée, par Kavanagh et Clough en 1971 dont le but était de recalculer un modèle orthotrope sur une plaque en composite d'une part et sur un modèle non-linéaire d'autre part [44].

Comme nous le voyons sur la figure superposant le maillage à l'image de référence (3.10), la zone observée ne va pas jusqu'aux bords libres de l'éprouvette. Nous mesurons les déplacements uniquement sur une partie de la surface de celle-ci.

Par conséquent, pour arriver à recalculer les efforts, il faudrait effectuer plusieurs étapes. La première consiste à recalculer les paramètres de la loi de comportement à partir de mesures purement cinématiques sur une zone restreinte de la surface. Au mieux, cette identification va conduire à l'ensemble des paramètres à une constante multiplicative près. (C'est cette démarche qui sera exposée dans la suite de ce chapitre). Pour fixer un module élastique dans l'absolu (et non en valeur relative), il faut disposer d'une mesure d'effort. Ceci nécessiterait donc en une seconde et dernière étape de calcul de la réponse globale de l'éprouvette dont le recalage peut fournir la constante multiplicative manquante.

Notre but final étant l'étude des pointes de fissures, ils ne nous sera pas forcément possible de recalculer les efforts. En effet, la géométrie d'une fissure est complexe et les quantités que l'on pourra chercher à mesurer (endommagement etc) peuvent être très proches de la pointe de fissure. Ainsi, avoir une résolution suffisante pour mesurer correctement les déplacements en pointe de fissure tout en ayant toute l'éprouvette peut s'avérer extrêmement difficile. Nous avons donc fait le choix de ne pas recalculer les efforts lors de l'essai.

La méthode de recalage que nous utilisons consiste à minimiser une norme en déplace-

ments en nous servant des perturbations des paramètres du modèle utilisé. La conséquence de ce choix est que nous ne déterminons la valeur des paramètres qu'à un facteur près. Nous verrons lors de l'identification sur un cas concret comment nous levons cette indétermination.

On minimise donc l'écart entre le champ de déplacements mesuré par corrélation d'images numériques \mathbf{u}_{CIN} et celui calculé avec les simulations de type « éléments finis » \mathbf{u}_{EF} (équation 3.2). Les valeurs des déplacements mesurés (\mathbf{u}_{CIN}) ne dépendent que de la position (\mathbf{x}). Par contre, les déplacements issus des simulations (\mathbf{u}_{EF}) dépendent de la position (\mathbf{x}), des paramètres du modèle à identifier (C_{ij} dans l'équation 3.11) et des conditions limites sur le maillage (d_i). Les conditions limites en déplacements sont celles mesurées par CIN sur le bord de la zone de comparaison entre CIN et EF. Les conditions limites en effort sont celles liées au bord libre du trou. Généralement, l'optimisation se fait sur l'ensemble des paramètres, appelés génériquement α , regroupant les paramètres constitutifs et les conditions aux limites cinématiques. Dans notre cas, nous considérons que les conditions aux limites déterminées par CIN sont fiables et nous n'optimisons que par rapport aux paramètres constitutifs, dénommés génériquement α . Nous cherchons donc à minimiser :

$$\|\mathbf{u}_{CIN}(\mathbf{x}) - \mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha)\| \quad (3.2)$$

Pour minimiser cet écart, nous ne laissons variable que les paramètres du modèle et nous fixons les conditions limites. Nous nous retrouvons avec seulement l'influence des neuf paramètres du modèle à regarder. Nous construisons une base de dérivées locales des champs de déplacements issus des simulations. Pour le paramètre i de α la dérivée vaut :

$$\mathbf{v}_i(\mathbf{x}; \alpha_i) = \frac{\partial \mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha_i)}{\partial \alpha_i} = \frac{-\mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha_i) + \mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha_i + d\alpha_i)}{d\alpha_i} \quad (3.3)$$

Pour obtenir ces dérivées locales (équation 3.3), nous lançons un premier paquet de dix calculs. Le premier calcul contient le jeu initial de paramètres et les neuf autres des perturbations locales des paramètres. Le but est de se servir de l'influence de chaque paramètre sur le champ de déplacements afin de résoudre l'équation 3.2, nous nous servons donc de l'équation 3.3 pour réécrire l'équation 3.2. Pour chaque paramètre i nous obtenons un résidu R à minimiser :

$$R^2 = \int [\mathbf{u}_{CIN}(\mathbf{x}) - \mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha_i) - \beta_i \mathbf{v}_i(\mathbf{x}; \alpha_i)]^2 dx \quad (3.4)$$

Ceci revient à résoudre un système linéaire dans lequel nous voulons que les dérivées de R par rapport aux α_i soient nulles. Nous cherchons le vecteur β tel que :

$$\mathbf{M}\beta = \mathbf{f} \quad (3.5)$$

Les valeurs de \mathbf{M} sont obtenues avec les dérivées locales des paramètres :

$$M_{ij} = \int \mathbf{v}_i(\mathbf{x}; \alpha_i)^t \mathbf{v}_j(\mathbf{x}; \alpha_j) dx \quad (3.6)$$

Les valeurs de \mathbf{f} dépendent aussi de la différence entre \mathbf{u}_{CIN} et \mathbf{u}_{EF} :

$$f_j = \int (\mathbf{u}_{CIN}(\mathbf{x}) - \mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha_j))^t \mathbf{v}_j(\mathbf{x}; \alpha_j) \quad (3.7)$$

Comme nous pouvons le voir, la matrice \mathbf{M} est symétrique et définie positive. Cependant, dans les cas où des paramètres sont liés ou indéterminés, cette matrice peut être très mal conditionnée. De même, certains coefficients peuvent atteindre des valeurs négatives ce que nous voulons exclure pour éviter qu'ils ne dérivent trop. Nous utilisons une dérivée logarithmique des paramètres afin de les maintenir positifs. Certaines valeurs propres vont avoir plusieurs ordres de grandeurs de différence entre elles. Le mauvais conditionnement de la matrice peut empêcher le processus itératif de converger. Pour pallier ce problème, nous régularisons le système avec une pénalisation :

$$(\mathbf{M} + \mu \mathbf{I}) \boldsymbol{\beta} = \mathbf{f} + \mu (\boldsymbol{\alpha}_{nominal} - \boldsymbol{\alpha}) \quad (3.8)$$

Nous choisissons la valeur de μ pour qu'elle soit petite devant les valeurs propres principales de la matrice. Typiquement cette valeur est fixée à un millième de la plus grande valeur propre.

Le but est de ramener les valeurs des paramètres non-identifiables à une valeur nominale. Une fois l'équation 3.8 résolue à l'étape n , nous mettons à jour les paramètres et nous passons à l'itération suivante ($n + 1$).

$$\alpha_i^{n+1} = \alpha_i^n + \beta_i^n \quad (3.9)$$

Nous avons exposé en équations la méthode, passons maintenant modèle sur lequel nous allons l'appliquer. Nous choisissons une loi hyperélastique isotrope très générique et raisonnable pour les mélanges non-chargés.

4.2 Le modèle

Nous utilisons un modèle de type Mooney-Rivlin (équation 3.10). La densité d'énergie élastique stockée s'écrit dans ce modèle comme une combinaison polynomiale des trois invariants I_1 , I_2 et I_3 . Ceci suppose que le matériau est isotrope. Ce n'est qu'une approximation pour nos matériaux. Ces invariants sont définis en fonction des allongements λ dans les directions principales.

$$\left\{ \begin{array}{l} W(I_1, I_2, I_3) = \sum_{i, j \geq 1} C_{ij} (I_1 - 3)^i (I_2 - 3)^j + D_k (\sqrt{I_3} - 3)^{2k} \\ I_1 = \lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 \\ I_2 = \lambda_1^2 \lambda_2^2 + \lambda_2^2 \lambda_3^2 + \lambda_3^2 \lambda_1^2 \\ I_3 = \lambda_1^2 \lambda_2^2 \lambda_3^2 \end{array} \right. \quad (3.10)$$

Dans notre cas, le matériau est considéré comme incompressible, nous avons donc $I_3 = 1$. Le modèle se simplifie et les paramètres que nous cherchons à identifier sont issus du développement à l'ordre 3 de l'équation 3.11.

$$W(I_1, I_2) = \sum_{k=1}^3 \sum_{\substack{i, j \geq 1 \\ i+j=k}} C_{ij} (I_1 - 3)^i (I_2 - 3)^j \quad (3.11)$$

Ce modèle présente plusieurs avantages. Il permet d'écrire la contrainte σ à partir de cette énergie et en fonction des allongements. Pour certains cas en particuliers, comme la traction uniaxiale ou encore le cisaillement pur, l'écriture de la contrainte dans une direction particulière s'écrit simplement. Dans notre cas les essais sont fait sur une géométrie de type « cisaillement pure ». Un autre avantage est qu'il était déjà implanté dans le code de calcul que nous allons utiliser. Enfin, il permet des calculs robustes. Le modèle s'écrit avec 9 paramètres comme :

$$\begin{cases} W(I_1, I_2) = C_{10}(I_1 - 3) & + C_{01}(I_2 - 3) & + C_{11}(I_1 - 3)(I_2 - 3) \\ & + C_{20}(I_1 - 3)^2 & + C_{02}(I_2 - 3)^2 & + C_{21}(I_1 - 3)^2(I_2 - 3) \\ & + C_{12}(I_1 - 3)(I_2 - 3)^2 & + C_{30}(I_1 - 3)^3 & + C_{03}(I_2 - 3)^3 \end{cases} \quad (3.12)$$

Dans le cas du cisaillement pure, le tenseur de Cauchy-Green droit \mathbf{C} vaut :

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} \lambda_1 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \lambda & 0 & 0 \\ 0 & 1/\lambda & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

donc

$$I_1 = \sum_{i=1}^3 \lambda_i^2 = \lambda^2 + 1 + \frac{1}{\lambda^2} \quad \text{et} \quad I_2 = \lambda_1^2 \lambda_2^2 + \lambda_2^2 \lambda_3^2 + \lambda_3^2 \lambda_1^2 = \lambda^2 + 1 + \frac{1}{\lambda^2} \quad (3.14)$$

On a $I_1 = I_2 = I$ donc on peut réécrire l'équation 3.12 par :

$$W = (C_{10} + C_{01})(I - 3) + (C_{11} + C_{20} + C_{02})(I - 3)^2 + (C_{21} + C_{12} + C_{30} + C_{03})(I - 3)^3 \quad (3.15)$$

Ainsi

$$W = c_1 J + c_2 J^2 + c_3 J^3 \quad (3.16)$$

pour une écriture simple où $J = I - 3$, et c les coefficients réduits qui seuls interviennent. Cette écriture démontre que dans le cas d'un essai homogène (ici pure shear) si les trois paramètres c_i sont accessibles, il est en revanche impossible de connaître la contribution de chacun des coefficients C_{ij} . Ceci nous motive à rechercher une géométrie d'essai plus complexe qui permette la détermination des coefficients individuels. Cependant si cette stratégie conduit à un problème "mieux posé" (s'il n'est pas "bien posé"), on peut s'attendre à ce que le conditionnement du système final à résoudre soit médiocre ; d'où l'importance de disposer d'un algorithme qui converge dans ces conditions.

Cette énergie est aussi égale au travail fourni à un volume unité de l'éprouvette

$$W = \int \sigma d\lambda \quad (3.17)$$

où σ est la contrainte nominale. Ainsi

$$\sigma = (c_1 + 2c_2J + 3c_3J^2) \frac{\partial J}{\partial \lambda} \quad (3.18)$$

et

$$\frac{\partial J}{\partial \lambda} = 2(\lambda - \lambda^{-3}) \quad (3.19)$$

L'ajustement de l'énergie à partir des données expérimentales montrées figure 3.13 donne (figure 3.12)

$$c = (0.2663, -0.0040, 0.0003) \quad (3.20)$$

et de la contrainte (figure 3.14)

$$c = (0.2668, -0.0090, 0.0011) \quad (3.21)$$

Dans tous les cas l'ajustement est excellent avec un fit essentiellement linéaire pour l'énergie (seul c_1 est non nul).

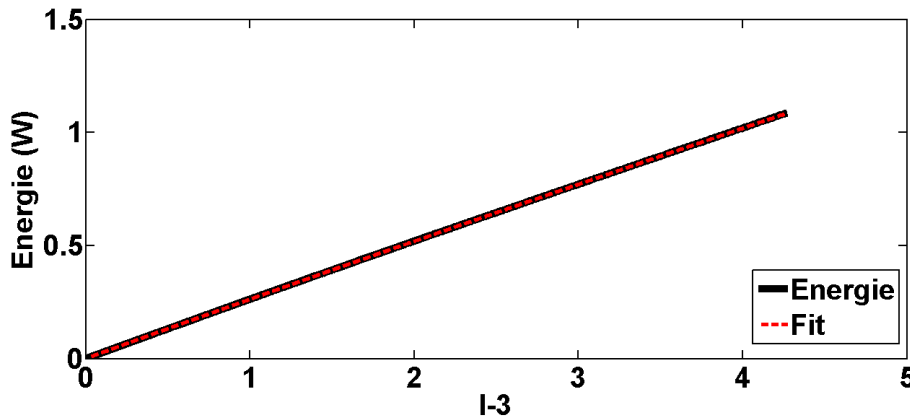


FIGURE 3.12: Courbe énergie en fonction de I-3 pour le matériau 2CB_8NC (trait plein). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 150% de déformation (traitillé).

Ce modèle présente aussi des inconvénients. Il est intrinsèquement isotrope et comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, les matériaux chargés présentent une anisotropie. Cette anisotropie peut venir du procédé de fabrication par calandrage et aussi de la sollicitation.

4.3 Identification sur le mélange 2CB_8NC

Afin d'initialiser la valeur des paramètres, nous commençons par ajuster le modèle à 9 paramètres sur la courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale en sélectionnant dans l'essai complet (figure 3.13) la courbe à recaler (figure 3.14). Cet essai est réalisé sur une éprouvette sans trou sur la même machine de traction et avec les mêmes mors.

La méthode fonctionne aussi si l'on prend tous les paramètres à une valeur identique, le nombre d'itérations est simplement plus grand pour atteindre la convergence.

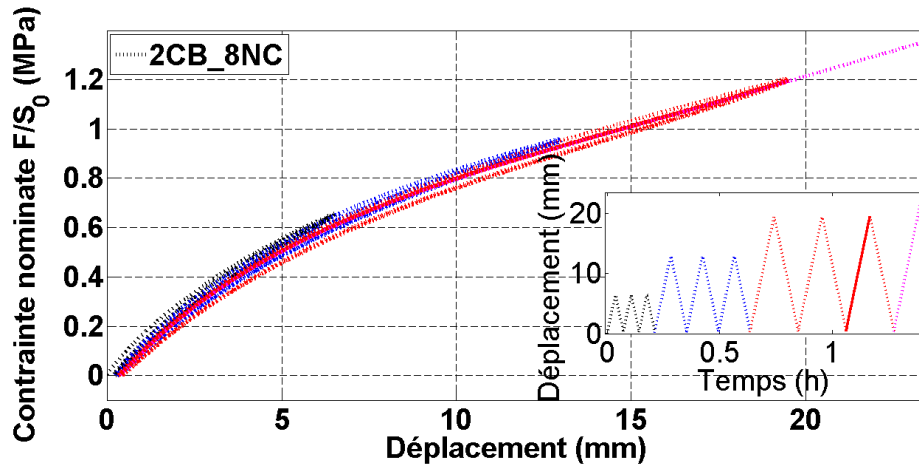


FIGURE 3.13: Courbe contrainte nominale en fonction du déplacement globale pour le matériau *2CB_8NC* (cercles). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 19.5 mm de déplacement (trait plein).

Sur la courbe de traction jusqu'à un allongement λ de 2.5 on ajuste le modèle de Mooney-Rivlin (équation 3.15) dont les paramètres réduits sont écrits équation 3.21.

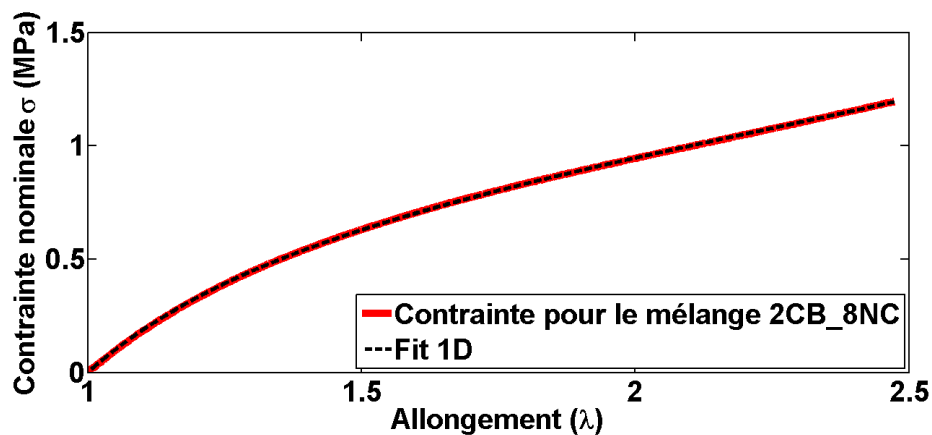


FIGURE 3.14: Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau *2CB_8NC* (trait gras). Le modèle ajusté en traitillé est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15)

Le principe est de trouver, itérativement, le jeu de paramètres minimisant au mieux l'écart entre les champs de déplacements mesurés et calculés (équation 3.2). Nous avons d'abord réalisé les mesures de champs de déplacement. Les mesures sont faites sur un maillage régulier d'élément de 16×16 pixels². Comme nous l'avons vu figure 3.10, un

certain nombre d'éléments se situent au niveau du trou. Ces éléments ne seront pas pris en compte lors de la comparaison entre les champs de déplacements mesurés et ceux issus des simulations numériques. Pour effectuer cette comparaison, nous avons besoin de recalibrer les géométries. Ceci nécessite un point de repère et un passage entre pixels et millimètres. De plus, ces simulations par éléments finis utilisent un maillage différent de celui utilisé en corrélation d'images (figure 3.16).

Pour pouvoir superposer les maillages, nous utilisons un masque venant de la segmentation de l'image de référence (figure 3.15). Nous déduisons de ce masque la position du centre du trou ainsi que sa forme que nous approximations à une ellipse. Ce centre du trou constitue notre point de repère. La conversion entre pixels et millimètres peut se faire en regardant le grandissement de l'objectif, en mesurant d'une autre manière le diamètre du trou etc. Dans notre cas, nous prenons le déplacement du mors du haut, la caméra étant fixe par rapport au bâti. Ce déplacement étant imposé, il est connu en millimètres.

De même, une mesure par corrélation d'images ou un relevé direct des déplacements en pixels sur les images nous donnent aussi ce déplacement. Pour un déplacement imposé de 19.5 mm, nous avons un déplacement par corrélation d'images de 1119 pixels. La taille physique du pixel est donc de 17.4 μm .

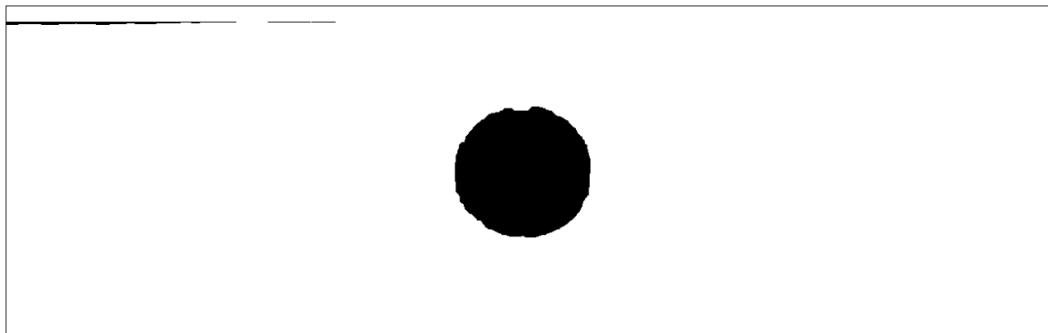


FIGURE 3.15: Masque issu du seuillage de l'image de référence. Le centre du trou permet de faire correspondre les deux maillages (celui de la CIN et celui des calculs EF).

La correspondance des référentiels étant faite, nous pouvons créer les fichiers servant aux simulations. Nous avons besoin de deux fichiers spécifiques pour lancer les calculs. Le premier est un fichier contenant la géométrie ainsi que la table de connectivité du maillage, c'est le fichier .GEO. Le second contient, entre autres, les paramètres du modèle ainsi que les conditions limites pour lancer les calculs, c'est le fichier .DON.

Afin d'avoir un maillage adaptatif, pour lequel nous pouvons faire varier la taille des éléments et leurs dispositions, nous avons besoin d'un logiciel incorporant un mailleur. Le logiciel choisi est Abaqus. Il présente les avantages de pouvoir paramétrer le maillage et d'écrire le tout dans un fichier lisible par Matlab, le fichier .INP.

Une fois que nous avons déterminé la position du centre du trou ainsi que sa forme avec le masque, nous créons avec un script en langage Python le maillage à l'aide du logiciel Abaqus. Nous obtenons en sortie un fichier .INP contenant, entre autres, la géométrie ainsi que la table de connectivité. Il nous suffit d'importer sous matlab le maillage, qui à

ce stade contient des éléments à 8 nœuds. Nous ajoutons un 9^{ème} nœud et nous écrivons le fichier .GEO nécessaire au logiciel DELI (Figure 3.16). Les maillages montrés dans les figures (3.16, 3.17 et 3.19) ne comportent que 4 des 9 nœuds par élément pour plus de lisibilité. Nous superposons les maillages sur l'image de référence (Figure 3.17), nous vérifions ainsi que le maillage utilisé par DELI est bien inclus dans celui de CORRELI.

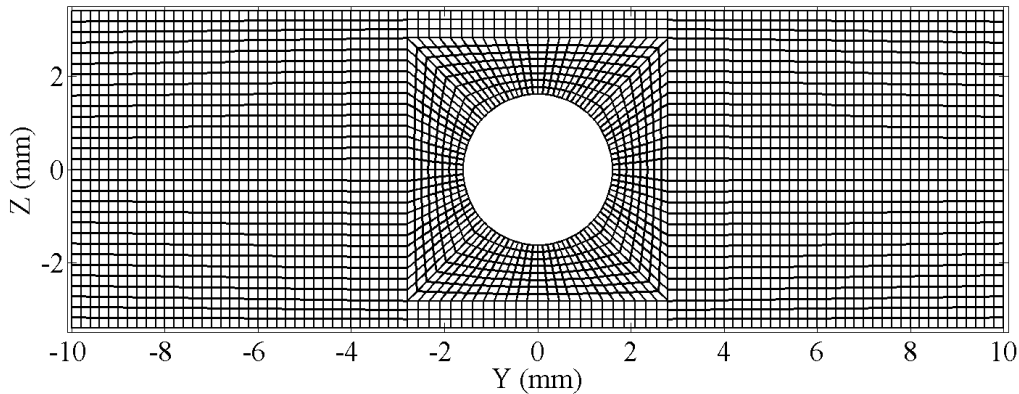


FIGURE 3.16: Maillage utilisé pour les simulations numériques avec le logiciel DELI. Le maillage est généré avec le logiciel Abaqus. Les éléments utilisés sont des quadrangles à 9 nœuds.

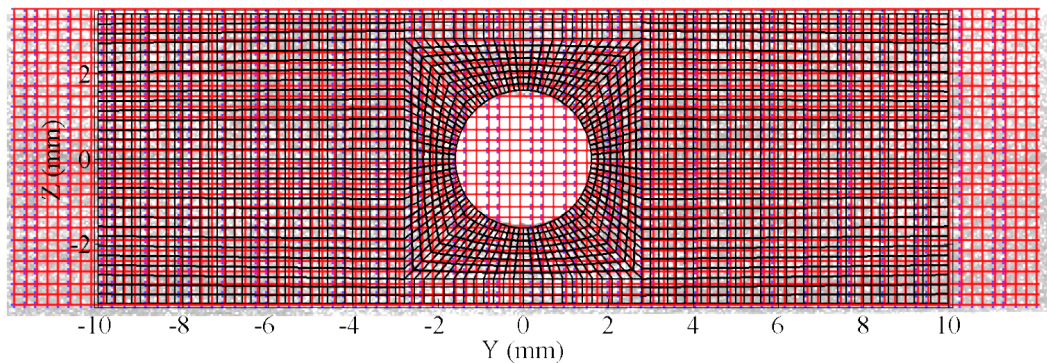


FIGURE 3.17: Superposition du maillage généré avec le logiciel Abaqus, du maillage utilisé pour la corrélation d'images numériques et de l'image de référence. Le maillage pour les simulations avec le logiciel DELI est inclus dans celui utilisé pour les mesures de déplacements dans le logiciel CORRELI.

Comme nous pouvons le voir figure 3.17, les deux maillages sont incompatibles. On interpole donc le maillage issu de la corrélation d'images, car il est moins résolu et plus étendu spatialement, sur celui issu de la simulation numérique. On obtient ainsi les champs de déplacements mesurés à l'endroit des nœuds du maillage utilisé pour les simulations (figure 3.18). Nous pouvons ainsi extraire les déplacements mesurés pour les imposer au bord du maillage de DELI. La figure (3.19) montre les déplacements imposés

au maillage en les représentant par des flèches dont la longueur est proportionnelle à l'amplitude des déplacements. Il nous reste à créer le fichier .DON contenant les paramètres du modèle et les conditions limites pour un calcul DELI s'effectuant dans notre cas en contraintes planes.

Ce premier jeu de paramètres donne des champs de déplacements proches de ceux mesurés. La différence entre ces champs est, comme attendue, plus forte proche du trou (figure 3.21).

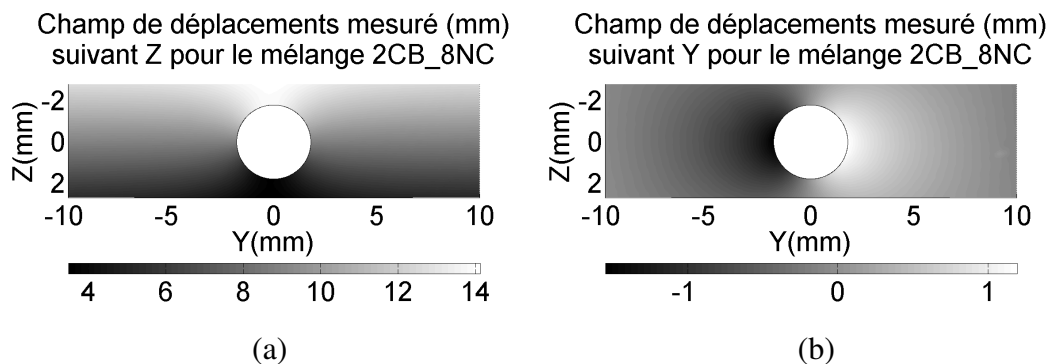


FIGURE 3.18: Champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs correspondent à ceux montrés figure (3.11). Ils sont interpolés sur les nœuds du maillage utilisé pour les calculs et sont exprimés en millimètres.

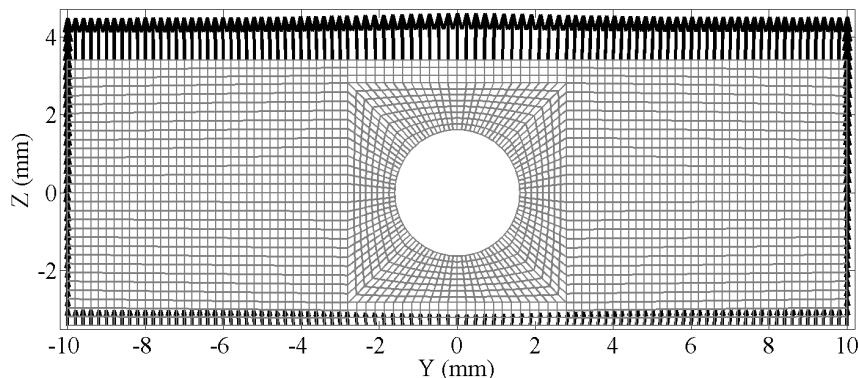


FIGURE 3.19: Maillage utilisé pour les simulations numériques avec le logiciel DELI. Conditions limites en déplacement imposées. La longueur des flèches est proportionnelle à la valeur du déplacement imposé.

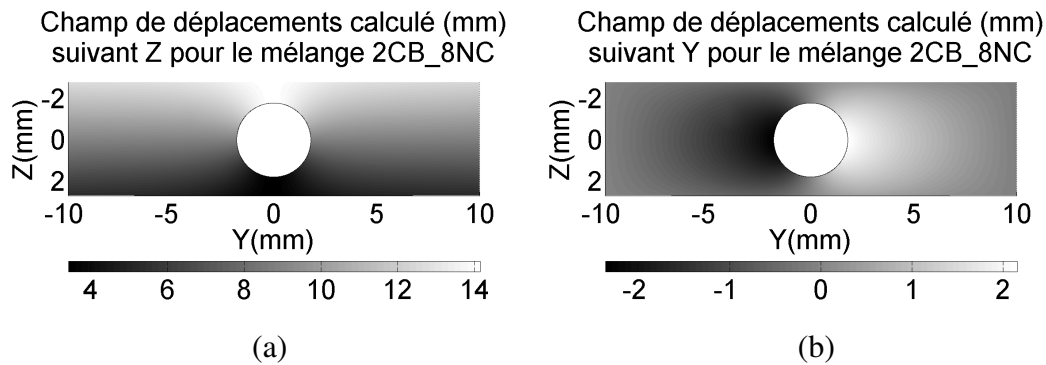


FIGURE 3.20: Champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, calculés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus en imposant les champs mesurés aux bords (figure 3.18) et en prenant les paramètres issus de l'ajustement sur la courbe 1D (figure 3.14).

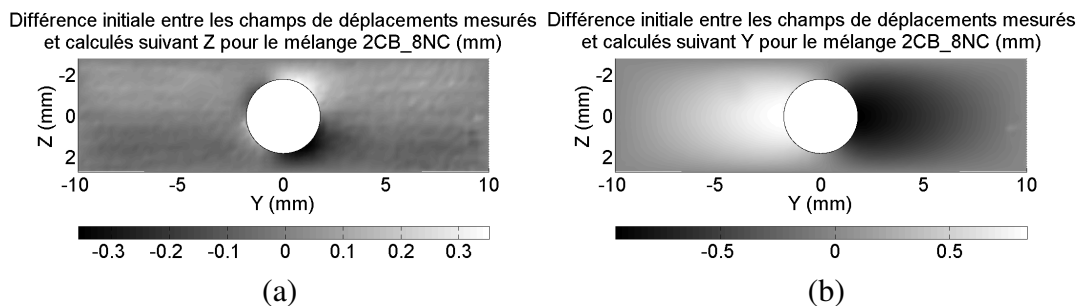


FIGURE 3.21: Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.18 et figure 3.20.

L'amplitude de la différence initiale entre les champs de déplacements calculés et mesurés est d'environ 0.65 mm dans la direction de traction et d'environ 1.6 mm dans la direction transverse. Ainsi les paramètres sont mal identifiés dans la directions transverse sur un essai de traction simple. L'intérêt de faire un recalage sur un champ complet plutôt que sur une courbe est ici mis en évidence et permet de localiser sur l'éprouvette les lieux où le modèle est mal ajusté.

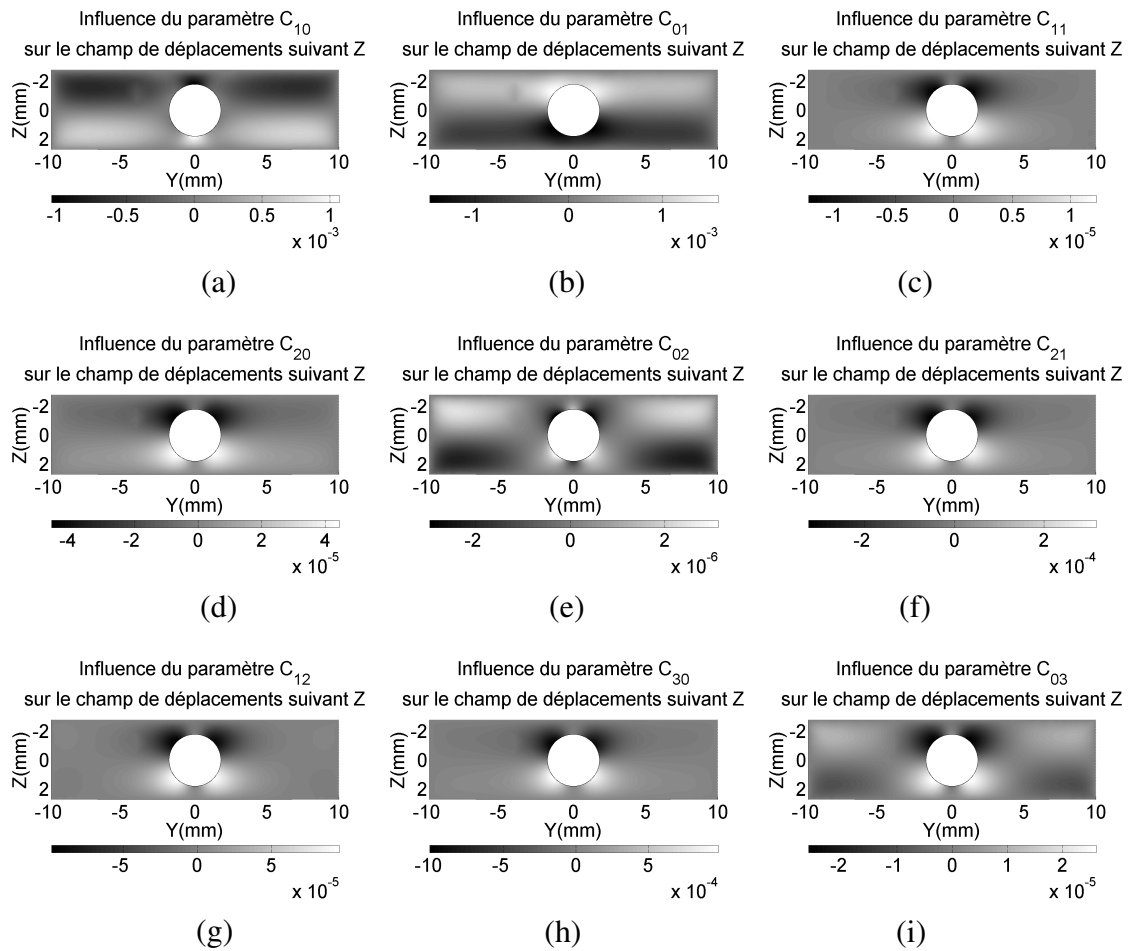


FIGURE 3.22: Champs de déplacements suivant la direction de traction Z induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i).

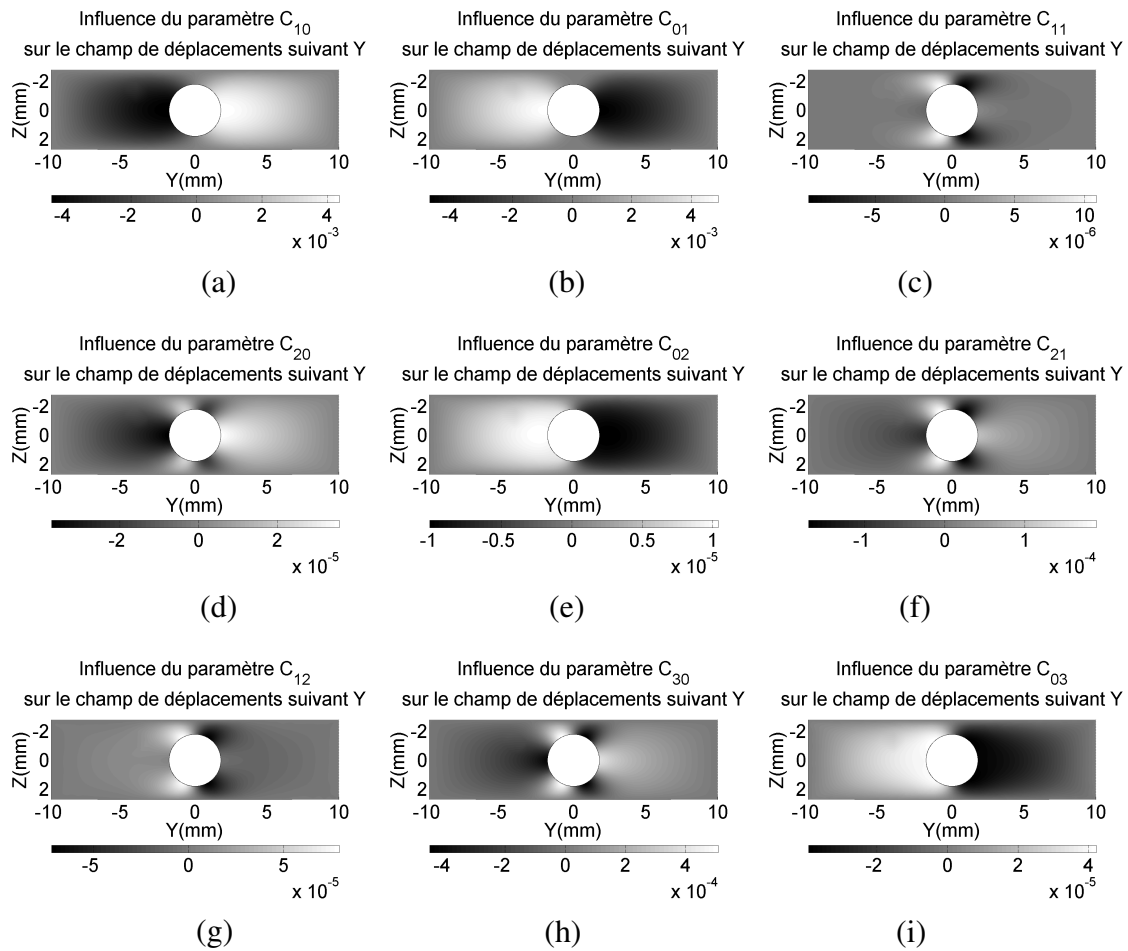


FIGURE 3.23: Champs de déplacements suivant la direction de transverse Y induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i).

La méthode utilisée pour l'identification des paramètres par minimisation de l'écart entre les champs mesurés et ceux calculés nécessite quelques étapes. Nous commençons par calculer les champs de déplacements induits par la variation des paramètres du modèle (figures 3.22 et 3.23). Tous ces champs nous servent de base pour réduire l'écart montré figure 3.21. En utilisant la méthode itérative exposée en 4.1, nous obtenons une variation progressive des paramètres jusqu'à stabilisation (figure 3.24). Nous utilisons différents critères lors des itérations :

- nombre minimum de 5 itérations
- nombre maximum de 50 itérations
- arrêt pour une évolution de l'écart inférieure à $1E - 05$
- arrêt pour une norme β_i (équation 3.9) inférieure à $1E - 05$

Ces critères ont été mis très bas pour arriver à convergence lorsque l'évolution de l'écart entre les champs de déplacements mesurés et ceux calculés sont faibles. Ainsi,

nous décrétons qu'il y a convergence lorsque le système est figé. Nous constatons sur la figure 3.24 qu'au bout de quelques itérations, les valeurs des paramètres n'évoluent plus de façon significative. De plus, nous constatons que seul deux paramètres sont réellement prépondérants pour cet essai, C_{10} et C_{01} , les autres étant plusieurs décades en dessous.

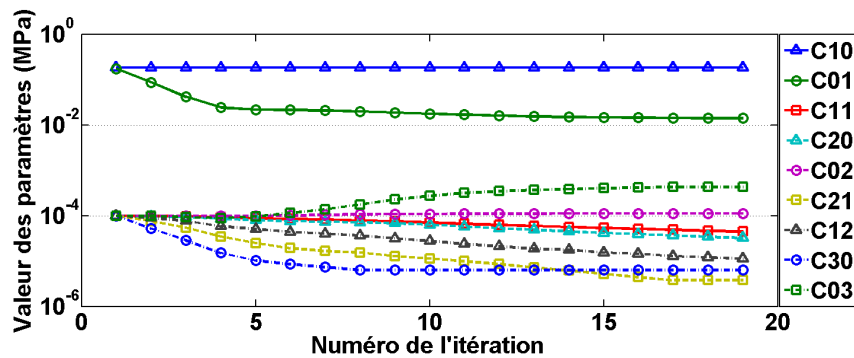


FIGURE 3.24: Évolution au cours des itérations des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin utilisé. Les paramètres de l'itération 1 sont obtenus avec l'identification classique sur les courbes de traction 1D.

En parallèle de l'évolution des paramètres, on peut suivre l'évolution de différents critères (figure 3.25). Par exemple, nous suivons la norme de l'écart, au sens des moindres carrés, entre les champs de déplacements mesurés avec CORRELI.Q4 et ceux calculé avec DELI, nous notons cet écart (ΔU). Nous pouvons aussi voir l'évolution de la norme du vecteur β mettant à jour les paramètres (équation 3.9). Nous constatons que passée l'itération 4, ΔU ne varie presque plus. En revanche la norme de β commence à décroître à partir de cette même itération 4.

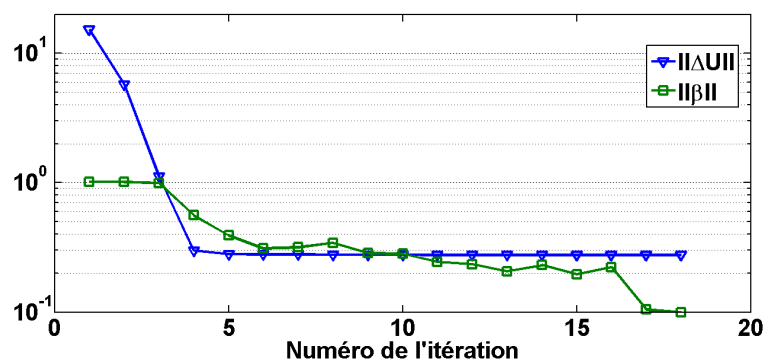


FIGURE 3.25: Évolution au cours des itérations des critères utilisés. Le critère d'arrêt a été atteint ici sur la variation de ΔU .

Lorsque la norme du vecteur β est très faible, cela veut dire que l'on est proche d'un minimum de la solution.

Lorsque l'on arrive à la fin du calcul, on peut afficher les champs induits par la variation des paramètres comme nous l'avons fait auparavant (figure 3.26 et 3.27). Ces champs sont assez différents de ceux utilisés lors de la première étape (figure 3.22 et 3.23). Ils permettent de voir quelles sont les zones affectées par les paramètres du modèle. On constate que certains se ressemblent fortement ce qui laisse penser que les champs issus des variations de paramètres sont liés et cela conforte notre démarche visant à régulariser le système. On pourra aussi envisager d'optimiser les calculs en identifiant les champs liés et en ne prenant que ceux très distincts.

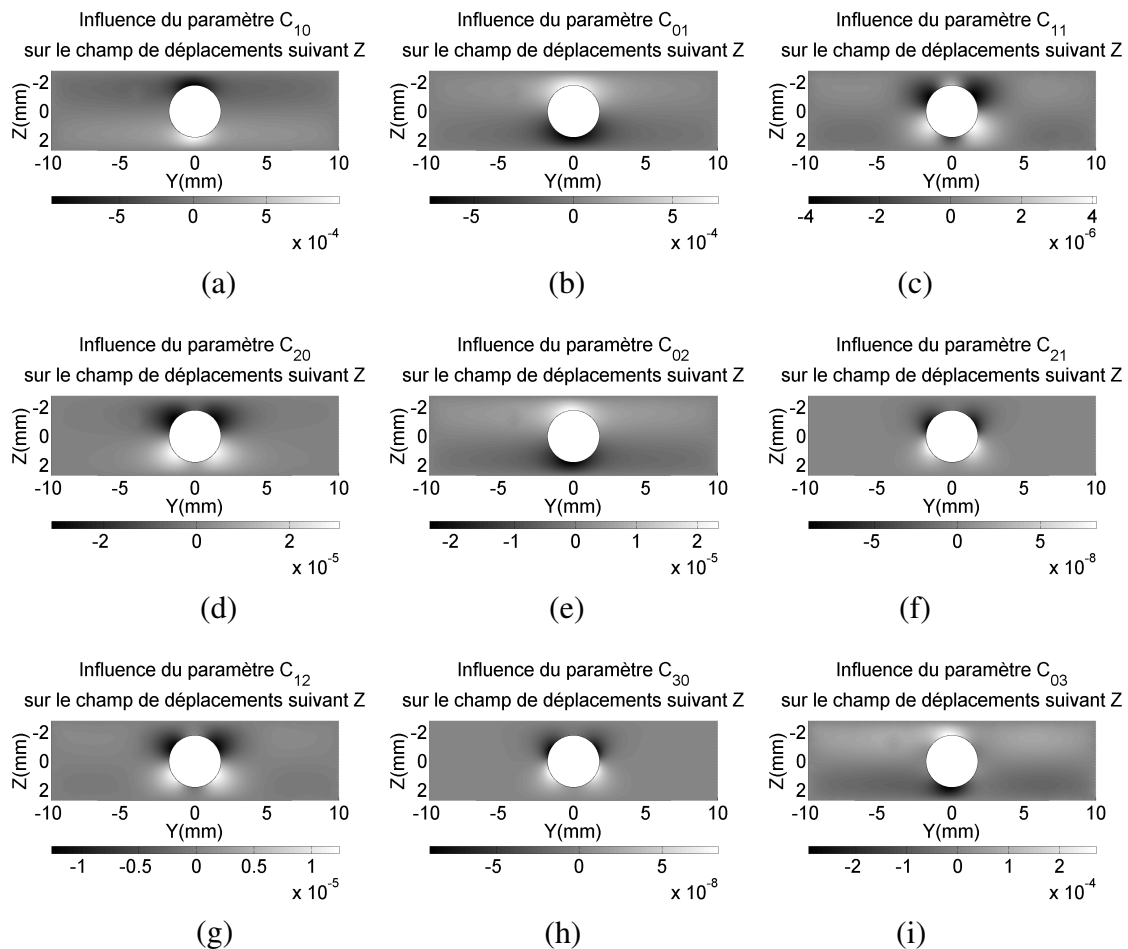


FIGURE 3.26: Champs de déplacements suivant la direction de traction Z induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i). Ces champs sont obtenus pour la dernière boucle de l'identification.

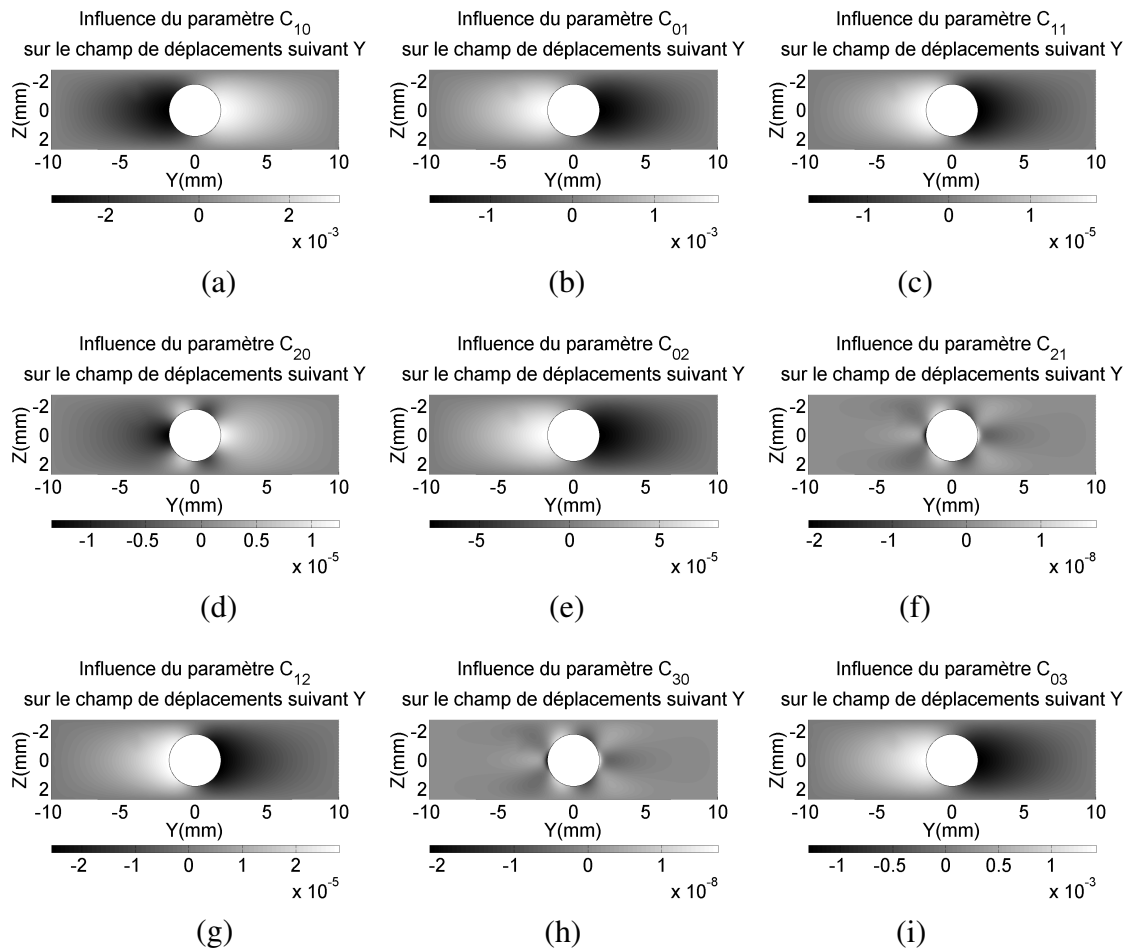


FIGURE 3.27: Champs de déplacements suivant la direction de transverse Y induits par la variation de 10% des paramètres C_{10} (a), C_{01} (b), C_{11} (c), C_{20} (d), C_{02} (e), C_{21} (f), C_{12} (g), C_{30} (h) et C_{03} (i). Ces champs sont obtenus pour la dernière boucle de l'identification.

La figure 3.28 montre la différence des champs de déplacement une fois la convergence atteinte. La différence la plus frappante avec la figure 3.21 est pour la direction transverse Y. On avait un écart très important avec une amplitude de 1.6 mm d'écart entre les champs $\mathbf{u}_{CIN}(\mathbf{x})$ et $\mathbf{u}_{EF}(\mathbf{x}; \alpha)$ pour des mesures dont l'amplitude des déplacements sont de 2.4 mm. Après convergence, l'amplitude n'est plus que de 0.25 mm avec un équilibrage des déplacements autour du trou. Dans la direction de traction Z, l'écart est aussi réduit, passant d'une amplitude de 0.65 à 0.45 mm pour des déplacement dont l'amplitude est de 10 mm. Ainsi, là où les paramètres issus de l'identification 1D avaient beaucoup de mal à traduire l'ovalisation du trou avec la sollicitation, c'est beaucoup moins le cas une fois que l'algorithme a convergé. On remarque cependant des différences très près du trou qui ne sont pas du bruit et qu'on ne peut réduire avec la loi de comportement isotrope utilisée. Une raison vraisemblable est que le comportement de l'élastomère obtenu par pressage est connu pour être anisotrope avec une différence de module dynamique de l'ordre de 5

à 10%. Plus précisément, comme nous faisons un recalage en déplacement, nous faisons une minimisation au sens des moindres carrés de l'équation 3.18 en fixant les rapports des paramètres avec ceux identifiés.

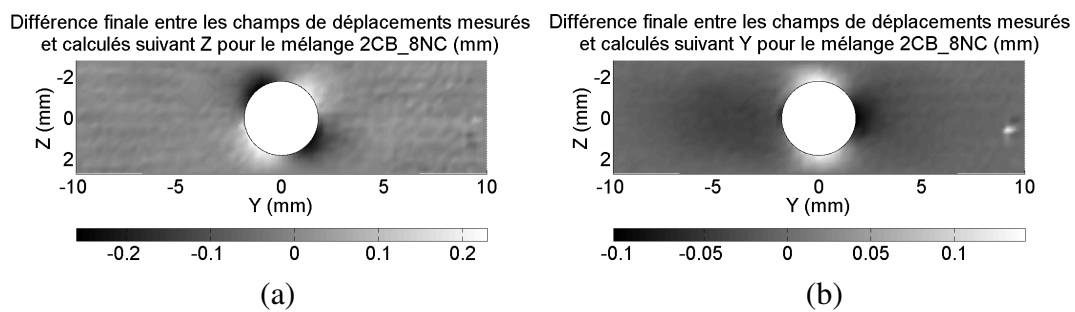


FIGURE 3.28: Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 2CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.18 et ceux obtenus après convergence des calculs.

Cette identification a été montrée pour des champs de déplacements issus d'une mesure par corrélation d'images entre l'image à effort nul et celle pour un déplacement du mors de 150%, comme montré figure 3.11. Il est possible d'utiliser cette même méthodologie sur toute la série d'images pour tirer parti de toutes les gammes de déformations, des petites pour les premières images aux grandes pour les dernières. Comme nous l'avons déjà dit, le recalage en déplacements nous donne une information sur les rapports des coefficients du modèle. On peut donc tracer l'évolution des rapports des modules (figure 3.29). Dans notre cas seuls C_{01} et C_{10} sont significatifs, nous ne tracerons donc que l'évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ avec l'allongement. Les courbes tracées sont pour des identifications sur des paires d'images prises séparément. Lorsque l'on fait le même exercice sur toute la série d'images, on obtient une valeur moyenne du rapport avec $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ valant 0.16.

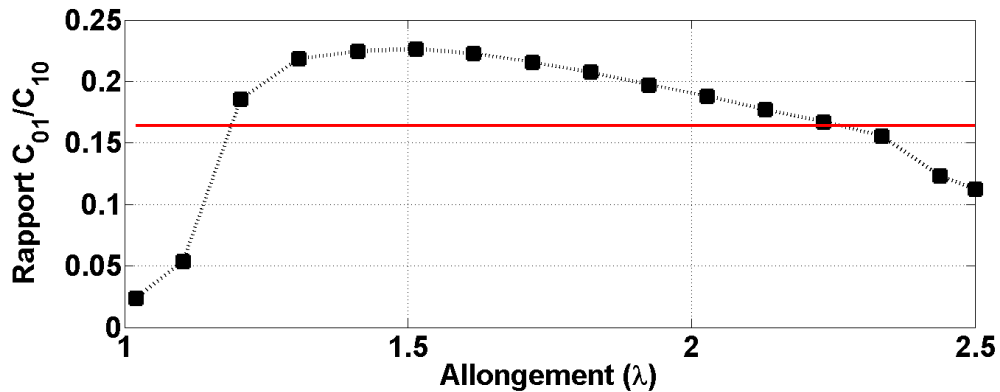


FIGURE 3.29: Évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ pour différentes paires d'images avec l'image à effort nul servant de référence et des images déformées à un allongement λ variable. La ligne horizontale correspond à la valeur du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ lorsque l'on prend toutes les images pour faire l'identification.

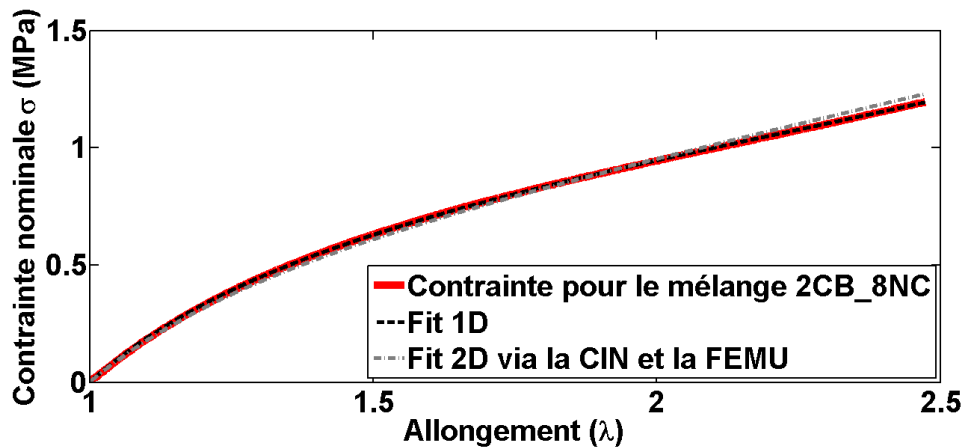


FIGURE 3.30: Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau *2CB_8NC* (trait gras). On superpose à cette courbe deux courbes issues de deux identifications. La première provient d'un ajustement direct de la courbe (foncé), la seconde provient de l'identification via la corrélation d'images (clair). Le modèle ajusté est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15).

Paramètres	$C_{10} + C_{01}$	$C_{11} + C_{20} + C_{02}$	$C_{21} + C_{12} + C_{30} + C_{03}$
Valeur initiale (MPa)	0,2668	-0,0090	0,0011
Valeur finale (MPa)	0,2514	0,0007	0,0000

Tableau 3.1: Valeurs initiales des paramètres identifiés à partir de la figure 3.14 et valeur finale des paramètres identifiés par la méthodologie mise en place.

Les différences proviennent du fait que dans notre méthodologie nous imposons des paramètres positifs or dans l'identification faite équation 3.15, certains paramètres sont nécessairement négatifs.

Ce que l'on constate au regard de la figure 3.30, c'est une différence faible entre l'identification 2D via le recalage par éléments finis et la courbe expérimentale alors que les deux principaux paramètres ont évolué (tableau 3.1). Ceci nous conforte dans l'idée que la méthodologie développée peut être utile pour identifier les paramètres de modèle sur des essais se rapprochant des conditions industrielles d'utilisation des matériaux.

Le matériau sur lequel nous venons de faire l'identification est un matériau modèle, peu chargé, presque isotrope et ne présentant pas d'effets complexes comme l'effet Mullins. Pour nous rapprocher des matériaux couramment utilisés chez Michelin, ils nous est indispensable d'étudier un matériau chargé. Nous savons que l'effet Mullins induit un caractère anisotrope marqué du comportement ([22]) et que l'endommagement est clairement inhomogène spatialement. Lorsqu'une loi prenant en compte cette anisotropie et un endommagement non uniforme sera disponible dans DELI, la procédure pourra être conduite sans la changer. Nous avons choisi le plus chargé des trois pour valider notre méthodologie, le 24CB_8NC.

4.4 Identification sur le mélange 24CB_8NC

Nous avons donc réalisé un essai cyclique avec des amplitudes croissantes de chargement (figure 3.31). L'essai est piloté en déplacement avec des séries de trois cycles pour faire l'identification en s'affranchissant de l'effet Mullins. Comme nous pouvons le voir sur la figure 3.31, les cycles deux et trois sont presque identiques. Nous partons du principe que le matériau est accommodé au troisième cycle.

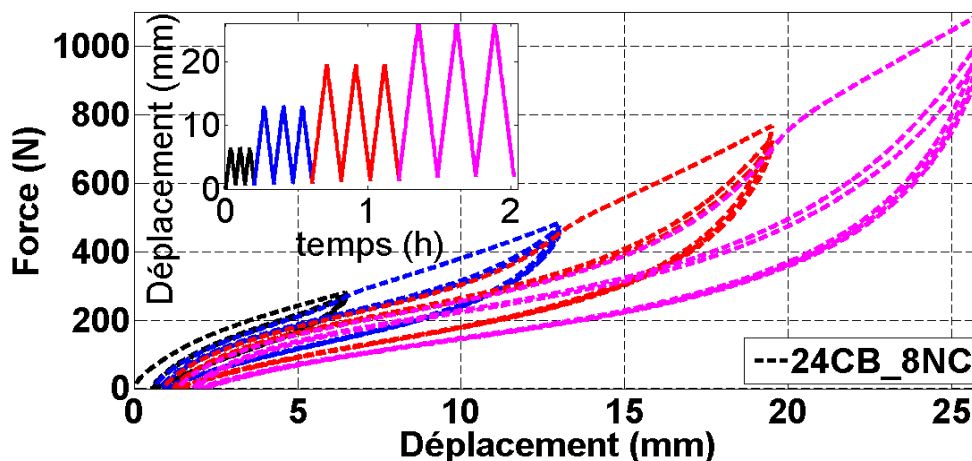


FIGURE 3.31: Courbe effort en fonction du déplacement pour le matériau 24CB_8NC. L'éprouvette faisant 13 mm de haut, tous les trois cycles l'amplitude est augmentée de 6.5 mm.

Pour faire l'identification, nous prenons la courbe de traction du troisième cycle de

chargement avec une amplitude de 26 mm. Cette amplitude correspond à 200% de déformation car l'éprouvette fait initialement 13 mm de haut. Comme nous pouvons le voir figure 3.33, nous avons retiré les déplacements rémanents (environ 10%). Nous utilisons les équations 3.18 et 3.19 pour avoir un ajustement de l'énergie montré figure 3.32 donnant

$$c = (0.7861, -0.0636, 0.0123) \quad (3.22)$$

L'ajustement de la contrainte montré figure 3.33 donne

$$c = (0.7740, -0.1230, 0.0366) \quad (3.23)$$

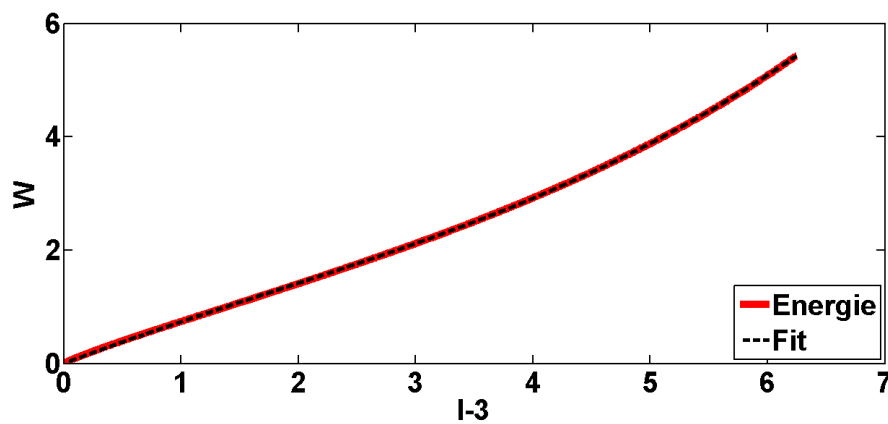


FIGURE 3.32: Courbe énergie en fonction de I-3 pour le matériau 24CB_8NC (trait plein). Le modèle est identifié sur la courbe de charge du troisième cycle à 200% de déformation (traitillé).

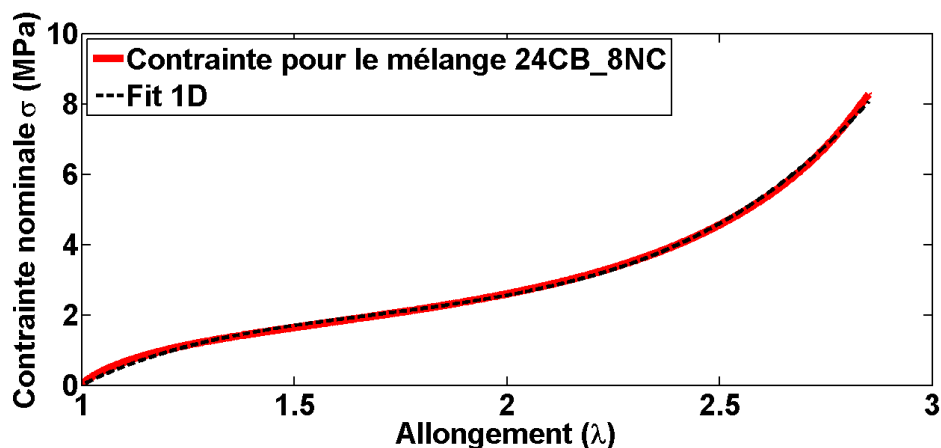


FIGURE 3.33: Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau 24CB_8NC. L'éprouvette fait 13 mm de haut et 120 mm² de surface minimum. Le modèle de Mooney-Rivlin est ajusté sur cette courbe et les valeurs des paramètres sont indiquées équation 3.23

La figure 3.34 montre les champs de déplacements associés aux images (a) et (b). On a des déplacements de l'ordre du millier de pixels dans la direction de traction (Z) et de l'ordre de deux cents pixels pour la direction transverse. Ces très grands déplacements nous imposent de réactualiser l'images de référence avec le cumul d'incertitudes que cela entraîne.

(a) (b) (c) (d)

FIGURE 3.34: Image de référence (a), image déformée (b), champ de déplacements mesuré suivant la direction de traction (c) et champ de déplacements suivant la direction transverse (d). Un masque circulaire est apposé à l'endroit du trou pour la comparaison de ces champs avec ceux issus des simulations numériques.

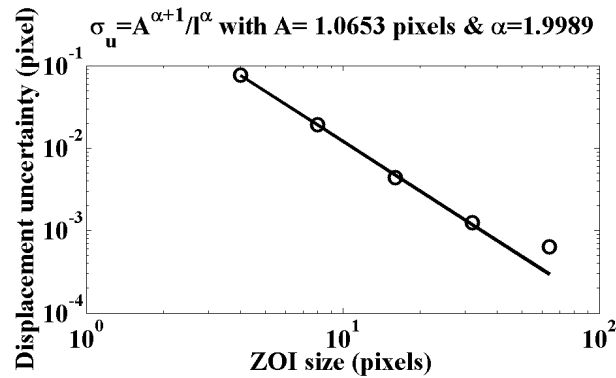


FIGURE 3.35: Incertitude sur les déplacements en fonction de la taille d'élément choisi. La zone choisie se trouve en dehors du trou sur l'image de référence (figure 3.34a).

Nous avons 94 images pour cette courbe soit 93 champs de déplacements. La précision théorique est de 4×10^{-3} pixel pour des éléments de 16×16 pixels² (figure 3.35). Pour 93 champs, on s'attend donc à une incertitude théorique cumulée de :

$$\sigma_u = \sqrt{93} \times 4 \times 10^{-3} = 3,86 \times 10^{-2} \quad (3.24)$$

Nous allons donc utiliser ces champs de déplacements mesurés afin d'identifier les paramètres du modèle de Mooney-Rivlin. Nous appliquons la même méthodologie que celle

utilisée avec le mélange peu chargé. Nous obtenons les champs de déplacements mesurés (figure 3.36) et calculés (figure 3.37). Nous en déduisons la différence initiale (figure 3.38). On constate comme pour le cas du mélange peu chargé une différence initiale très importante entre les champs de déplacements mesurés et ceux calculés.

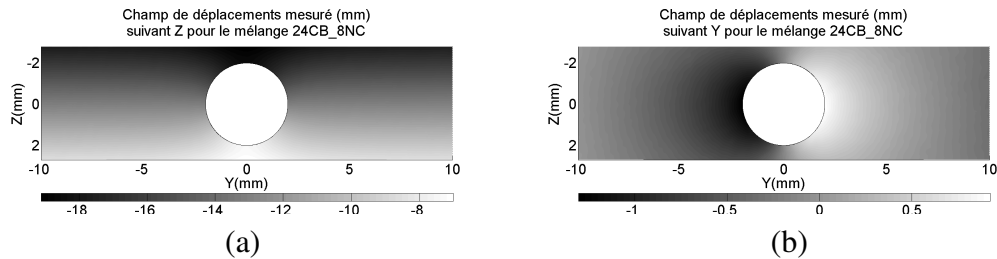


FIGURE 3.36: Champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs correspondent à ceux montrés figure (3.34). Ils sont interpolés sur les nœuds du maillage utilisé pour les calculs et sont exprimés en millimètres.

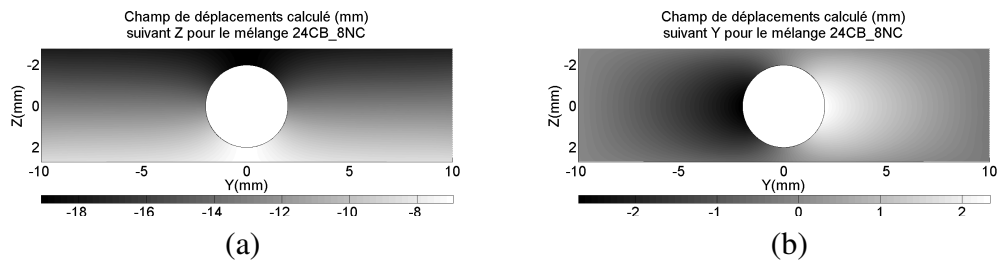


FIGURE 3.37: Champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus en imposant les champs mesurés aux bords (figure 3.36) et en prenant les paramètres issus de l'ajustement sur la courbe 1D (figure 3.33).

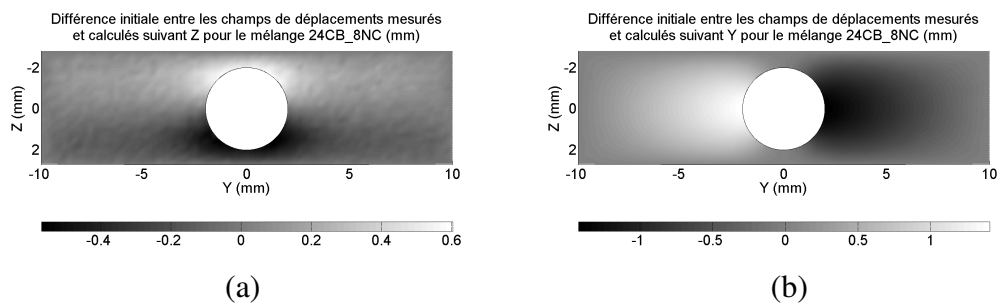


FIGURE 3.38: Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.36 et figure 3.37.

Nous remarquons figure 3.38, comme pour le mélange peu chargé, une différence initiale non négligeable entre les champs de déplacements mesurés et ceux calculés avec DELI. Nous relevons un écart autour du trou allant de -0.5 à 0.5 mm dans le sens de traction (figure 3.38a) pour des déplacements allant de -7 à -19 mm (figure 3.36a). Dans le sens transverse cet écart est entre -1.4 et 1.4 mm (figure 3.38b) pour des déplacements mesurés allant de -1.2 à 0.9 mm (figure 3.36b). Nous exécutons la même procédure pour identifier les paramètres et les figures 3.39 et 3.40 montrent respectivement l'évolution des paramètres et l'évolution de la norme de l'écart entre les champs calculés et mesurés ΔU et de la norme du vecteur β . Comme précédemment, le critère d'arrêt a été atteint sur la variation de ΔU .

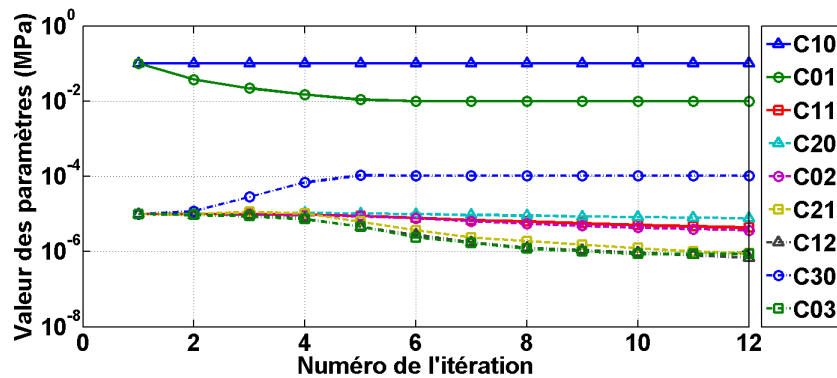


FIGURE 3.39: Évolution au cours des itérations des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin utilisé.

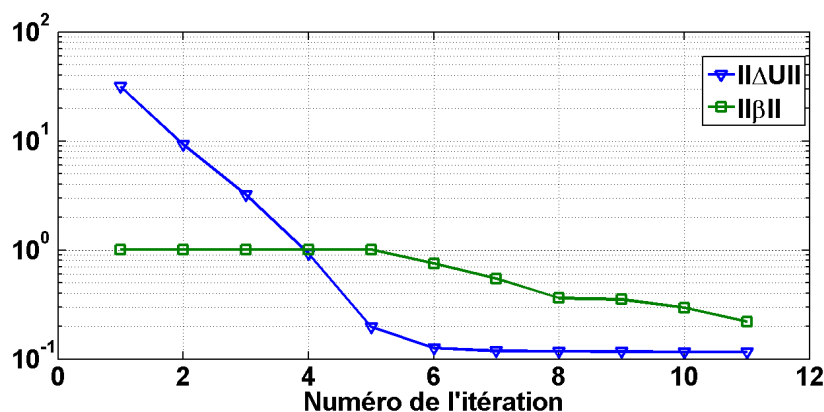


FIGURE 3.40: Évolution au cours des itérations des critères utilisés. Le critère d'arrêt a été atteint ici sur la variation de ΔU .

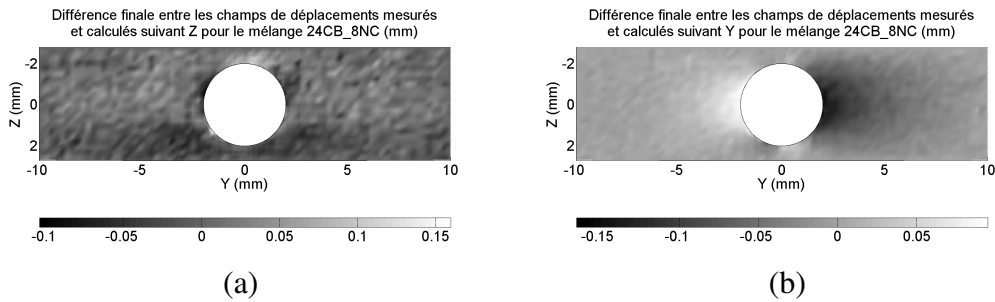


FIGURE 3.41: Différence entre les champs de déplacements, pour le mélange 24CB_8NC, calculés et mesurés suivant la direction de traction Z (a) et suivant la direction transverse Y (b). Ces champs ont été obtenus faisant la différence entre les champs montrés figure 3.36 et ceux obtenus après convergence des calculs.

Nous pouvons voir figure 3.41 que l'écart résiduel entre les champs de déplacements mesurés et ceux calculés à convergence de la méthode sont très faibles. La différence suivant la direction de traction (figure 3.28a) provient essentiellement du bruit de mesure et ne représente plus qu'un écart de 0.15 mm au maximum pour des déplacements mesurés de l'ordre de la dizaine de millimètres. Suivant la direction transverse, un certain écart persiste près du trou. En effet, le matériau chargé a subi un endommagement inhomogène et son comportement est d'autant plus anisotrope que l'amplitude des sollicitations est forte. Or ce comportement n'est pas pris en compte dans le modèle choisi. Il faudra donc utiliser la même méthodologie lorsqu'il nous sera possible d'utiliser une loi de comportement prenant en compte cette anisotropie et l'endommagement. Nous avons aussi fait cette identification sur différentes paires d'images ainsi que sur une série d'images en regardant l'évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ en fonction de l'allongement λ (figure 3.42).

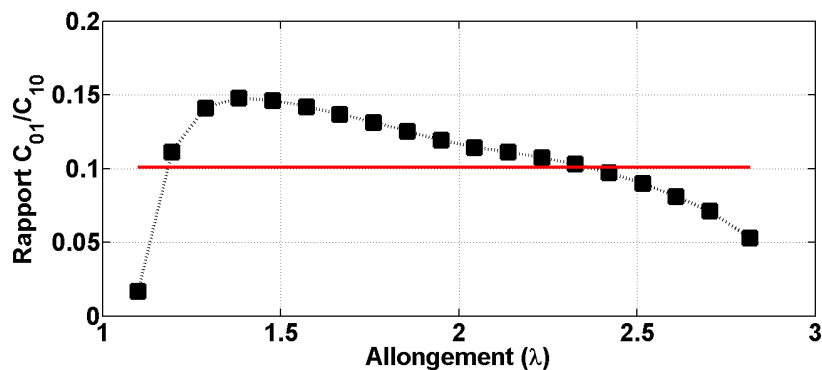


FIGURE 3.42: Évolution du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ pour différentes paires d'images avec l'image à effort nul servant de référence et des images déformés à un allongement λ variable. La ligne horizontale correspond à la valeur du rapport $\frac{C_{01}}{C_{10}}$ lorsque l'on prend toutes les images pour faire l'identification.

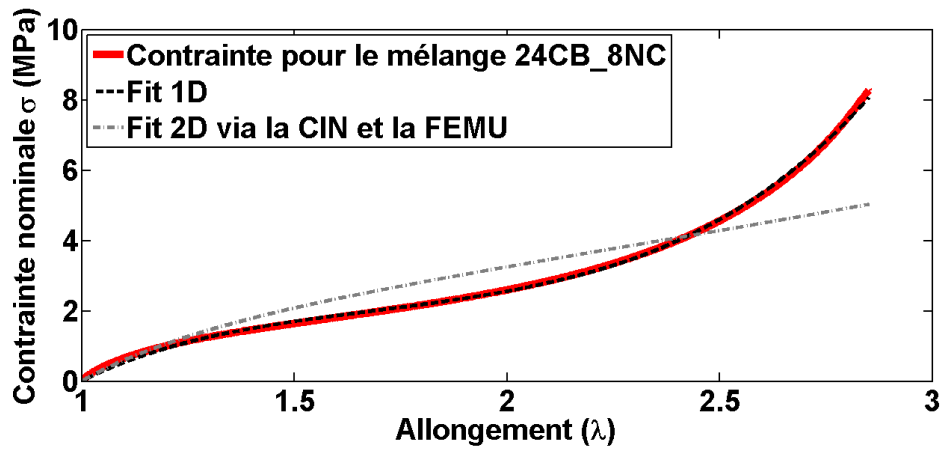


FIGURE 3.43: Courbe contrainte nominale en fonction de la déformation globale pour le matériau *24CB_8NC* (trait gras). On superpose à cette courbe deux courbes issues de deux identifications. La première provient d'un ajustement direct de la courbe (foncé), la seconde provient de l'identification via la corrélation d'images (clair). Le modèle ajusté est de type Mooney-Rivlin (équation 3.15).

Paramètres	$C_{10} + C_{01}$	$C_{11} + C_{20} + C_{02}$	$C_{21} + C_{12} + C_{30} + C_{03}$
Valeur initiale (MPa)	0,7740	-0,1230	0,0366
Valeur finale (MPa)	0.8623	0.0001	0.0008

Tableau 3.2: Valeurs initiales des paramètres identifiés à partir de la figure 3.33 et valeur finale des paramètres identifiés par la méthodologie mise en place pour le mélange *24CB_8NC*.

Comme nous pouvons le voir figure 3.43, le recalage sur la courbe de traction est nettement moins bon que celui fait initialement. Bien que nous ayons fortement réduit l'écart entre les champs de déplacements mesurés et calculés, le fait d'imposer à nos paramètres de rester positif nous empêche d'avoir un meilleur recalage. Ainsi il sera intéressant de permettre aux paramètres d'être négatifs tout en assurant la convergence de notre méthodologie ce qui pourrait permettre d'améliorer un peu les résultats. Nous passons maintenant à la conclusion de ce chapitre.

5 Conclusions et perspectives sur l'identification de paramètres de loi hyperélastique

Nous avons mis en place une méthodologie en respectant certaines contraintes. Il nous fallait une identification robuste, versatile, non intrusive et utilisant des calculs direct avec le logiciel DELI développé par Michelin. Ces contraintes nous ont poussées à utiliser un recalage par éléments finis entre des mesures de champs de déplacements faites par corrélation d'images numériques et des simulations numériques dont le modèle mis à notre disposition est une loi hyperélastique isotrope de type Mooney-Rivlin à 9 paramètres.

Afin de permettre ce recalage et sans trop changer le type d'essais couramment réalisés industriellement, nous avons astucieusement modifié des éprouvettes dites « Pure Shear » en les perçant. Ceci nous a permis d'utiliser des mors préexistants et de rajouter de l'inhomogénéité avec une géométrie restant simple et facilement identifiable. Cette méthodologie a ensuite subi deux tests dont le premier sur un mélange peu chargé et donc ayant un comportement essentiellement visco-élastique.

L'identification de paramètres, par la méthode classique, qui avait été faite sur une courbe contrainte/allongement provenant d'un essai homogène (sans trou), c'est révélée fautive et se traduit par un écart très important entre les champs de déplacements mesurés et ceux simulés. À convergence de la méthode, cet écart en déplacements est nettement réduit sans changer de beaucoup le recalage sur la courbe contrainte/allongement. Pour forcer la convergence de la méthode, nous avons à la fois utilisé une pénalisation de la matrice \mathbf{M} et nous avons forcé les paramètres à rester positifs. Ce premier test nous a permis de montrer l'intérêt de cette méthode tout en restant dans un cadre relativement confortable.

Le second test a eu pour but de nous rapprocher des mélanges utilisés dans les pneumatiques. Nous avons donc utilisé la même démarche sur un mélange chargé. Dans le cas des mélanges chargés, à un comportement anisotrope venant de la fabrication se rajoute un endommagement inhomogène dépendant de la sollicitation et lui-même anisotrope. Ces spécificités ainsi que le caractère visqueux du comportement ne sont pas pris en compte dans notre modèle. Ce test nous a donc permis de voir certaines limites de notre méthodologie. Une première limitation provient du choix d'un modèle isotrope pour un comportement clairement anisotrope. Lorsqu'un modèle prenant en compte l'anisotropie du comportement et un endommagement inhomogène nous sera disponible, il nous suffira d'utiliser exactement la même démarche pour améliorer les résultats. Une deuxième limitation vient du fait d'imposer à nos paramètres de rester positifs, faute de temps, nous n'avons pas fait l'exercice en permettant cela. Enfin une troisième limitation tient à la technique de mesure car une partie de l'écart entre les champs mesurés et ceux calculés tient au bruit de mesure. La description du champ de déplacement se faisant par

des éléments finis dont les fonctions de forme sont bilinéaires a du mal à traduire très précisément ce qu'il se passe au voisinage de l'orifice présent dans nos éprouvettes.

Il existe plusieurs façon d'améliorer ces mesures dont une serait d'augmenter le nombre de nœuds par éléments afin d'avoir une description biquadratique des déplacements. Une autre serait d'intégrer la corrélation d'images dans le processus d'identification des paramètres. On utiliserait ainsi les simulations avec DELI pour créer la base de champs décrivant les déplacements sur le domaine considéré. Au lieu de comparer des champs de déplacements avec les erreurs dues à l'interpolation, au repositionnement et à la description bilinéaire, on comparerait directement les images provenant de l'essai et le meilleur jeu de paramètres serai celui minimisant un résidu de corrélation.

Nous passons maintenant à l'étude portant sur l'émoussement de fissures par fatigue.

Chapitre 4

Emoussement en pointe de fissure

Les chapitres précédents nous ont montré comment la mise en place de méthodologies utilisant la corrélation d'images permettait de tirer parti au mieux des mesures obtenues lors d'essais mécaniques. De plus, en utilisant un protocole d'essais simple et en ajoutant des particularités géométriques bien choisies aux éprouvettes classiques, il nous a été possible de tester la méthode d'identification en respectant les contraintes imposées. Nous allons maintenant voir une étude sur une géométrie plus complexe, celle de la fissure. Cette étude vise à étudier l'évolution des champs de déplacements à proximité de la pointe de fissure au cours de l'émoussement dans le cas de différents élastomères chargés afin d'en tirer des enseignements sur les mécanismes d'émoussement.

Sommaire

1	Introduction	78
2	Introduction succincte à la fissuration des élastomères	79
3	Partie expérimentale	83
3.1	Essais mécaniques	83
4	Résultats	91
4.1	Champs de déplacements et de déformations	91
4.2	Analyse des données et comparaison entre les matériaux	95
4.3	Evolution des déformations au cours du cyclage	98
5	Conclusion et perspectives sur la fissuration dans les élastomères fortement chargés	103

1 Introduction

L'émoussement de la pointe de fissure lors de sa propagation en fatigue cyclique est un sujet intéressant tout particulièrement les manufacturiers de pneumatiques. En effet, dans le cas où une microfissure venait à apparaître dans le caoutchouc, la question importante qui en découle est sa propagation possible et donc aussi sa vitesse de propagation en fonction de la sollicitation appliquée.

Des études on montré que cette vitesse de propagation était très affectée par l'émoussement du fond de fissure. Ce problème est particulièrement important pour l'interprétation des essais en fatigue cyclique réalisés en laboratoire. Dans ce cas une préfissure est réalisée à la lame de rasoir dans le matériau et une sollicitation cyclique de faible amplitude est ensuite appliquée à cette préfissure.

Lors de la phase d'émoussement du matériau, la vitesse de propagation de la fissure par cycle diminue typiquement pour se stabiliser ensuite à une valeur stationnaire. Cette baisse de vitesse devrait se traduire soit par un changement des champs de déplacements en pointe de fissure, soit par des modifications des propriétés du matériau ou les deux. Des études antérieures des champs de déformation en pointe de fissure ont montré que ceux-ci dépendaient clairement du matériau même à déformation macroscopique constante ([61]). Néanmoins, les fissures étaient étudiées uniquement après 50000 cycles de traction/décharge. Les matériaux étaient donc accommodés et la vitesse de propagation constante.

Cette étude est complémentaire et porte sur l'évolution des champs de déplacements et donc de déformation, en pointe de fissure dans les premiers stades d'un essai de fissuration par fatigue, et ce sur différents élastomères chargés. Nous introduirons le taux de restitution d'énergie G , très utilisé dans l'étude de la fracture des élastomères, pour caractériser le niveau de sollicitation mécanique. Nous introduirons ensuite des géométries d'éprouvettes permettant de calculer facilement ce taux de restitution d'énergie ce qui justifiera le choix de celle utilisée dans cette étude. Après avoir évoqué l'état de l'art sur la fissuration par fatigue ainsi que certaines des théories et explications concernant l'émoussement, les essais réalisés seront décrits ainsi que des résultats obtenus.

2 Introduction succincte à la fissuration des élastomères

Certaines théories s'attachant à décrire la rupture des matériaux et les concentrations de contraintes près de singularités géométriques ont près de 100 ans ([41]). Une théorie sur la rupture dans un matériau élastique linéaire a été proposée dès 1920 et 1924 par Griffith ([34, 35]). Elle permet de relier la propagation d'une fissure à un bilan énergétique dans un matériau élastique linéaire. Cette théorie sera étendue par Irwin en 1957 ([42]) qui introduira le taux de restitution d'énergie et le désignera par G en l'honneur de Griffith.

Lors d'une propagation de fissure à vitesse constante, ce taux de restitution d'énergie élastique est égal à l'énergie dissipée par unité de surface qu'il faut fournir en pointe de fissure pour qu'elle se propage. S'agissant d'une grandeur mécanique, on peut l'écrire comme étant la dérivée à déplacement imposé \mathbf{u} de l'énergie interne du matériau U par rapport à la surface créée de fissure A :

$$G = - \left. \frac{\partial U}{\partial A} \right|_{\mathbf{u}} \quad (4.1)$$

La généralisation du taux de restitution d'énergie aux matériaux non-linéaires fut introduite par Rice en 1968 [67] avec l'intégrale J (équation 4.4).

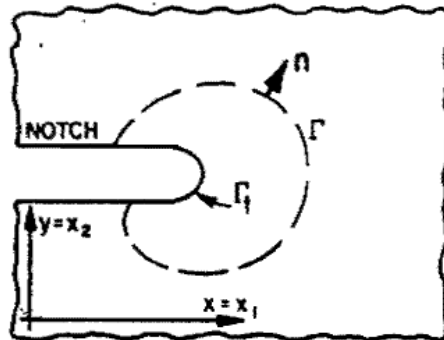


FIGURE 4.1: Fissure dans un milieu en deux dimensions avec x et y représentant les coordonnées cartésiennes, Γ un contour quelconque dans la partie élastique du matériau, Γ_f la pointe de fissure de rayon non nul et \mathbf{n} le vecteur normal au contour. [67]

Dans sa démonstration, Rice considère un milieu homogène soumis à une déformation dans le plan de telle sorte que seules les composantes x et y planaires des coordonnées cartésiennes interviennent dans le calcul de la contrainte (figure 4.1). Il considère un contour autour de la pointe de fissure avec une partie du contour dans le milieu (Γ) et une autre représentant la pointe de fissure avec un rayon non nul (Γ_f). La densité d'énergie de déformation W dépend des coordonnées cartésiennes dans le plan (x et y), elle est exprimée en fonction du tenseur des déformations infinitésimales $\boldsymbol{\epsilon}$ avec l'hypothèse des petites perturbations et vaut :

$$W = W(x, y) = W(\boldsymbol{\epsilon}) = \int \sigma_{ij} d\epsilon_{ij} \quad (4.2)$$

Le vecteur contrainte \mathbf{T} est la projection du tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$ sur la normale extérieure \mathbf{n} soit :

$$T_i = \sigma_{ij}n_j \quad (4.3)$$

Le vecteur des déplacements est désigné par \mathbf{u} , ds représente une section du contour. L'intégrale J vaut :

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - \mathbf{T} \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial x} ds \right) \quad (4.4)$$

Dans le cas des élastomères et en utilisant la mécanique de la rupture élastique linéaire, on obtient $J = G$. Pour certaines géométries comme celle que nous allons utiliser (figure 4.2b et 4.5), ce taux se calcule facilement (figure 4.2).

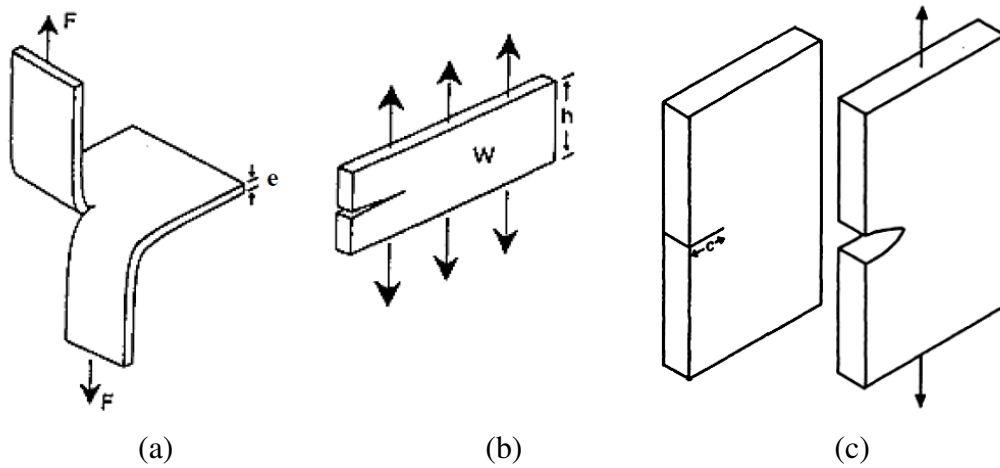


FIGURE 4.2: Éprouvette « pantalon » ($G = \frac{2F}{e}$, F l'effort et e l'épaisseur) pour un essai de déchirure(a). Éprouvette « Pure Shear » ($G = W \times h_0$, W la densité d'énergie de déformation et h_0 la hauteur initiale). La géométrie (b) dite de « cisaillement pur » ou « pure shear » (en l'absence de fissure) est utilisée, entre autres, pour des essais de propagation de fissures par fatigue(b). Éprouvette « Lanière » ($G = 2kWc$, k un facteur dépendant de la déformation et c la longueur de fissure).

L'intégrale de Rice permet d'aborder le cas de la fissuration dans le cas où il n'y a pas d'autres mécanismes dissipatifs que la fissure elle-même. Si ce n'est pas le cas, de nombreux modèles dissipatifs cherchant à décrire l'origine des mécanismes en tête de fissure dans les matériaux. Certains définissent une zone avec une dissipation volumique (modèle de Lake et Thomas [49] ou celui de la trompette de Gennes [19]). D'autres partent d'un critère local avec une zone cohésive (Barenblatt et Dugdale [4, 24], Gent [30], Knauss [46] ...). Ces différents critères ont d'abord été utilisés dans le cas de chargement statiques. Dans celui de la propagation de fissures par fatigue les mécanismes peuvent être différents.

Dans ce cas, à chaque cycle la fissure n'avance quasiment pas, et donc l'essentiel des mécanismes dissipatifs comme Mullins sont évacués. A l'ordre 0, chaque cycle décrit un

chargement accommodé. Cependant, les effets visqueux, et la propagation (lente) de la fissure dans un champ d'endommagement Mullins inhomogène participent de la dépendance de G avec dc/dN . Cela donne lieu à une dissipation répartie dans le volume de l'éprouvette qui rend le problème particulièrement épineux, au sens où par principe la fissuration n'est plus un phénomène autonome, mais nécessite la prise en compte globale de la géométrie de l'essai.

Dans la pratique on se sert souvent de deux valeurs particulières de G : G_0 et G_c traduisant respectivement l'énergie minimum à fournir pour que la fissure se propage et l'énergie au-delà de laquelle la propagation de la fissure est instable.

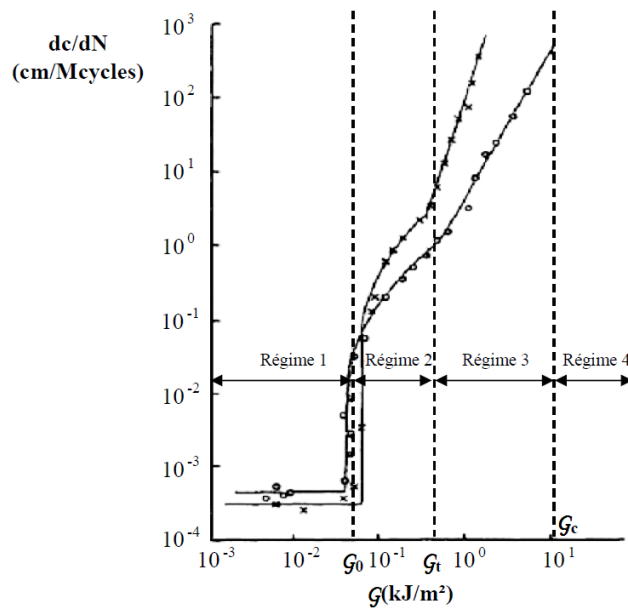


FIGURE 4.3: Vitesse de propagation (dc/dn) en fonction du G appliqué. L'étude porte sur du SBR (\times) et du NR (\circ).[48]

Le seuil de propagation G_0 est identifié en 1967 par Lake et Thomas [49] à la suite d'une étude menée par Lake et Lindley en 1965 [48] sur la propagation de fissure dans un élastomère soumis à une sollicitation cyclique. Ils observent aussi la vitesse de propagation de fissure par cycle ($\frac{dc}{dN}$) en fonction du G appliqué (figure 4.3). Le premier régime est indépendant du G appliqué car lié aux dégradations venant de l'environnement. Un second régime où $\frac{dc}{dN}$ varie linéairement avec le taux de restitution d'énergies, est suivi par un régime où une loi en puissance peut décrire cette évolution et enfin par le régime où la propagation est instable et catastrophique.

Le premier seuil est basé sur des considérations purement physico-chimiques et est de l'ordre de 50 à 100 J/m^2 . Ces estimations sont de deux à trois ordres de grandeur inférieures à ce qui est observé lors d'essais statiques comme le montrent Grellmann et Seidler dans le livre « Deformation and fracture behavior of polymers » [33].

Au delà du seuil G_c la propagation de fissure devient instable et atteint la vitesse des ondes élastiques (environ 50 m/s).

Entre ces deux régimes, le taux de restitution d'énergie est directement relié à la vitesse de propagation d'une fissure ou V_p . Rivlin et Thomas ont dès 1953 étudié ce taux de restitution pour un chargement statique [70]. Dans le cas d'un essai statique, la propagation de fissure dépend fortement de la valeur de G appliquée. En dessous d'un seuil qui reste élevé, la fissure ne se propage plus, dans un matériau chargé en particulier.

Pour pouvoir la propager à vitesse finie et à G plus faible, il faut appliquer des cycles de charge/décharge. Dans ces conditions, on arrive à faire propager une fissure à $G \sim 100 - 200 \text{ J/m}^2$ même dans un élastomère résistant à la fracture ([56]). Ceci suggère fortement que les phénomènes de relaxation en pointe de fissure sont importants pour la propagation.

Lors d'un essai de fatigue cyclique, on observe que la vitesse de propagation de la fissure évolue en fonction du nombre de cycles et du taux de restitution d'énergie. Comme il sera montré plus tard figure 4.14, pour une sollicitation à un G constant, cette vitesse est élevée au début puis se stabilise vers une valeur plus faible.

La propagation de fissures dans les élastomères et les modèles décrivant le taux de restitution d'énergie sont autant de sujets que nous n'aborderons pas plus en profondeur. De part la complexité des mécanismes mis en jeu, ils sont encore l'objet d'études et de thèses. Pour plus d'information sur ces sujets, les thèses de Guy Martin Borret en 2000 ([57]), celle de William Mars en 2001 ([55]) et celle de Samy Mzabi en 2010 ([61]) constituent d'excellentes lectures.

Le but de ce chapitre est d'utiliser la méthodologie de la CIN pour étudier en détail comment les premiers stades de la propagation de fissure sous fatigue cyclique affectent les champs de déformation en tête de fissure. La question est double :

- Comment évoluent les champs de déformation en fonction du nombre de cycle jusqu'à l'état stationnaire ?
- Quelles sont les différences d'évolution entre les trois matériaux de l'étude ?

Nous allons tenter de répondre à ces questions en réalisant des essais dont le protocole est décrit maintenant.

3 Partie expérimentale

3.1 Essais mécaniques

Les essais ont été réalisés à Ladoux sur une machine MTS 831 dédiée en partie à l'étude de la fissuration par fatigue des élastomères. Pour étudier la fissuration par fatigue, les éprouvettes utilisées (montrées sur la figure 4.5) sont dimensionnées pour que le matériau soit sollicité en cisaillement pur à une distance équivalente à la hauteur en s'éloignant d'un bord ou d'une fissure. Cette géométrie présente l'avantage de permettre un calcul simple du taux de restitution d'énergie.

3.1.1 Le montage

Le montage utilisé pour cette étude est celui utilisé par Michelin pour les mesures de fissuration des élastomères (figure 4.4). Le but est d'utiliser le protocole tel qu'il a été défini par l'entreprise et tel qu'il est couramment réalisé. Ces essais ont d'ailleurs été réalisés à Ladoux, au centre technologique de Michelin, avec l'aide de Jean-François Olagnon. On vient simplement ajouter un mouchetis à la surface des éprouvettes et l'on utilise les photos prises par l'appareil pour faire de la corrélation d'images numérique. Ce dernier point nécessite quelques précautions que nous allons préciser. Les mors utilisés sont donc des mors conçus spécifiquement pour les éprouvettes utilisées. Étant donné les efforts à transmettre, ils sont en alliage d'aluminium (nuance 2017) et sont montés sur des tubes, en acier, dimensionnés aussi pour ce type d'essais. Ce montage étant couramment utilisé, il était en place avant cette étude. Nous avons rajouté une plaque se fixant derrière le mors du bas et empêchant sa rotation par rapport au mors opposé.

Pour fixer l'éprouvette, on commence par la mettre dans le mors du bas (relié à la cellule d'effort) sans serrer les vis et en l'inclinant vers l'avant pour ne pas l'écraser. On tare l'effort à 0N. On descend lentement le mors du haut (fixé au vérin hydraulique) en faisant attention à ne pas écraser l'éprouvette. Quand on est proche de la position finale (> 0.5 mm), on redresse l'éprouvette pour l'aider à se loger dans la rainure du mors du haut. Lorsqu'elle est en place dans la rainure du haut, on serre le mors du bas en vissant les vis de la façon la plus uniforme souhaitée. On finit de rapprocher le mors du haut pour avoir un effort nul mesuré par la cellule d'effort. On visse le mors du haut puis on le déplace pour revenir à un effort nul, s'il ne l'était plus. Une fois cette étape réalisée, nous pouvons commencer la prise de photos.

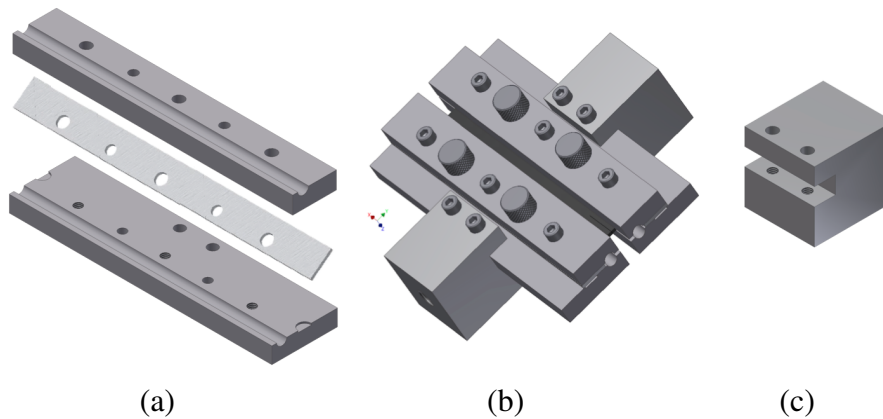


FIGURE 4.4: Montage pour la propagation de fissure dans les éprouvettes dites «PS» (b). Il est composé de deux cubes (c) venant se fixer au vérin ou à la cellule d'effort. Sur chacun des cubes se fixent deux plaques (a) avec des trous pour le centrage et des trous permettant de mettre des vis de serrage. Des cales de même épaisseur que l'éprouvette sont mises entre ces plaques (a). On peut aussi fixer une plaque derrière la plaque du bas afin d'empêcher la rotation d'un mors par rapport à l'autre.

3.1.2 L'appareil photo

L'appareil utilisé est un EOS 450D. Il a une résolution de 4272×2848 pixels (12,2 Megapixels) avec 16384 niveaux de gris (14 bits). Il est monté sur une platine permettant de mesurer la position de l'endroit visé par un réticule, en vertical et en horizontal, au micromètre près. Ce dispositif sert en général à évaluer la position de la pointe de fissure au cours d'un essai de fatigue afin de mesurer la vitesse de propagation, et son évolution. Il est prévu un emplacement pour appareil de type réflex numérique afin de prendre des photos. Nous avons utilisé ce dispositif pour prendre des images au cours de cycles définis préalablement. Le mors du haut étant mobile et celui du bas fixe, ce dispositif nous a aussi permis de déplacer la caméra lors d'un cycle. Plus précisément, les amplitudes de déplacements pour les cycles sont de 3 mm. Les images sont prises tous les 0.2 mm, ce qui fait 30 images par cycle. Si la caméra reste fixe lors de ce cycle, une zone importante de l'éprouvette sort du champ de vision. Afin de maximiser la zone photographiée, la pointe de fissure doit être proche du plan médian de l'image. Nous avons donc déplacé l'appareil photo de la moitié du déplacement du mors vers le haut afin de compenser le déplacement de celui-ci. L'encombrement autour de l'éprouvette nous a contraints à utiliser un éclairage rasant avec des fibres optiques. Avant de lancer chaque essai, nous avons vérifié la qualité du mouchetis comme montré précédemment figures 4.6, 4.7 et 4.8. Nous décrivons maintenant la préparation des éprouvettes avant d'aborder les essais réalisés.

3.1.3 Préparation de l'éprouvette utilisée

Pour pouvoir obtenir une bonne mesure des champs de déplacements par corrélation d'images, il nous faut un mouchetis fin et uniformément réparti sur la surface observée de

l'éprouvette. On commence par nettoyer les éprouvettes en rinçant abondamment avec de l'éthanol pour retirer les poussières fixées à leurs surfaces. On utilise ensuite une soufflette pour sécher cette surface. Le résultat de ces deux opérations est une surface sans poussières, de couleur uniforme et sèche. On dépose ensuite une grande quantité de talc à la surface pour la recouvrir complètement. On souffle ensuite dessus pour retirer l'excédent. On obtient une surface avec un mouchetis très fin et d'aspect homogène. Étant donné la taille des pixels ($4.8 \mu\text{m}$), on cherche à faire des taches dont le diamètre est de l'ordre de la dizaine de microns. Il s'agit ensuite de tester ce mouchetis en utilisant des outils de prétraitements donnant la précision des mesures par corrélation d'images numérique en fonction de la taille des éléments pris. Les mélanges testés sont les mélanges *2CB_8NC*, *17CB_8NC* et *24CB_8NC*. La différence principale entre ces mélanges est la fraction volumique en noir de carbone. Les mélanges ont dans notre cas 2%, 17% et 24% en volume de noir de carbone. Les figures (4.6, 4.7 et 4.8) montrent la surface des éprouvettes fissurées des trois mélanges, ainsi que l'erreur attendue en fonction de la taille des éléments pris.

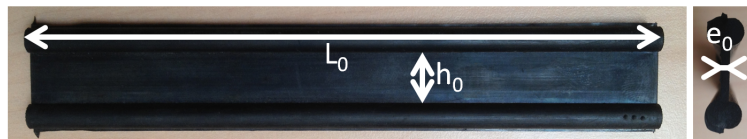
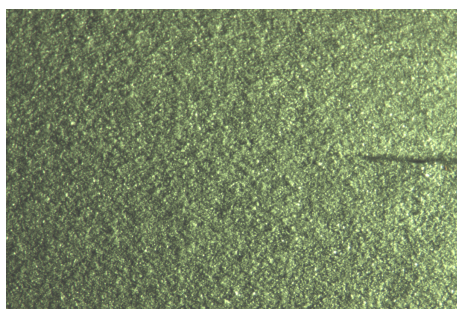
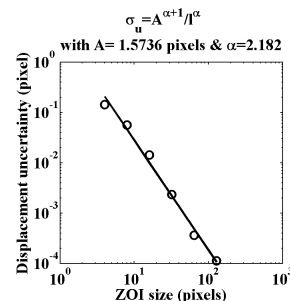


FIGURE 4.5: Eprouvette PS dont les dimensions sont $e_0 = 2 \pm 0.05 \text{ mm}$, $h_0 = 13 \pm 0.1 \text{ mm}$ et $L_0 = 157 \pm 0.5 \text{ mm}$



(a)



(b)

FIGURE 4.6: Image de référence pour le mélange *2CB_8NC* (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclus la fissure.

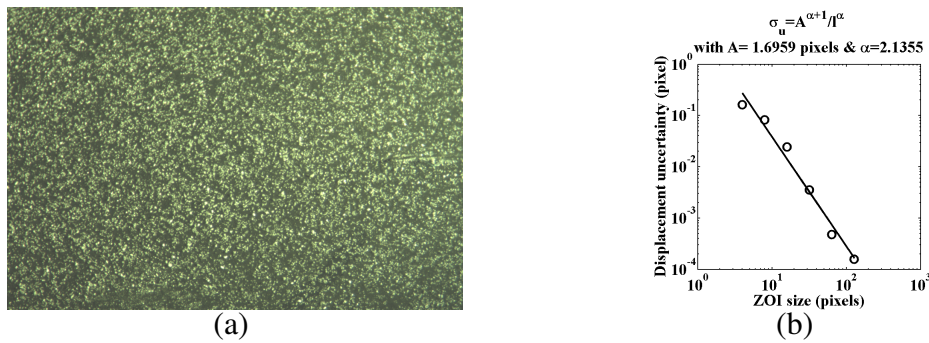


FIGURE 4.7: Image de référence pour le mélange 17CB.8NC (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclut la fissure.

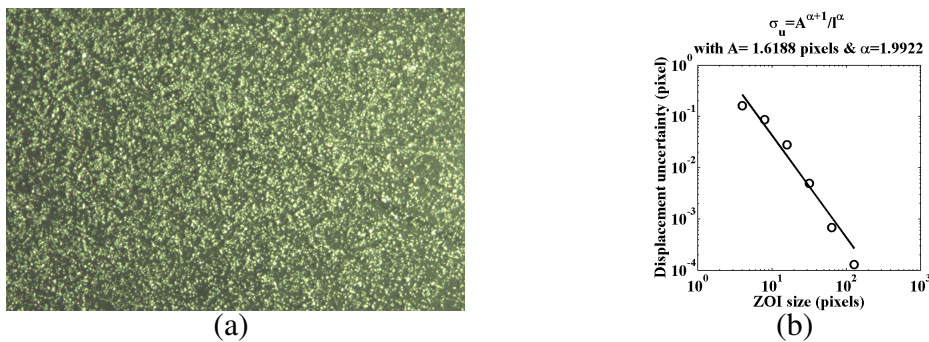


FIGURE 4.8: Image de référence pour le mélange 24CB.8NC (a). Incertitude des déplacements en fonction de la taille d'élément (b). La région prise pour calculer cette incertitude exclut la fissure.

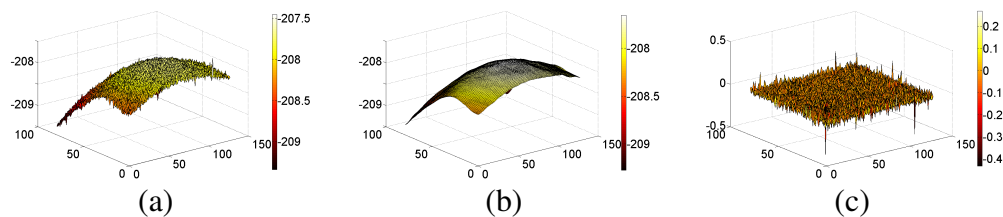


FIGURE 4.9: Champ de déplacements entre deux images décalées de 1 mm suivant la verticale (a). Le déplacement au centre correspond au décalage de la prise d'image. Le champ de déplacement autour est dû aux aberrations optiques. Champ de déplacements issu de la corrélation d'images (a), champ de déplacements lissé dont le maximum est de 207.6 pixels (b), différence entre les champs de déplacements (c). Les éléments pris font 16×16 pixels.

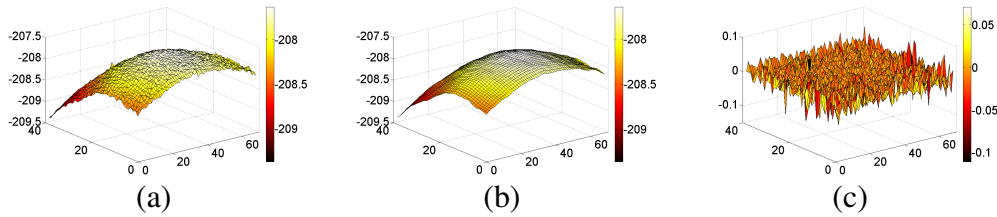


FIGURE 4.10: Champ de déplacements entre deux images décalées de 1 mm suivant la verticale (a). Le déplacement au centre correspond au décalage de la prise d'image. Le champ de déplacement autour est dû aux aberrations optiques. Champ de déplacements issu de la corrélation d'images (a), champ de déplacements lissé dont le maximum est de 207.65 pixels (b), différence entre les champs de déplacements (c). Les éléments pris font 32×32 pixels.

La figure (4.9a) montre le champ de déplacements pour un décalage physique de 1 mm entre deux prises d'images, sans aucune sollicitation de l'éprouvette. Ceci nous permet d'avoir le facteur de conversion entre pixels et millimètres. Nous pouvons aussi avoir directement, par corrélation d'images, l'amplitude des déplacements en pixels liés aux aberrations optiques. Afin de mieux déterminer le facteur de conversion entre pixels et millimètres, nous avons lissé le champ de déplacements figure (4.9b). Ce facteur de conversion correspond au maximum du champ. La figure (4.9c) montre la différence entre les champs de déplacements des figures (a) et (b). Elle permet de vérifier que cette différence n'est que le bruit de mesure. Les éléments pris pour ces champs sont de 16×16 pixels. Le même calcul a été fait pour des éléments de 32×32 pixels et les résultats sont similaires (figure 4.10). Les mesures de déplacements sont moins bruitées pour des éléments plus grands, ce qui était attendu. Par la suite, nous utiliserons des éléments de 16×16 pixels car ils permettent d'avoir un bon compromis entre précision des mesures et nombre de points du maillage. Étant donné la faible amplitude des variations (1 pixel au maximum) par rapport aux champs que nous obtenons lors des essais, nous ne corrigerons pas les champs de déplacements avec ces champs d'aberration. D'autres mesures physiques indépendantes nous ont donné une taille physique des pixels plus proche de $4.85 \mu\text{m}$. C'est pourquoi nous estimons la taille physique des pixels à $4.83 \pm 0.02 \mu\text{m}$.

3.1.4 Les essais

Les matériaux testés sont le *2CB_8NC*, *17CB_8NC* et le *24CB_8NC*. Nous pourrions donc voir quel est l'impact du taux de charge sur l'éroussement en pointe de fissure. Pour cette étude, nous avons imposé une sollicitation correspondant à un G de 1500 J/m^2 . Cette valeur est couramment utilisée et permet d'effectuer tous les essais dans le délai accordé pour l'utilisation de la machine. Nous expliquerons plus loin comment relier la sollicitation au G . Pour le mélange peu chargé (*2CB_8NC*), l'étude de la phase d'éroussement ne nécessite que peu de cycles. Nous avons donc fait des acquisitions d'images jusqu'au cycle 5000. Pour les mélanges plus chargés (*17CB_8NC* et *24CB_8NC*), la stabilisation de la vitesse de propagation de fissure nécessite beaucoup plus de cycles, nous avons donc

fait les acquisitions jusqu'au 100000ème cycle. Le tableau (4.1) résume les acquisitions d'images effectuées.

Nombre de cycles	Mélange 2CB_8NC	Mélange 17CB_8NC	Mélange 24CB_8NC
1	X	X	X
500		X	X
1000	X	X	X
2000	X	X	X
5000	X	X	X
10000			X
15000		X	
20000		X	X
50000		X	X
100000		X	X

Tableau 4.1: Résumé des essais réalisés à Ladoux pour l'étude de la fissuration par fatigue.

Les cycles utilisés sont des cycles de type Haversine (figure 4.11). Ces cycles sont composés d'une demi-période avec une sollicitation en sinus tangent et d'une demi-période à déplacement constant. Ce type de sollicitation est censé représenter ce que subit le matériau dans un pneu. La première demi-période représente ce qu'il se passe au passage du pneu sur la route et la seconde représente ce qu'il se passe en dehors. Ce type de sollicitation limite également l'échauffement de l'éprouvette.

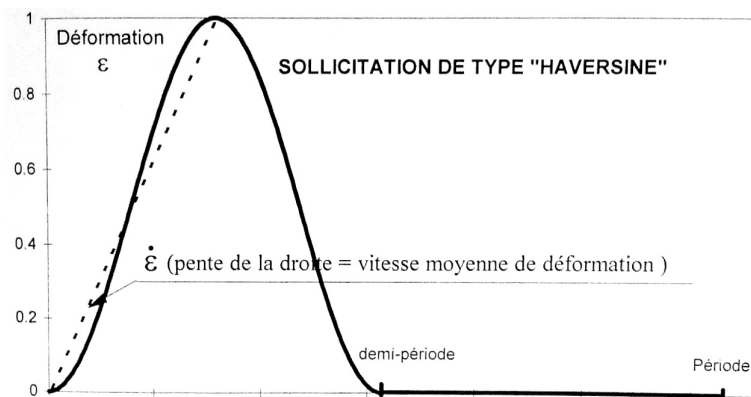


FIGURE 4.11: Sollicitation de type Haversine. La première partie consiste en un sinus tangent et la seconde en un maintien du déplacement.

La fréquence de sollicitation est de 10 Hz. Cette fréquence est représentative de ce qui est normalement fait à Michelin et permet d'avoir une propagation suffisamment rapide de

la fissure pour le temps machine dont nous avons besoin. Cela représente une voiture avec des pneus de 200 cm de circonférence (ex : 205/50R17) roulant à 72 km/h. Pour calculer l'amplitude de déplacement à appliquer pendant le cyclage, une étude a été réalisée par Fabien Vion-Loisel sur les trois mélanges avec des éprouvettes non fissurées. Elle consiste à déterminer, sur une éprouvette PS non entaillée, la correspondance entre l'amplitude de sollicitation et le taux de restitution d'énergie G . Comme nous pouvons le voir figure (4.12), l'énergie apportée au matériau par unité de volume (W_0) se déduit de ces essais en mesurant l'aire sous la courbe de charge (figure 4.12b) au maximum de déplacement. Cette définition est conventionnellement appliquée lors des essais de fissuration en fatigue cyclique.

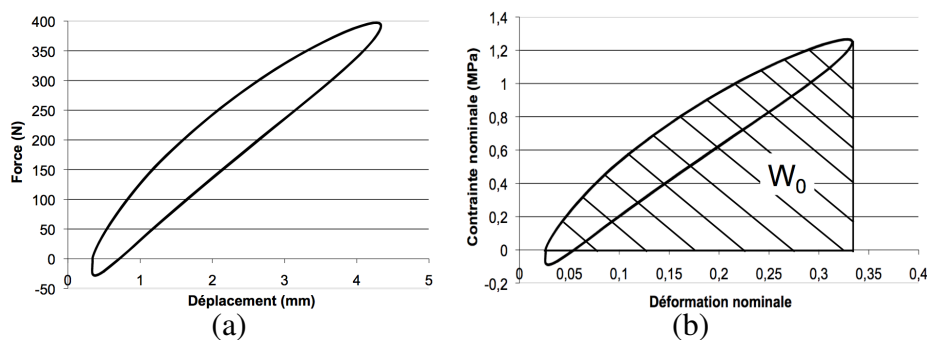


FIGURE 4.12: Courbe Force en fonction du déplacement (a) et contrainte en fonction de la déformation (b) lors d'un même cycle stabilisé en fatigue. L'énergie apportée au matériau par unité de volume (W_0) correspond à l'aire hachurée.

Dans cette géométrie, la valeur du G appliquée à l'éprouvette dépend de la hauteur de l'éprouvette (h_0) et de l'énergie par unité de volume du matériau stockée par celui-ci à la déformation maximum (W_0) lors d'un test effectué de la vitesse de déformation imposée.

$$G = W_0 * h_0. \quad (4.5)$$

Il suffit ensuite de faire varier progressivement l'amplitude des sollicitations pour avoir une courbe faisant correspondre l'amplitude de déformation au G appliqué (figure 4.13). Cette mesure est effectuée avec une éprouvette qui n'est pas encore fissurée. Cela permet d'accommoder l'éprouvette tout en ayant une mesure du G appliqué.

Pour nos mélanges, les vitesses de propagations pour un G de 1500 J/m² sont montrées figure (4.14). On constate que le mélange le moins chargé (2CB_8NC) stabilise sa vitesse de propagation bien avant les mélanges plus chargés en noir de carbone. Comme nous l'avons dit plus haut, pour ce mélange il ne faut que quelques milliers de cycles alors que les autres ne se stabilisent qu'après plusieurs dizaines de milliers de cycles. Ce résultat montre déjà que les effets viscoélastiques dans les matériaux ont des temps caractéristiques très différents entre le 2CB_8NC et les deux matériaux plus chargés.

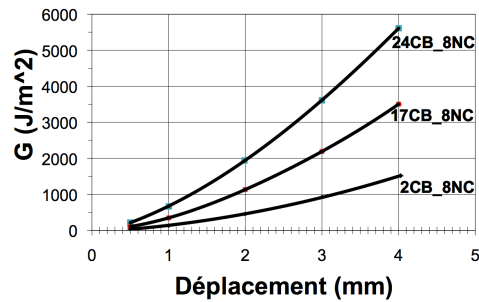


FIGURE 4.13: Taux de restitution d'énergie G en fonction du déplacement imposé pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC. Données obtenues par F. Vion-Loisel.

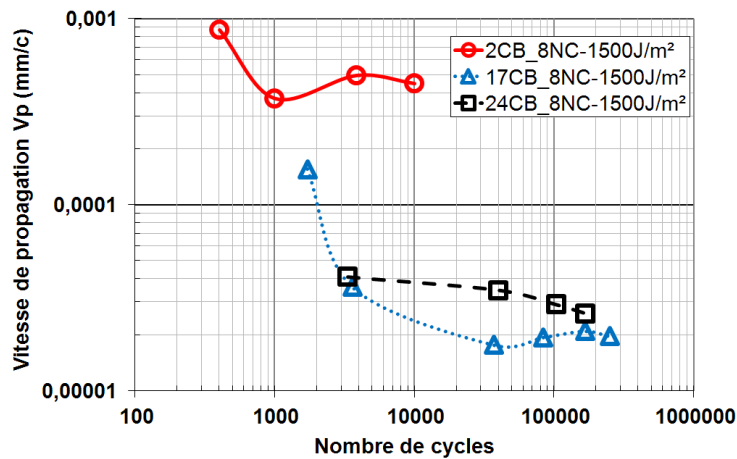


FIGURE 4.14: Vitesse de propagation en fonction du nombre de cycles pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC pour un taux de restitution d'énergie G de 1500 J/m². Données obtenues par F. Vion-Loisel.

Suivant le protocole pour les essais de fissuration, après avoir mis les éprouvettes non entaillées entre les mors, elles sont accommodées. Cette accommodation est réalisée en effectuant 1000 cycles à un déplacement imposé. Comme nous avons choisi de faire les essais de propagation de fissure à un G de 1500 J/m², et comme il nous faut la même histoire de chargement entre les différents matériaux, il nous faut donc le déplacement maximum à appliquer à toutes les éprouvettes. En regardant la figure 4.13, nous obtenons pour le mélange 2CB_8NC un déplacement de 4 mm pour le G choisi. Nous avons donc basé nos essais sur les résultats obtenus par Fabien Vion-Loisel et montrés figure 4.13 et 4.14. Maintenant que le protocole a été défini, nous discutons les résultats obtenus.

4 Résultats

4.1 Champs de déplacements et de déformations

La méthode globale de corrélation d'images utilisée fait l'hypothèse de continuité des déplacements dans le maillage. Nous avons, pour les trois mélanges testés, la fissure à droite sur les images. Or la présence d'une fissure dégrade la solution sur les éléments traversés par la fissure. Nous avons donc décidé d'appliquer un masque dont la fonction est de ne pas prendre en compte la partie masquée dans la corrélation.

Les dépouillements de ces résultats ne concernant que le matériau devant la fissure, sur la partie gauche des images dans notre cas, le masque n'a donc aucune influence sur ces résultats.

Comme nous l'avons évoqué, la différence principale entre les mélanges est la fraction de noir de carbone. Nous allons d'abord montrer la comparaison entre le mélange dont la fraction volumique de noir de carbone est la plus faible, *2CB_8NC* et celui avec le taux de noir de carbone le plus élevé, *24CB_8NC*.

Pour chaque mélange, les champs de déplacements montrés sont ceux correspondant à un déplacement de la traverse de 3 mm. Ce qui représente 23% de déformation globale (loin de la fissure), les éprouvettes faisant 13 mm de haut.

Les figures (4.15, 4.16, 4.17 et 4.18) montrent les champs de déplacements, pour les différents matériaux, avant et après accommodation des fissures. Ces figures montrent aussi les champs de déformation dans la direction de traction et dans la direction transverse. La taille des éléments est de 16×16 pixels. Chaque pixel faisant $4.83 \pm 0.02 \mu\text{m}$, les éléments font $77.3 \pm 0.3 \mu\text{m}$ de côté. Comme nous le constatons, les différences sont apparemment faibles entre les premiers et les derniers cycles et entre les mélanges et une comparaison plus quantitative est nécessaire.

De plus, comme cela était attendu, les fissures ne se propagent pas en ligne droite. Pour le mélange *2CB_8NC*, la fissure est initialement presque suivant l'axe horizontal mais est plus orientée vers le bas lors du dernier cycle. Pour le mélange *24CB_8NC*, la fissure est initialement orientée vers le haut mais elle est légèrement orientée vers le bas lors du dernier cycle. Nous avons donc une géométrie et une orientation des fissures qui évolue avec le cyclage. Lors de sa thèse, Samy Mzabi avait remarqué que la vitesse de propagation de la fissure n'était pas constante ([61]). Il avait noté des instants où la fissure accélère et d'autres où elle ralentit et une propagation qui pouvait être par accoups (« Stick-slip »). Ces constatations et des problèmes de reproductibilité des mesures lors des premiers cycles l'avaient poussé à n'étudier que des fissures accommodées et en haute résolution. Dans notre cas, c'est l'évolution des champs (figures 4.15, 4.16, 4.17 et 4.18), au cours de l'accommodation qui nous intéresse.

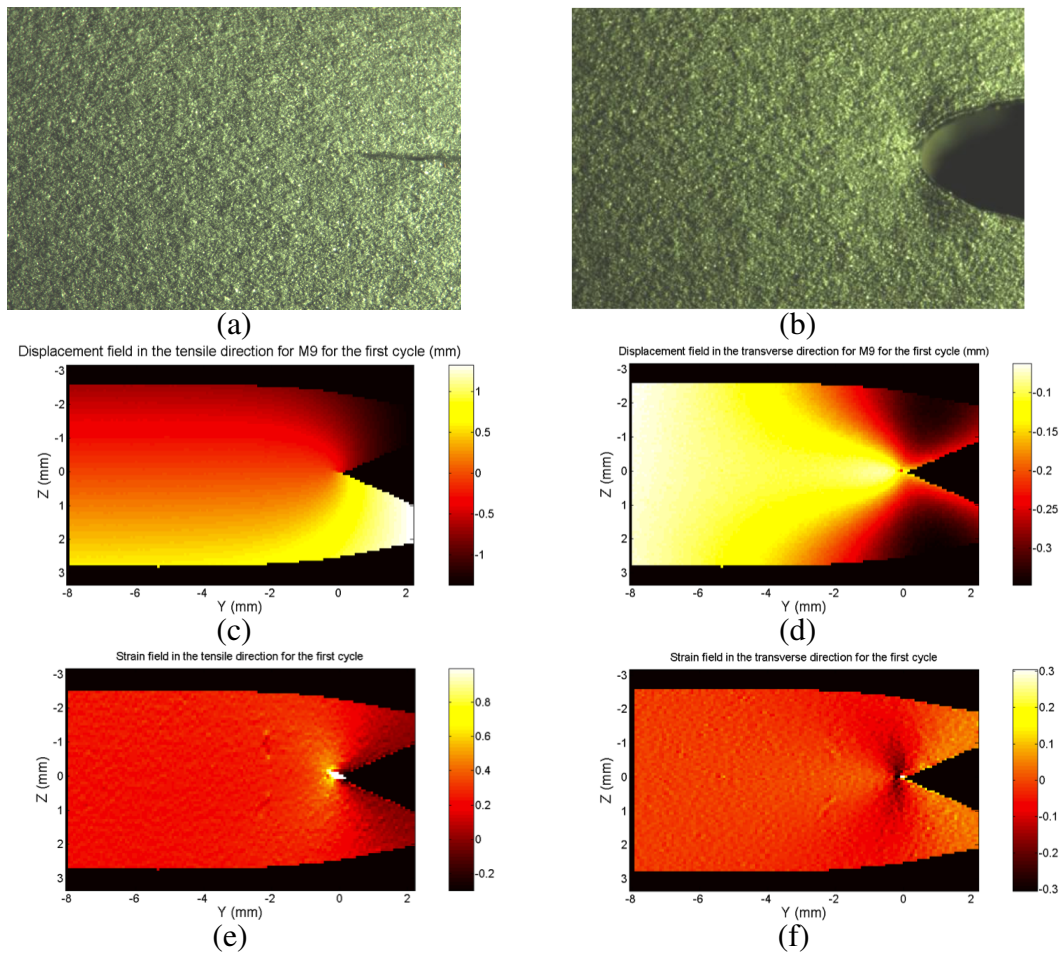


FIGURE 4.15: Eprouvette 2CB.8NC au premier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).

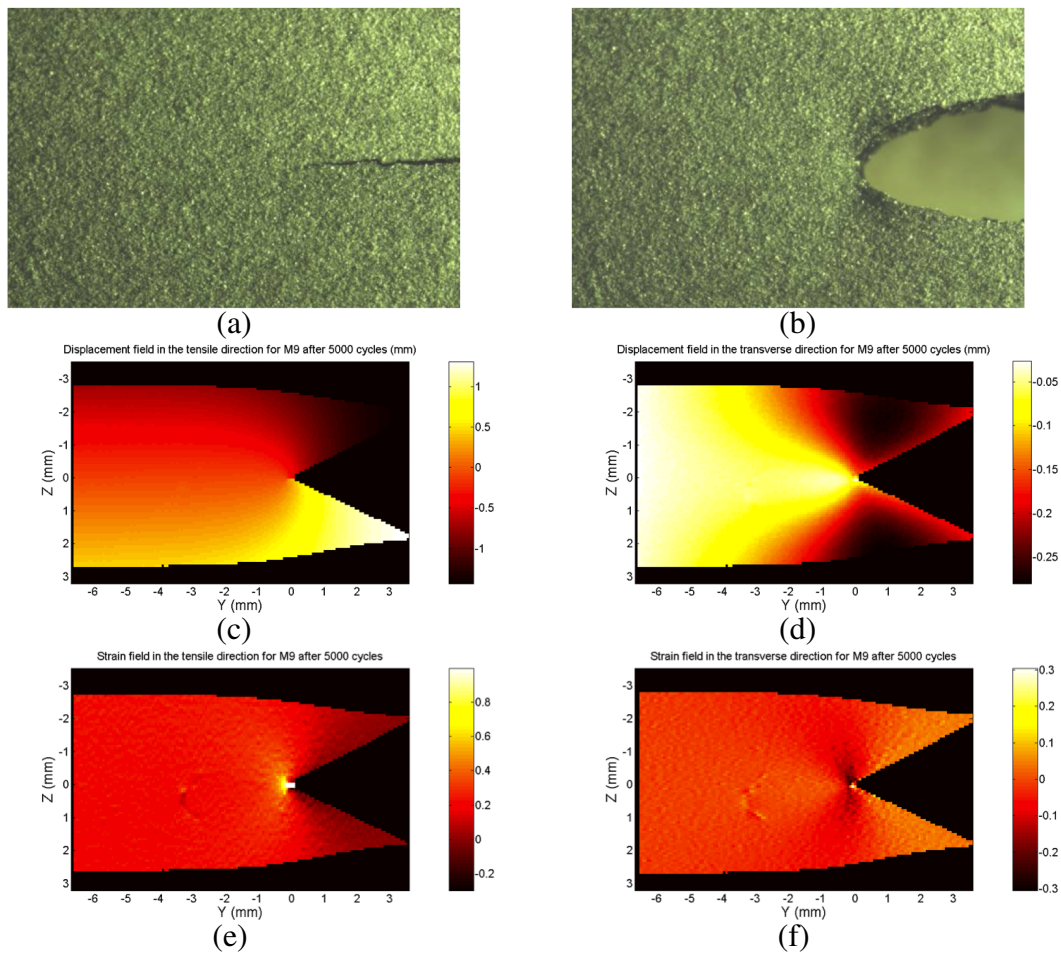


FIGURE 4.16: Eprouvette 2CB_8NC au dernier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).

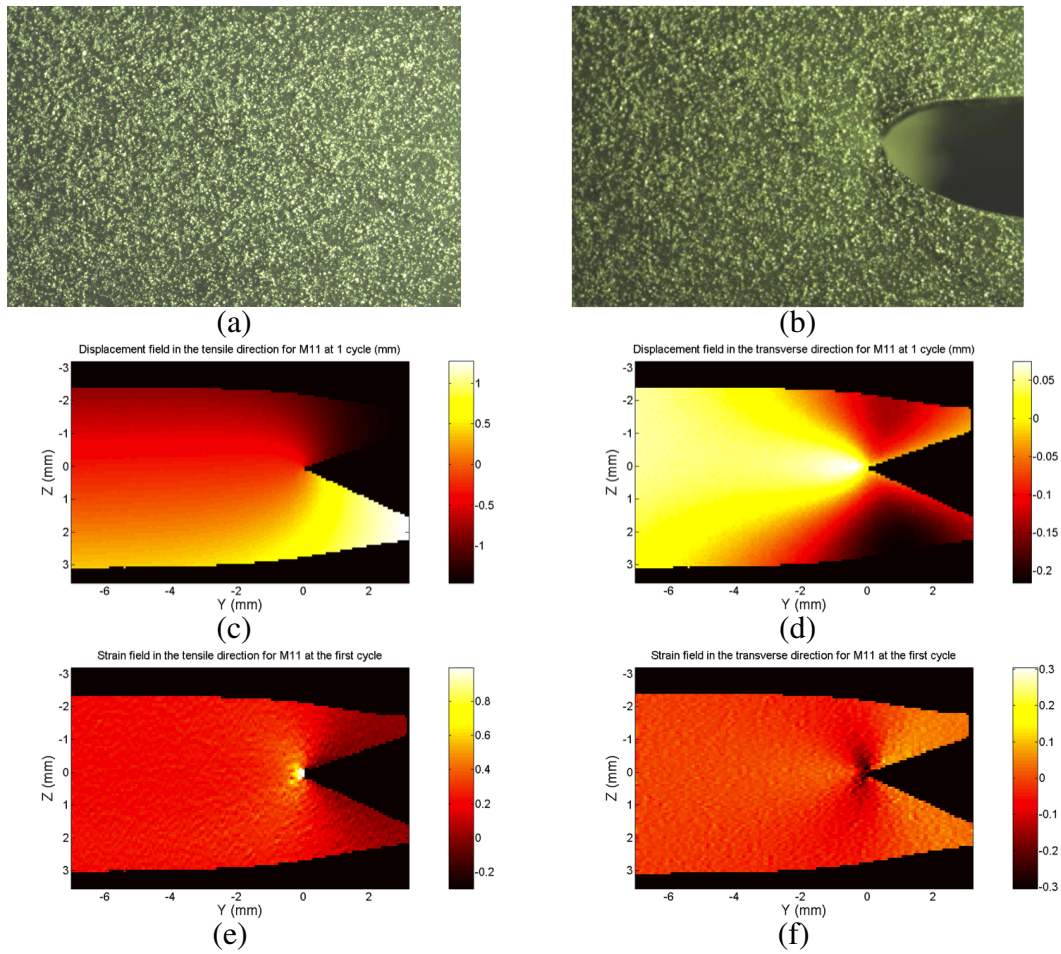


FIGURE 4.17: Eprouvette 24CB_8NC au premier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).

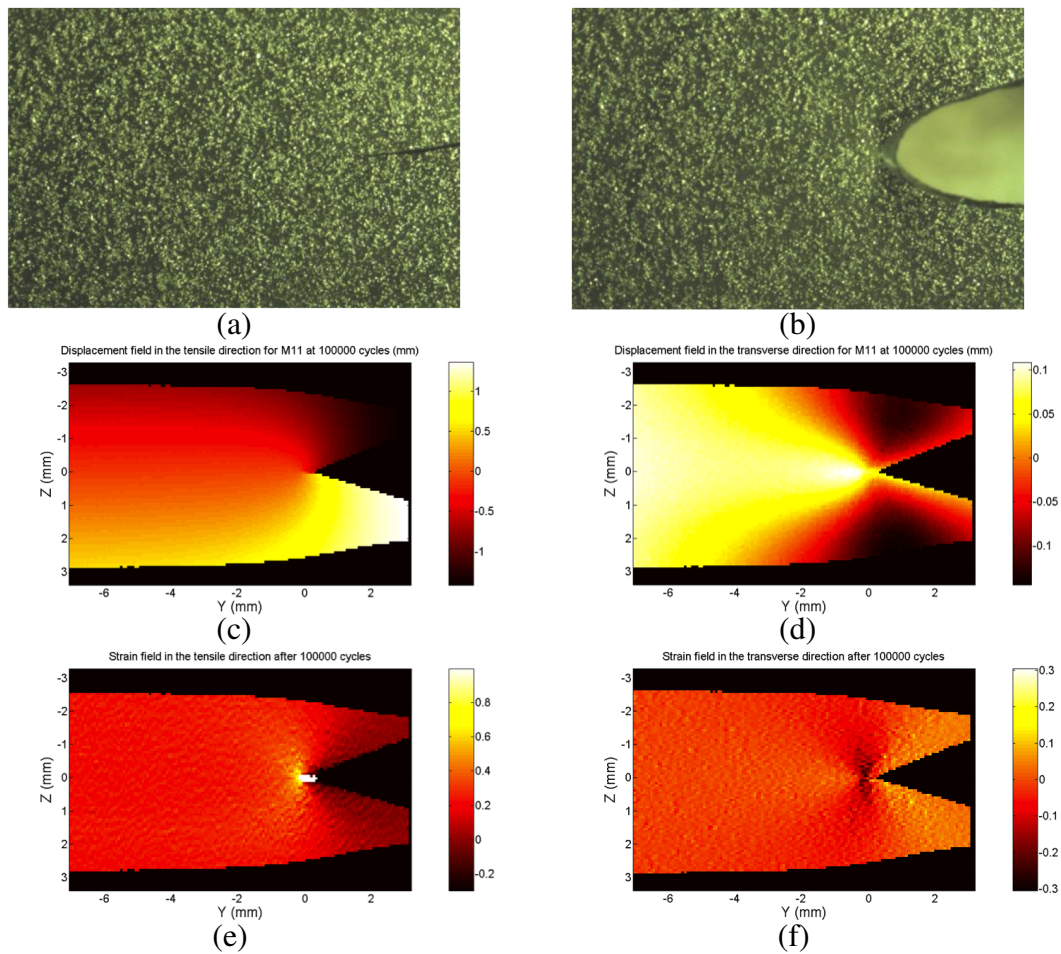


FIGURE 4.18: Eprouvette 24CB_8NC au dernier cycle de fissuration à déplacement nul (a) et pour un déplacement du mors de 3mm (b). Champs de déplacements en millimètres dans la direction de traction (c) et dans la direction transverse (d). Champs de déformation dans la direction de traction (e) et dans la direction transverse (f).

4.2 Analyse des données et comparaison entre les matériaux

La comparaison quantitative des champs de déplacements à différents nombre de cycles est très difficile à faire sur les champs complets du fait des variations de la forme de la fissure au cours du cyclage comme discuté précédemment. Nous allons par contre suivre une méthodologie proposée par Samy Mzabi qui devrait permettre de s'affranchir au moins partiellement de petites différences géométriques. L'idée est la suivante : tout d'abord les images permettent d'identifier avec la meilleure résolution possible la pointe de fissure qui servira de point de référence. Nous nous focaliserons ensuite uniquement sur la déformation dans la direction de traction dans le plan de la fissure (mais en amont de celle-ci) en fonction de la distance à la pointe.

Pour déterminer cette déformation maximale nous traçons le déplacement à différentes distances de la pointe de fissure en fonction de la position verticale non déformée. Ces

données sont représentées sur la figure 4.19. De façon prévisible, nous observons une forte localisation des déformations en tête de fissure caractéristique de l'existence d'une singularité. Il est par contre intéressant de noter que très près de la tête de fissure, la zone de forte déformation a une longueur finie de l'ordre de $100 \mu\text{m}$ dans le référentiel non déformé où la déformation $\frac{du_y}{dy}$ est quasi constante en fonction de y , alors qu'elle varie fortement en fonction de x . Ce type de zone localisée classiquement observée dans les polymères vitreux et semi-cristallins n'a été remarquée dans les élastomères que récemment par Samy Mzabi *et al.* qui avaient proposé de définir un taux de restitution d'énergie local g_{local} caractéristique de la tête de fissure ([62]) et contrôlant la vitesse de propagation de fissure.

Nous n'allons pas, faute de données suffisamment précises, calculer g_{local} ici mais nous allons comparer les valeurs de $\frac{du_y}{dy}$ dans le plan de la fissure en fonction de la distance à la tête de fissure selon la direction de propagation x , pour les différents matériaux.

Les figures (4.20, 4.21, 4.22 et 4.23) montrent les déplacements à différentes distances de la pointe de fissures, pour les deux mélanges, au premier et dernier cycle. Les mélanges ont tous été sollicités à un même G imposé. Les différences entre les premiers et derniers cycles sont apparemment faibles et difficiles à voir dans cette représentation. Il paraît clair toutefois que dans tous les cas, une zone de forte déformation est bien présente en tête de fissure et que cette zone est d'autant plus localisée que l'on s'approche de la pointe de fissure.

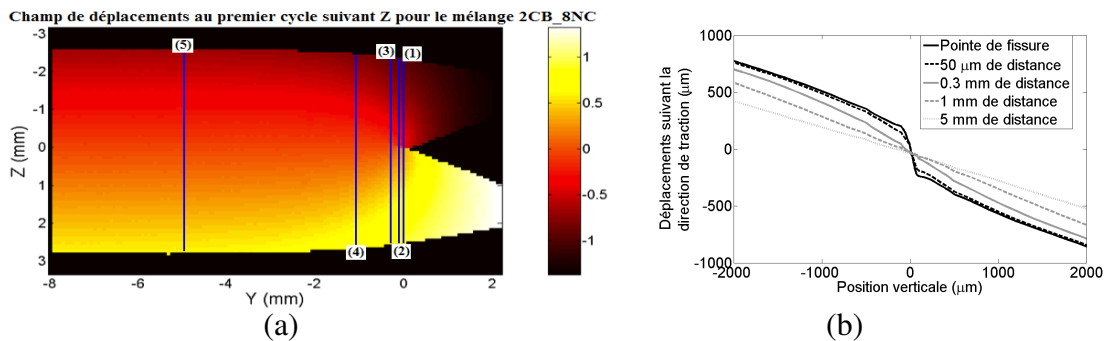


FIGURE 4.19: Champ de déplacement suivant Z de l'éprouvette 2CB_8NC au premier cycle de fissuration pour un déplacement du mors de 3mm (a). Les relevés de ce champ à la position supposée de la pointe de fissure (1), à $50 \mu\text{m}$ (2), à $300 \mu\text{m}$ (3), à 1 mm (4) et à 5 mm (5) montrent l'évolution de ce champ avec la distance à la pointe de fissure (b).

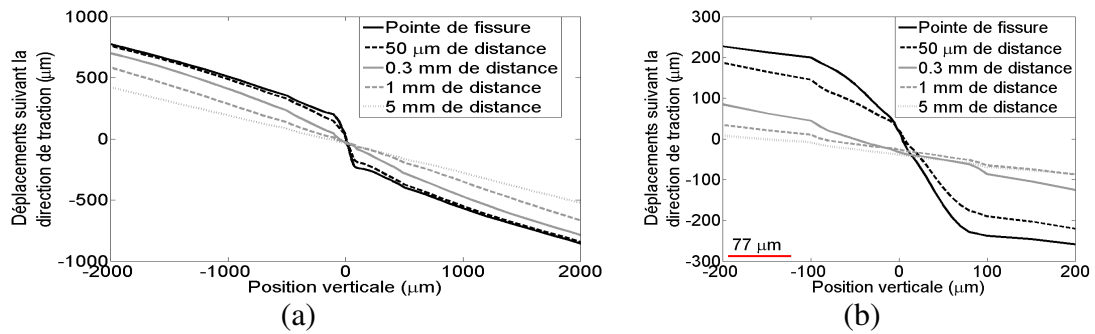


FIGURE 4.20: Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 2CB_8NC au premier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément ($77 \mu\text{m}$) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).

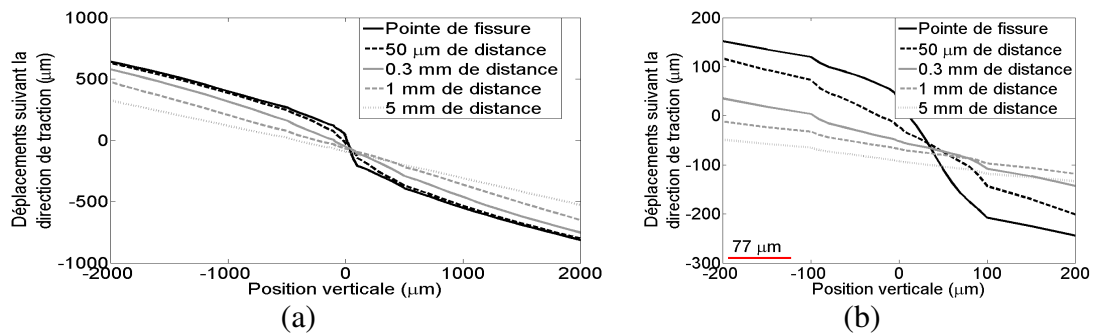


FIGURE 4.21: Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 2CB_8NC au dernier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément ($77 \mu\text{m}$) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).

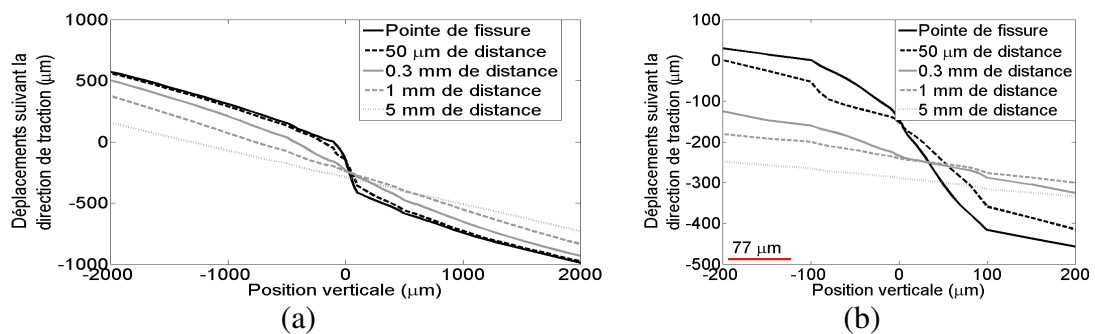


FIGURE 4.22: Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 24CB_8NC au premier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément ($77 \mu\text{m}$) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).

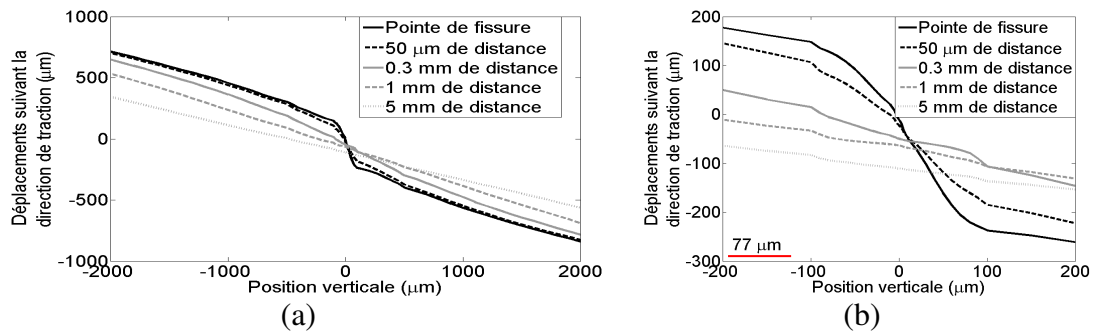


FIGURE 4.23: Déplacements suivant la direction de traction à différentes distances de la pointe de fissure pour le mélange 24CB_8NC au dernier cycle (a). Comparaison entre la taille de l'élément ($77 \mu\text{m}$) et les courbes tracées pour la partie centrale (b).

4.3 Evolution des déformations au cours du cyclage

Pour mieux visualiser l'évolution des déformations au cours du cyclage, nous avons tracé la déformation dans la direction de traction, devant la fissure et pour différents nombres de cycles (figure 4.24 et 4.25). Pour obtenir ces courbes à partir des champs de déformation, il s'agit de bien localiser la pointe de fissure au sens de la corrélation d'images. La méthode utilisée consiste à localiser le mieux possible la pointe de fissure en s'aidant d'une image où la fissure est légèrement ouverte. On donne ainsi une bonne première détermination de la position, au moins suivant l'horizontale. On prend ensuite la position où la déformation est maximale suivant la hauteur.

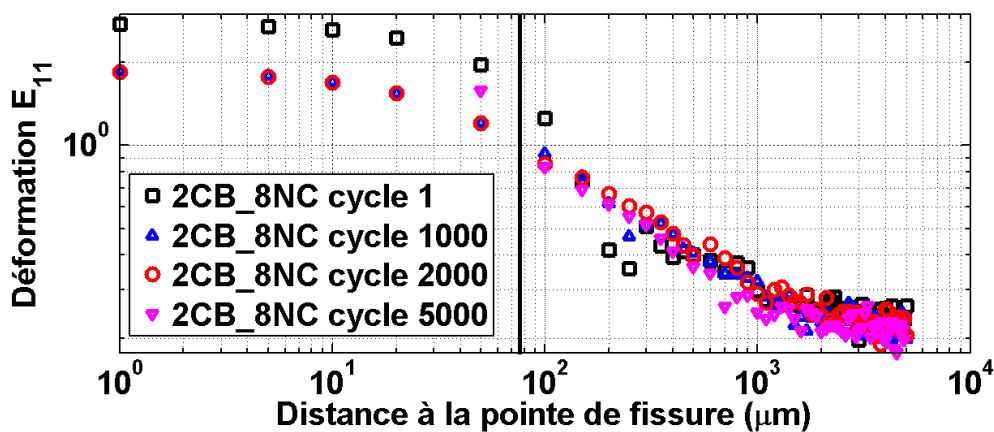


FIGURE 4.24: Évolution en log-log de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 2CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction. La droite verticale montre la taille d'un élément ($77 \mu\text{m}$).

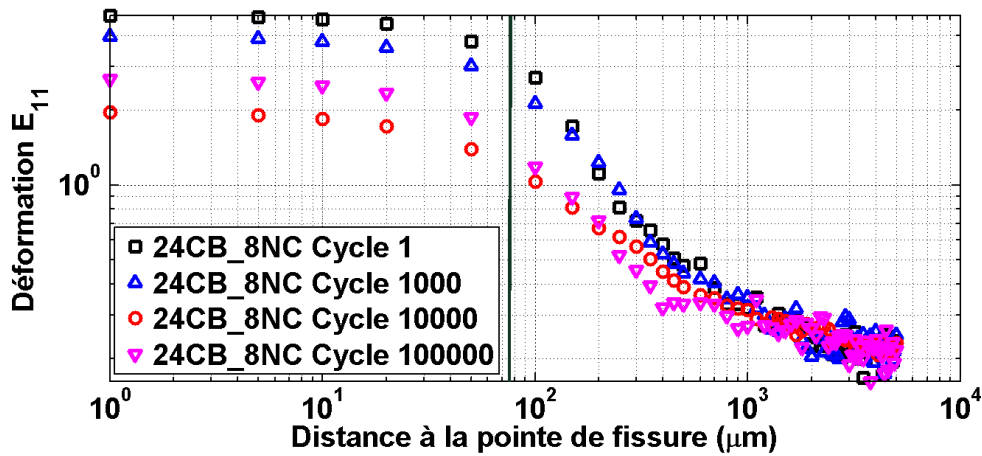


FIGURE 4.25: Évolution en log-log de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 24CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction. La droite verticale montre la taille d'un élément (77 μm).

Lorsque l'on trace ces mêmes évolutions en prenant une loi de puissance (figure 4.24 et 4.25), on constate que les courbes se superposent dès que l'on s'éloigne de la pointe de fissure. Ceci est tout aussi remarquable en affichant en échelle linéaire la déformation dans le sens de traction (E_{11}) pour le mélange 2CB_8NC par exemple (4.26). Une loi de puissance à été ajustée aux courbes des cycles des trois mélanges. Pour cela nous avons utilisé la fonction « cftool » de Matlab (figure 4.27). Ainsi, on ajuste les paramètres de l'équation (4.6) en retirant le moins de points possibles tout en minimisant l'écart entre les points expérimentaux et la loi de puissance.

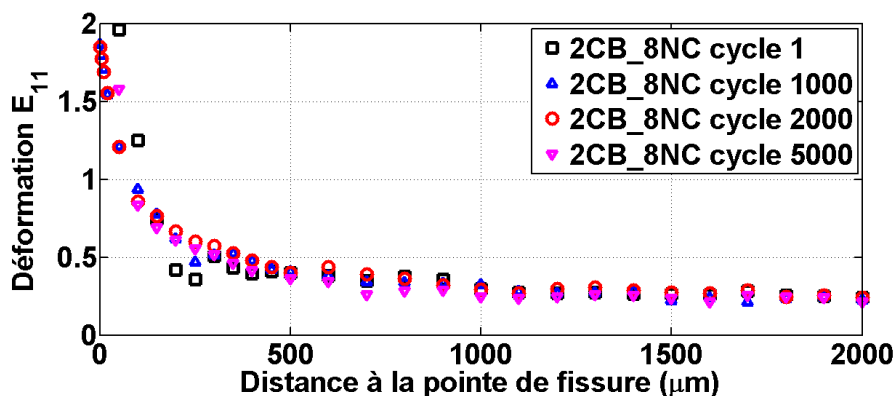


FIGURE 4.26: Évolution de la déformation en pointe de fissure, pour le mélange 2CB_8NC, au cours du cyclage, suivant la direction de traction.

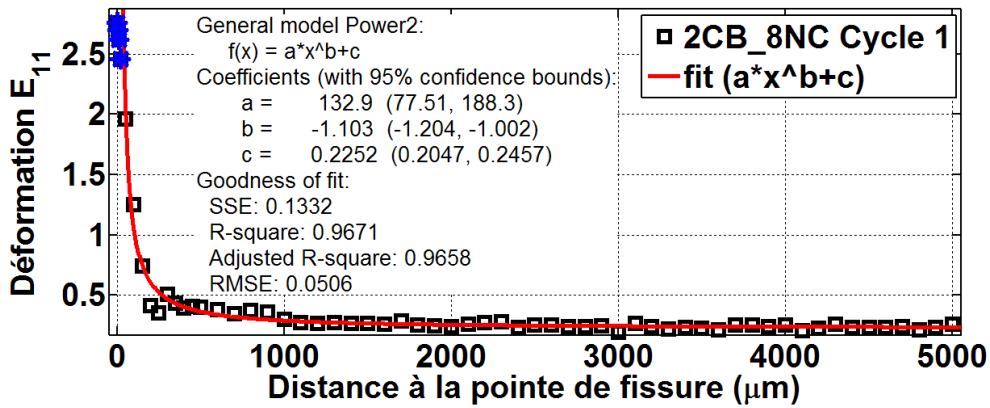


FIGURE 4.27: Identification des paramètres de l'équation 4.6 pour le mélange 2CB_8NC au premier cycle. Les étoiles représentent les points exclus de l'identification. Les valeurs des coefficients a , b , c et R^2 sont rapportées dans le tableau 4.2.

Cet ajustement se fait en retirant les points les plus proches de la pointe de fissure. Ces points montrés par des étoiles rouges sur la figure 4.27, sont issus de la dérivation du champ de déplacements bilinéaire dans un élément qui est en partie dans la masse et en partie autour de la fissure et ne peut donc être considéré comme fiable. Les coefficients de l'ajustement effectué avec cette méthode sont exposés dans le tableau (4.2).

$$f(x) = a * x^b + c \quad (4.6)$$

$$R^2 = 1 - \frac{SSE}{SST} \quad \text{avec} \quad SSE = \sum_i (y_i - f_i)^2, \quad SST = \sum_i (y_i - \bar{y})^2 \quad \text{et} \quad \bar{y} = \frac{1}{n} \sum_i y_i \quad (4.7)$$

Dans l'équation 4.7 les valeurs mesurées sont désignées par y_i , les valeurs venant de l'équation 4.6 sont notées f_i et n représente le nombre de points considérés.

Nombre de cycles	2CB_8NC				17CB_8NC				24CB_8NC			
	a	b	c	R ²	a	b	c	R ²	a	b	c	R ²
1	132.9	-1.1	0.23	0.97	9.35	-0.59	0.14	0.91	55.15	-0.87	0.16	0.96
500					50.2	-0.85	0.17	0.99	209.1	-1.08	0.19	0.98
1000	25.1	-0.75	0.17	0.97	131.7	-0.98	0.17	0.99	13.46	-0.62	0.14	0.99
2000	22.69	-0.72	0.16	0.98	20.83	-0.70	0.15	0.97	29.07	-0.77	0.18	0.98
5000	44.41	-0.89	0.18	0.99	11.11	-0.60	0.13	0.98	38.7	-0.83	0.18	0.99
10000									17.5	-0.72	0.19	0.95
15000					12.68	-0.65	0.16	0.96				
20000					10.05	-0.57	0.13	0.93	128.3	-1.05	0.22	0.95
50000					62.58	-0.92	0.20	0.97	25.26	-0.75	0.18	0.98
100000					1582	-1.4	0.21	0.96	256.5	-1.2	0.21	0.97

Tableau 4.2: Résumé des essais réalisés à Ladoux pour l'étude de la fissuration par fatigue pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC. Les paramètres a, b et c viennent du recalage de l'équation 4.6. Le paramètre R² est le coefficient de corrélation entre l'équation 4.6 et les courbes expérimentales donné par l'équation 4.7.

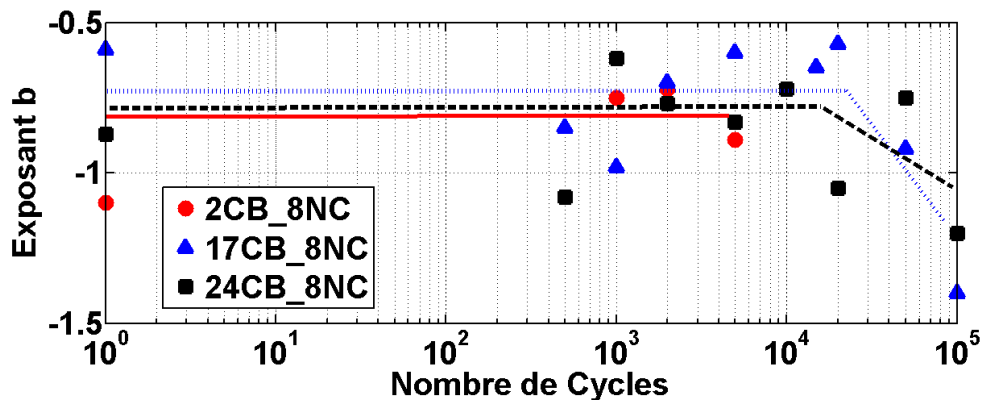


FIGURE 4.28: Évolution en semi-log de l'exposant b de la loi de puissance 4.6, pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC, au cours du cyclage. Tendances observées pour les mélanges 2CB_8NC, 17CB_8NC et 24CB_8NC sont tracées respectivement en trait plein, en pointillés et en traitillés.

Pour comparer l'évolution des champs de déformation nous ne traçons l'évolution du facteur *b* car la valeur de *a* dépend beaucoup de la bonne détermination de la position de la pointe de fissure et la valeur de *c* nous permet juste d'améliorer le recalage. Il est immédiatement évident que les données sont très bruitées ce qui fait penser qu'au moins lors de cette phase de stabilisation de la vitesse de propagation de la fissure, les champs de déformations évoluent de façon assez discontinue, peut-être vers une solution stable. Toutefois nous pouvons déjà commenter sur le fait que la singularité observée est assez

forte (on s'attend à $r^{-1/2}$ en élasticité linéaire) et a tendance à évoluer vers une localisation encore plus marquée vers les derniers cycles mesurés qui se traduit par une valeur de b plus négative.

Il est toutefois clair qu'au vu de données obtenues par les mesures de champ en tête de fissure il est impossible de conclure à une évolution monotone du champ de déformation depuis un état initial, nécessairement peu reproductible, représentatif de la fissure effectuée à la lame de rasoir, vers un état final représentatif de la fissure se propageant en état stationnaire. Cette évolution a probablement lieu mais de façon non monotone.

Il est également difficile, contrairement à ce qu'avait observé Samy Mzabi, de voir des différences claires entre les matériaux étudiés en terme de forme des champs. Il faut toutefois remarquer que si les valeurs de G appliquées sont ici identiques pour les trois matériaux, cela amène des différences importantes dans les valeurs de déformation appliquée à l'éprouvette loin de la fissure. Une telle comparaison n'aurait pu être faite que à même déformation appliquée.

Au vu des résultats présentés nous en venons aux conclusions suivantes.

5 Conclusion et perspectives sur la fissuration dans les élastomères fortement chargés

L'étude de la fissuration est un problème complexe. Nous avons ainsi étudié la propagation de fissures dans trois mélanges dont la différence tient essentiellement au taux de noir de carbone présent. Pour plusieurs raisons, cette étude ne nous a pas permis d'être aussi discriminant quant aux évolutions des champs de déplacements dû à l'éroussement des fissures.

L'une d'elles est la géométrie en constante évolution lors du cyclage. A cette géométrie sont associés des mécanismes très localisés comme la cavitation qui d'après une étude menée par Huan Zhang [77] n'est vue que dans une zone de 60 μm en s'éloignant de la pointe de fissure. La vitesse de propagation elle aussi évolue lors du cyclage et si nous mesurons facilement une vitesse moyenne, la vitesse instantanée n'a aucune raison d'être constante ; Ainsi une mesure faite dans une période de propagation rapide sur quelques microns sera sûrement différente d'une mesure faite lors d'une propagation instantanée lente. A tout cela s'ajoute le fait que la résolution que nous avons choisie pour nos images ne semble pas être suffisante. Enfin, pour des contraintes de temps, il ne nous a pas été possible d'étudier de multiples fissures sur chaque matériaux afin d'avoir un aspect statistique de la propagation de fissures.

Dans notre cas, il nous semble que l'éroussement se traduit par une plus grande localisation des déformations en pointe de fissure. Il reste cependant des questions en suspens :

- Est-ce que cette tendance se confirme s'il on va à un nombre de cycle beaucoup plus élevé (de l'ordre du million de cycles plutôt que de la centaine de milliers) ?
- Est-ce que les évolutions de la vitesse au cours du cyclage avec les accélérations et les ralentissements se traduisent par des évolutions des champs très proches de la pointe de fissure (de l'ordre de quelques centaines de micromètres voire moins) ?
- Y a-t-il une grande dispersion pour une même éprouvette sur l'évolution des champs de déplacements en pointe de fissures dans les cas où il y a plusieurs entailles dans une même éprouvette ?

Les perspectives sont donc une étude avec une meilleure résolution de l'éroussement sur plusieurs fissures, pour plusieurs échantillons de différents matériaux jusqu'au million de cycles pour les matériaux chargés et jusqu'à quelques dizaines de milliers de cycles pour le matériau peu chargé. Les difficultés liées à cette étude résident principalement dans deux aspects :

- le temps de cyclage pour atteindre le million de cycle tout en étudiant plusieurs fissures sur un même échantillon,
- la striction locale en pointe de fissure nécessitant des objectifs ayant une grande profondeur de champs pour un fort grossissement.

Conclusion Générale

Nous avons proposé différentes méthodologies visant à améliorer les essais classiquement réalisés et ainsi permettre une exploitation plus fine renseignant sur le comportement et l'endommagement des élastomères chargés.

Nous sommes partis de l'essai simple de traction sur éprouvettes haltères (Chapitre 2), que nous avons réalisé avec comme but l'étude de la variation de volume lors de différents cycles. Nous avons ensuite modifié les éprouvettes « PS » en leur rajoutant une "complexité" géométrique minimale (un orifice) pour aller vers des essais multiaxiaux afin de permettre l'identification de paramètres de lois hyperélastiques (Chapitre 3). Nous avons enfin étudié le cas de la propagation de fissures avec l'émoussement de celles-ci (Chapitre 4). ces différents travaux ont été effectués avec l'aide des mesures de champs par corrélation d'images et de techniques d'identification.

Ainsi, l'analyse judicieuse de ces différents types d'essais par différentes méthodes de corrélation d'images nous a permis de tirer plus d'informations que ce qui est classiquement possible.

En étudiant la variation de volume lors d'essais de traction simple, nous avons pu réaliser un lien direct avec la cavitation observée dans une étude menée en parallèle par Huan Zhang sur les mêmes matériaux en utilisant la diffusion des rayons X. L'augmentation de volume du matériau par cavitation ne se produit que lorsque le matériau voit pour la première fois un allongement supérieur à celui vu lors de son histoire de chargement.

De plus, le fait de filmer en même temps deux côtés adjacents nous a permis de ne pas faire l'hypothèse d'isotropie transverse. Cette hypothèse communément faite par les instruments de mesure classique ne filmant qu'un seul côté s'est avérée fautive pour notre étude. Nous avons observé des comportements différents entre les directions perpendiculaires à la sollicitation. Ainsi, les mesures dans le plan de la plaque montrent le comportement différent entre le sens de calandrage et le sens transverse. De même, on observe des différences entre le sens de traction et la direction dans l'épaisseur. L'avantage du protocole mis en place et permettant de filmer deux côtés adjacents, fut aussi d'avoir une mesure quantitative, lors de l'historique complet de chargement, de l'évolution des comportements dans toutes les directions et nous a amené à nous poser des questions sur la modélisation du comportement du matériau.

C'est donc naturellement que nous avons mis en place une méthodologie robuste et surtout non intrusive pour l'identification de paramètres d'un modèle hyperélastique. Cette méthodologie est versatile car elle compare des champs de déplacements sans se soucier de la méthode utilisée pour les obtenir. De plus, elle est robuste en utilisant une régularisation et une pénalisation de la matrice pour rendre le système inversible. Même lorsque seuls très peu de paramètres du modèle peuvent s'exprimer dans l'essai choisi, il est tout de même possible de conduire l'identification. Bien entendu, il n'est pas possible de trancher sur le rôle d'un paramètre ou de l'autre, car l'information n'est simplement pas disponible. Cette difficulté est évidemment présente pour toutes les méthodes d'identification, mais la proposition que nous avons faite permet d'aborder des essais complexes où plus de composantes de la loi de comportement s'expriment simultanément et où la difficulté de l'indétermination est moindre. On peut ainsi changer les géométries des éprouvettes, les types de sollicitations, les matériaux utilisés, les outils de mesures de champs de déplacements, les logiciels éléments finis à comparer et les modèles à identifier sans changer la méthode. Le point important de la méthodologie proposée est son caractère très générique : elle n'est limitée que par l'éventail de lois que l'on peut traiter numériquement. C'est aujourd'hui un point limitant, mais gageons que dans un futur proche l'éventail de lois disponibles en particulier prenant en compte l'endommagement anisotrope sera plus important. Alors la même stratégie, et le même effort numérique sera à fournir pour conduire l'identification.

La comparaison des champs mesurés avec des simulations permet de voir sur des géométries, soit simples comme c'est le cas de l'éprouvette trouée, soit plus complexes en imaginant des mesures de champs 3D, les lieux où le modèle a du mal à être recalé. Dans notre cas, nous avons un fort effet anisotrope pour le mélange fortement chargé qui ne peut pas être décrit par notre modèle isotrope. Cela permet d'envisager le type d'enrichissement de modèle à effectuer ou encore de tester différents modèles pour mesurer les impacts des différents choix sur la solution. Cette méthodologie peut aussi servir à identifier les paramètres du modèle sur différents essais incorporés dans la même boucle d'identification. Elle peut aussi être appliquée au cas de la pointe de fissure ainsi qu'à l'émoussement de celle-ci.

Nous avons ainsi étudié l'émoussement en pointe de fissure. Cette étude mérite bien sûr d'être poursuivie en rajoutant par exemple des essais pour enrichir la statistique. En effet, lors des essais classiquement réalisés par Michelin, l'éprouvette est entaillée de plusieurs fissures afin de faire une moyenne sur la vitesse de propagation. De plus, certaines fissures vont, sur une même éprouvette, soit rester droites, soit bifurquer ou se dédoubler. On peut aussi améliorer cette étude en utilisant une résolution plus fine des images tout en restant net en pointe de fissure. Il s'agira aussi de voir si un lien clair peut être fait entre l'évolution au cours du cyclage de l'émoussement en fonction du taux de charges, ou d'autres effets comme le taux de réticulation, et l'évolution durant le cyclage d'un g_{local} comme ce qu'avait fait Samy Mzabi dans sa thèse sur des fissures déjà émoussées. L'un des défis majeurs sera de voir dans quelle mesure l'émoussement présente une reproductibilité pour un même matériau. Les résultats que nous avons présentés suggèrent

que l'ensemble des effets d'émoussement pour atteindre un régime stabilisé se passe à des échelles inférieure à environ $80 \mu\text{m}$ (l'échelle de notre élément d'analyse).

Toutes ces études nous ont permis d'en apprendre plus sur certains comportements des élastomères chargés. Nous avons aussi fait en sorte de tirer un meilleur parti d'essais préexistants en rajoutant soit un instrument de mesure soit en modifiant légèrement la géométrie tout en gardant les protocoles d'essais déjà en place. Les essais réalisés, les méthodologies de dépouillement de ceux-ci ainsi que les résultats obtenus nous ont aussi permis d'envisager d'autres façons d'étudier les élastomères chargés. La mesure directe de l'anisotropie du comportement des matériaux peut nous permettre d'enrichir les modèles. Nous pouvons aussi envisager de tester d'autres modèles sur les mêmes mesures de champs et aussi de les enrichir par de l'anisotropie et de l'endommagement. Enfin, l'étude de la propagation de fissures bénéficie aussi des apports en termes de mesures et d'identification, pour à la fois observer et mesurer l'évolution du comportement des matériaux et aussi pour identifier, sur des géométries aussi complexes que les pointes de fissures, les paramètres de modèles existants ou à venir.

Perspectives

L'identification de paramètres menée dans le chapitre 3 était faite au niveau des champs de déplacements via une interpolation des champs mesurés sur les nœuds du maillage calculé. Cette méthode présente plusieurs avantages dont celui d'être simple à mettre en place et d'être non intrusive pour le logiciel de simulations (DELI dans notre cas).

Cependant nous avons constaté qu'à convergence de la méthode, une partie des différences vient du bruit de mesure. Une façon de réduire ce bruit serait de s'affranchir de l'interpolation des champs mesurés en utilisant le maillage issu des simulations pour la mesure par corrélation d'images en gardant la même description de type « éléments finis ». Une meilleure façon de réduire l'écart entre simulation et mesure pour l'identification de paramètres de lois hyperélastiques serait d'utiliser des calculs issus des simulations numériques pour réaliser la corrélation d'images. C'est de ce travail réalisé principalement avec Gilles Besnard dont nous allons maintenant parler.

La procédure d'identification présentée au chapitre 3 consiste en deux étapes considérées séquentiellement. Dans une première étape, une corrélation d'images est effectuée pour obtenir un champ de déplacements que l'on considère comme "définitif". Puis une seconde étape ajuste les paramètres de la loi de comportement pour que le champ de déplacements calculé se rapproche au mieux du champ mesuré. Cet ajustement se fait selon des directions de recherche qui sont les champs de sensibilité du déplacement.

La procédure que l'on propose ici en perspective consiste à faire "dialoguer" ces deux étapes. L'ajustement des paramètres constitutifs se fait par le truchement de champs de déplacements défini en chaque pixel que l'on peut donc utiliser comme une base cinématique réduite sur laquelle on conduit une corrélation d'images. Le reste de la procédure reste identique : les amplitudes des champs de sensibilité renseignent sur les incréments des paramètres constitutifs comme précédemment. Il s'agit donc simplement d'inclure une étape de corrélation d'images dans la boucle d'identification, au lieu de figer le champ de déplacements mesuré. L'intérêt de cette approche est que le nombre de degrés de liberté pour la CIN est très réduit (d'où une très faible incertitude attendue) et que l'on s'affranchit des effets de maillages. De plus le champ de déplacements mesuré est affiné à chaque étape du calcul.

Nous allons illustrer cela par un exemple en petits déplacements. La figure 4.29a montre l'image de référence et la figure 4.29b montre l'image déformée. Nous venons ensuite utiliser le maillage issu des simulations avec DELI (figure 4.30a) pour le superposer à l'image de référence (figure 4.30b). Les conditions limites imposées aux calculs viennent de la mesure par corrélation d'images, dans le cas présenté elles sont fixes.

Si l'on réalise la simulation avec les paramètres issus d'une identification classique sur une courbe 1D, nous obtenons un écart important entre l'image de référence et celle déformée affectée du champ de déplacements issu des simulations (figure 4.31). Ainsi la méthodologie mise en place chapitre 3 est modifiée pour utiliser les champs issus des variations des paramètres pour réaliser la corrélation d'images. Pour l'instant cette partie n'est pas incluse dans le processus itératif visant à utiliser les paramètres identifiés pour relancer d'autres calculs et refaire une corrélation d'images. On obtient néanmoins les champs de déplacements suivant la direction de traction et la direction transverse (figure 4.32a et 4.32b) ainsi qu'un résidus de corrélation plus faible, représenté par l'écart entre l'image de référence et l'image déformée affectée du nouveau champ de déplacements (figure 4.33).

La meilleure qualité de la corrélation d'images (faibles résidus) montre que cette direction est prometteuse. Faute de temps, nous n'avons pas intégré ce développement dans notre procédure d'identification, mais il s'agit assurément d'une voie à explorer.

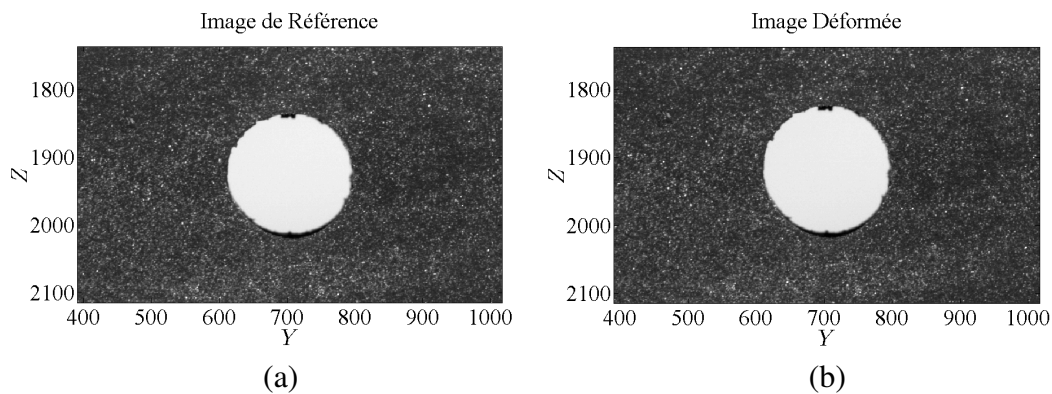


FIGURE 4.29: Image de référence (a) et image déformée (b) pour le mélange 2CB_8NC.

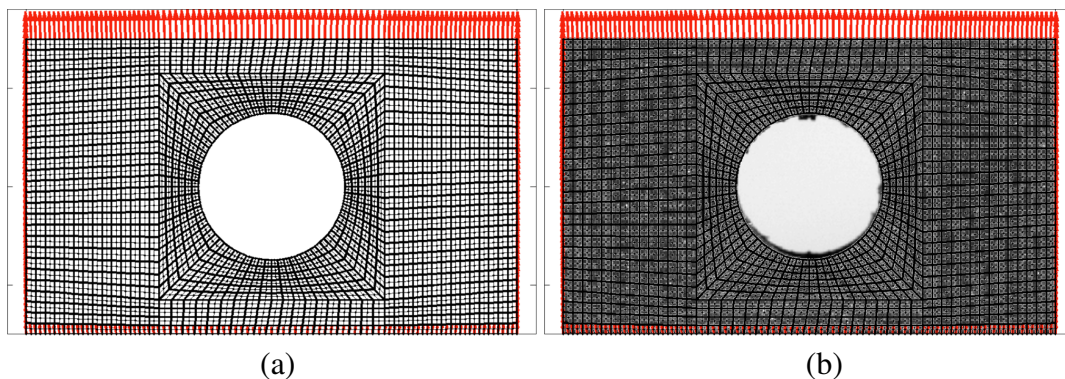


FIGURE 4.30: Maillage utilisé pour les simulations avec les conditions limites (a) et la superposition de celui-ci à l'image de référence (b).

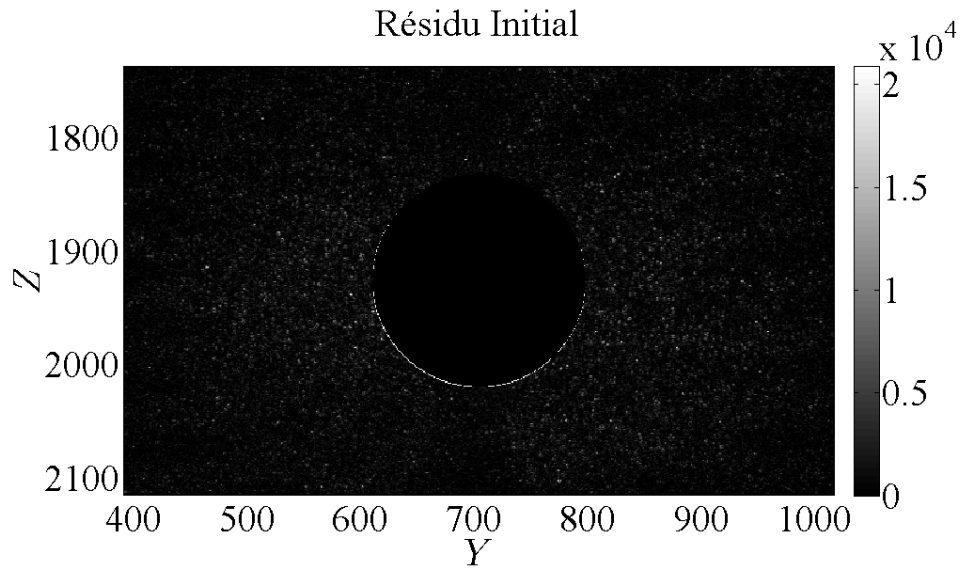


FIGURE 4.31: Différence initiale entre l’image de référence et l’image déformée affectée du champ de déplacement issu de la simulation avec DELI. Les paramètres du modèle de Mooney-Rivlin sont identifiés sur une courbe de traction 1D.

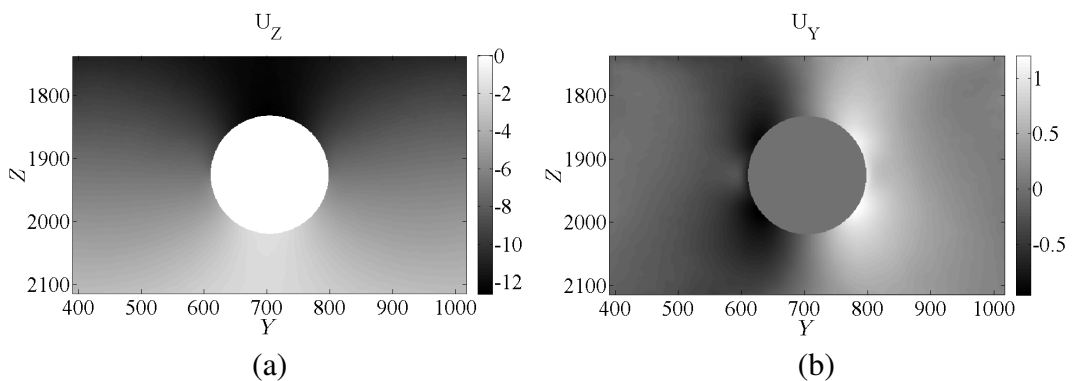


FIGURE 4.32: Champs de déplacements mesurés par corrélation d’images numérique intégrée suivant la direction de traction (a) et la direction transverse (b). Ces champs sont exprimés en pixels.

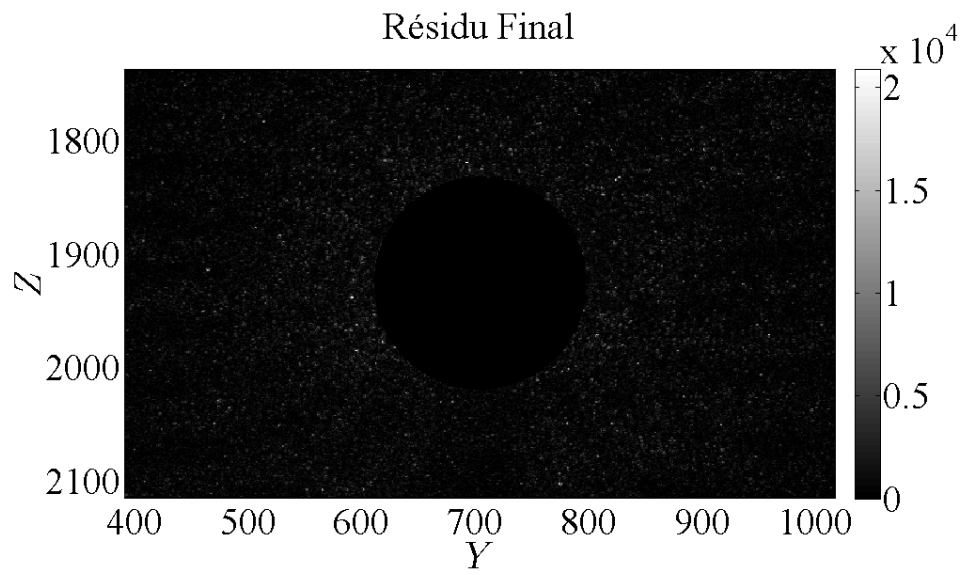


FIGURE 4.33: Différence finale entre l'image de référence et l'image déformée affectée du champ de déplacement issu de la corrélation d'images intégrée avec les calculs DELI.

Bibliographie

- [1] Avril S., Bonnet M., Bretelle A.-S., Grédiac M., Hild F., Jenny P., Latourte F., Lesmosse D., Pagano S., Pagnacco E., Pierron F. (2008). Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Experimental Mechanics* 48 (4) : 381-402.
- [2] Ayre D.S., Bucknall C.B. (1998). Particle cavitation in rubber-toughened PMMA : experimental testing of the energy-balance criterion. *Polymer* 39 (20) : 4785-4791.
- [3] Ball J.M. (1982). Discontinuous Equilibrium Solutions and Cavitation in Non-Linear Elasticity. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London, series A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 306 : 557- 611.
- [4] Barenblatt G.I. (1962). The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Advances in Applied Mechanics* 7 : 55-129
- [5] Besnard G., Hild F., Roux S. (2006). Finite-element displacement fields analysis from digital images : Application to Portevin-Le Châtelier bands, *Experimental Mechanics* 46, 789-803.
- [6] Besnard G., Lagrange J.-M., Hild F., Roux S., Voltz C. (2010). Characterization of necking phenomena in high speed experiments by using a single camera, *EURASIP J. Im. Video. Proc.*, 2010 (215956), 1-15.
- [7] Blaise A., Baravian C., Andre S., Dillet J., Michot L.J., Mokso R. (2010). Investigation of the Mesostructure of a Mechanically Deformed HDPE by Synchrotron Microtomography. *Macromolecules* 43(19) : 8143-8152.
- [8] Boyce M.C., Arruda E. M. (2000). Constitutive models of rubber elasticity : a review. *Rubber Chem. Technol.* 73 : 505-523
- [9] Briggs, L.J. (1950). Limiting negative pressure of water. *Journal of Applied Physics* 21 : 721-722.
- [10] Briggs, L.J. (1951). The limiting negative pressure of acetic acid, benzene, aniline, carbon tetrachloride, and chloroform. *Journal of Chemical Physics* 19(7) : 970-972.
- [11] Bucknall C. B., Karpodinis A., Zhang X.C. (1994). A Model for Particle Cavitation in Rubber-Toughened Plastics. *Journal of Materials Science* 29 (13) : 3377-3383.
- [12] Bueche F. (1959). The tensile strength of Elastomers according to current theories. *Rubber Chemistry and Technology* 32 : 1269-1285.

- [13] Bueche F., Halpin J.C. (1964). Molecular Theory for Tensile Strength of Gum Elastomers. *Journal of Applied Physics* 35 (1) : 36.
- [14] Chenal J.M., Gauthier C., Chazeau L., Guy L., Bomal Y., 2007. Parameters governing strain induced crystallization in filled natural rubber, *Polymer* 48, 6893.
- [15] Chevalier L., Calloch S., Hild F., Marco Y. (2001). Digital image correlation used to analyze the multiaxial behavior of rubber-like materials. *Eur. J. Mech. A/Solids* 20, 169-187.
- [16] Chiche A., Dollhofer J., Creton C. (2005). Cavity growth in soft adhesives. *European Physical Journal E* 17 : 389-401.
- [17] Cho K., Gent A.N., Lam P.S. (1987). Internal fracture in an elastomer containing a rigid inclusion. *Journal of Materials Science* 22 : 2899-2905.
- [18] Cristiano A., Marcellan A., Long R., Hui C.Y., Stolk J., Creton C. (2010). An experimental investigation of fracture by cavitation of model elastomeric networks. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics* 48(13) : 1409- 1422.
- [19] de Gennes P.G. (1988). Fracture d'un adhésif faiblement réticulé. *Comptes-rendus de l'Académie des Sciences de Paris* 307 (ii) : 1949-1953.
- [20] Denecour R.L., Gent A.N. (1968). Bubble formation in vulcanized rubbers. *Journal of Polymer Science, Part A-2 Polymer Physics* 6 : 1853-1861.
- [21] Diani J., Brieu M., Vacherand J.M., Rezgui A., (2004). Directional model for isotropic and anisotropic hyperelastic rubber-like materials. *Mech. Materials* 36 (4) 313-321
- [22] Diani J., Brieu M., Vacherand J.M., (2006). A damage directional constitutive model for Mullins effect with permanent set and induced anisotropy *European Journal of Mechanics A/Solids* 25 483-496
- [23] Dollhofer J., Chiche A., Muralidharan V., Creton C., Hui C.Y. (2004). Surface energy effects for cavity growth and nucleation in an incompressible neo-Hookean material - modeling and experiment. *International Journal of Solids and Structures* 41(22-23) : 6111-6127.
- [24] Dugdale D.S. (1960). Yielding of Steel Sheets Containing Slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 8 (2), 100-104.
- [25] Edwards, S.F. and T. Vilgis, (1986). The effect of entanglements in Rubber Elasticity. *Polymer*, 27(4), 483-492.
- [26] Elnasri I., Pattofatto S., Zhao H., Tsitsiris H., Hild F., Girard Y. (2007). Shock enhancement of cellular structures under impact loading : Part I Experiments. *J. Mech. Phys. Solids*, 55, pp. 2652-2671.
- [27] Fischer J.C. (1948). The fracture of liquids. *Journal of Applied Physics* 19 : 1062-1067.
- [28] Fond C., Lobbrecht A., Schirrer R. (1996). Polymers toughened with rubber microspheres : An analytical solution for stresses and strains in the rubber particles at equilibrium and rupture. *International Journal of Fracture* 77(2) : 141-159.

- [29] Gent A.N., Lindley P. B. (1959). Internal rupture of bonded rubber cylinders in tension. Proceedings of the Royal Society of London, series A : Mathematical and Physical Sciences 249 A : 195-205.
- [30] Gent A.N., Tobias R.H. (1982). Threshold Tear Strength of Elastomers. Journal of Polymer Science Part B Polymer Physics 20 (11) : 2051-2058.
- [31] Gent A.N., Park B. (1984). Failure processes in elastomers at or near a spherical inclusion. Journal of Materials Science 19 : 1947-1956.
- [32] Gee G., Stern J., Treloar L.R.G., 1950. Volume changes in the stretching rubber. Trans. Faraday. Soc. 46, 1101-1106.
- [33] Grellmann W., Seidler S. (2001). Deformation and fracture behavior of polymers. Engineering materials. Berlin ; New York : Springer. xxvi, 597.
- [34] Griffith A. A. (1920) : The phenomena of rupture and flow in solids. Philos. Trans. Roy. Soc. London, Series A, Math. Phys. Sci. 221 (587), 163-198.
- [35] Griffith, A.A. (1924). Theory of rupture. Proc. First Int. Cong. Applied Mech (eds Bienzo and Burgers). 55-63. Delft : Technische Boekhandel and Drukkeri
- [36] Grytten F., Daiyan H., Polanco-Loria M., Dumoulin S., (2009). Use of digital image correlation to measure large-strain tensile properties of ductile thermoplastics, Polymer Testing 28, 653-660.
- [37] G'Sell C., Hiver J.-M., Dahnoun A., Souahi A., (1992). Video-Controlled Tensile Testing of Polymers and Metals Beyond the Necking Point. J. Mat. Sci. 27, 5031-5039.
- [38] Holt W.L., McPherson A.T., (1936). Change of volume of rubber on stretching : Effects of time, elongation and temperature, J. Res. Natl. Bur. Stand. 17, 657-678.
- [39] Horgan C.O., Polignone D.A. (1995). Cavitation in nonlinearly elastic solids : A review. Appl Mech Rev 48(8) : 471-485.
- [40] Hou H.S., Abeyaratne R. (1992). Cavitation in Elastic and Elastic Plastic Solids. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 40(3) : 571-592.
- [41] Inglis, C.E. (1913). Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. Transactions of the Institute of Naval Architects. 55 : p. 219-241.
- [42] Irwin, G. R. (1957). "Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate." Journal of Applied Mechanics 24 : 361-364
- [43] Jones H.C., Yiengst H.A., (1941). Dilatometer Studies of Pigment-Rubber Systems. Rubber Chem. Technol. 14, 113-124.
- [44] Kavanagh K.-T., R.-W. Clough R.-W., (1971). Finite element applications in the characterization of elastic solids. International Journal of Solids and Structures, 7, 11 :23.
- [45] Kluppel M., (2003). The Role of Disorder in Filler Reinforcement of Elastomers on Various Length Scales, Adv. Polym. Sci. 164, 1-86.
- [46] Knauss W.G. (1973). Deformation and fracture of high polymers (p.501) in : Deformation and fracture of high polymers. Kausch H.H., Hassell J.A., Jaffee R.I. (Eds.). New York : Plenum Press. xxvii, 644p.

- [47] Kumar P., Thomas A.G., Fukahori Y., Busfield J.J.C., (2007). Cavitation in granulate filled rubber materials. Proceedings of the 5th European Conference on Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2007, 157-163.
- [48] Lake G.J., Lindley P.B., (1965). Mechanical Fatigue Limit for Rubber. Journal of Applied Polymer Science, 9 (4) : 1233-1251.
- [49] Lake G.J., Thomas A.G. (1967). Strength of Highly Elastic Materials. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 300 (1460) : 108-119.
- [50] Layouni K., Laiarinandrasana L., Piques R., (2003). Compressibility induced by damage in carbon black reinforced natural rubber. Proceedings of the 3rd European Conference on Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2003 , 273- 281.
- [51] Le Cam J.B., Toussaint E., (2009). Cyclic volume changes in rubber. Mech. Mater. 41, 898-901.
- [52] Le Cam, J.-B. (2012), A Review of the Challenges and Limitations of Full-Field Measurements Applied to Large Heterogeneous Deformations of Rubbers. Strain, 48 (2) : 174-188.
- [53] Le Saux V., Marco Y., Calloch S., Charrier P. (2011). Evaluation of the Fatigue Defect Population in an Elastomer Using X-Ray Computed Micro- Tomography. Polymer Engineering and Science 51(7) : 1253-1263.
- [54] Magalhães A.M.L., Borggreve R.J.M. (1995). Contribution of the crazing process to the toughness of rubber-modified polystyrene. Macromolecules 28 : 5841-5851.
- [55] Mars W.V. (2001). Multiaxial Fatigue of Rubber. Thèse de doctorat de l'université de Tolédo. 555 p.
- [56] Mars W.V., Fatemi A. (2004). Factors that affect the fatigue life of rubber : A literature survey. Rubber Chemistry and Technologie, 77 (3) : 391-412.
- [57] Martin Borret G. (2000). Sur la propagation de fissures dans les Elastomères. Thèse de Doctorat de l'École Polytechnique, 263 p.
- [58] M. Mooney, (1940). J. Appl. Phys., 11, 582.
- [59] Mullins L., Tobin N.R. (1957). Theoretical model for the elastic behavior of filler-reinforced vulcanized rubbers. Rubber Chem. Technol., 30 : 551-571.
- [60] Mullins69 Mullins L., (1969). Softening of rubber by deformation. Rubber Chem. Technol. 42, 339-362.
- [61] Mzabi, S. (2010). Caractérisation et analyse des mécanismes en fatigue des élastomères chargés. Thèse de doctorat de l' Université Pierre et Marie Curie. 306 p.
- [62] Mzabi S., Berghezan D., Roux S., Hild F., Creton C (2011). A Critical Local Energy Release Rate Criterion For Fatigue Fracture Of Elastomers. Polymer Physics, 49 : 1518-1524

- [63] Parsons E., Boyce M.C., Parks D.M., 2004. An experimental investigation of the large-strain tensile behavior of neat and rubber-toughened polycarbonate, polymer, 45, 2665-2684.
- [64] Poivet S., Nallet F., Gay C., Fabre P. (2003). Cavitation-induced force transition in confined viscous liquids under traction. *Europhysics Letters* 62(2) : 244-250.
- [65] Popoff S., Lerosey G., Fink M., Boccara A.C., Gigan S. (2010). Image transmission through an opaque material. *Nature Communications* 1.
- [66] Ramier J., Chazeau L., Gauthier C., Stelandre L., Guy L., Peuvrel-Disdier E. (2007). In situ SALS and volume variation measurements during deformation of treated silica filled SBR . *Journal of Materials Science* 42 (19), 8130-8138.
- [67] Rice J.R. (1968). A Path Independent Integral and Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *Journal of Applied mechanics*, 35 (2), 379-.
- [68] Rice J.R. (1968). *Fracture : An Advance Treatise*, vol. 2, Mathematical fundamentals, H. Liebowitz, Editor., Academic Press : New York. p.v.
- [69] Rivlin R. S. (1948). Large Elastic Deformations of Isotropic Materials. I. Fundamental Concepts. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 240, 459-490
- [70] Rivlin R.S., Thomas A.G. (1953). Rupture of Rubber. I. Characteristic Energy for Tearing. *Journal of Polymer Science*, 10 (3) : 291-318.
- [71] Rosenberg E., Brusselle-Dupend N., Epsztein T. (2011). A mesoscale quantification method of cavitation in semicrystalline polymers using X-ray microtomography. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 528(21) : 6535-6544.
- [72] Shinomura T., Takahashi M., (1970). Volume change measurements of filled rubber vulcanizates under stretching. *Rubber Chem. Technol.* 43, 1025-1035.
- [73] Sutton M.A., Yan J.H., Tiwari V., Schreier H.W., Orteu J.-J. (2008). The Effect of Out of Plane Motion on 2D and 3D Digital Image Correlation Measurements. *Optics Lasers Eng.*, 46, 746-757.
- [74] Sutton M.A., Orteu J.-J., Schreier H. (2009). *Image correlation for shape, motion and deformation measurements : Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer.
- [75] Tarigopula V., Hopperstad O.S., Langseth M., Clausen A.H., Hild F., Lademo O.-G., Eriksson M. (2008). A Study of Large Plastic Deformations in Dual Phase Steel Using Digital Image Correlation and FE Analysis. *Exp. Mech.*, 48, 181-196.
- [76] Wu, J.D. and Liechti, K. M., (2000). Multiaxial And Time-Dependent Behavior Of A Filled Rubber, *J. Time-Dependent Mater.* 4, 293-331.
- [77] Zhang, H., Scholz A.K., de Crevoisier J., Vion-Loisel F., Besnard G., Hexemer A., Brown H.R., Kramer E.J., Creton C. (2012). Nanocavitation in Carbon Black Filled Styrene-Butadiene Rubber under Tension Detected by Real Time Small Angle X-ray Scattering. *Macromolecules* 45 (3), 1529-1543.

Chapitre 5

Caractéristiques de l'environnement logiciel

Ces caractéristiques font que l'on utilise un logiciel Matlab installé sous Windows XP. Ce logiciel sert pour la corrélation d'images numériques et sert de « chef d'orchestre » à l'identification des paramètres du modèle utilisé. Nous utilisons un logiciel de virtualisation, ici VirtualBox, pour installer comme système d'exploitation sous environnement Linux une version 11.1 d'OpenSUSE. Il est important de conserver au moins une copie complète dans une partition cryptée de la machine virtuelle. Il nous est malheureusement arrivé, un certain nombre de fois, de devoir réinstaller la machine virtuelle. Ceci vient d'un manque de stabilité de Windows XP dans la gestion simultanée de deux environnements.

Dans cette machine virtuelle a été donc installée, par Pascal Joubert de la Motte, travaillant chez Michelin, une version simplifiée de DELI. J'en profite pour le remercier de son efficacité et de sa disponibilité. Pour dialoguer entre Matlab, installé sous Windows XP, et DELI, installé sur une machine virtuelle sous OpenSUSE, nous utilisons le logiciel libre Putty. Ce logiciel peut transmettre des commandes de type shell et peut être contrôlé directement par Matlab.

De façon chronologique, nous commençons par lancer le logiciel TrueCrypt pour avoir d'accès à la partition cryptée contenant la machine virtuelle. Nous lançons cette machine virtuelle et nous ouvrons un terminal afin de faire deux choses indispensables. La première consiste à monter le fichier de partage entre Windows XP et OpenSUSE par la commande :

```
sudo mount -t vboxsf CheminDuDossierSousWindows CheminDuDossierSousLinux
```

La seconde, tout aussi importante mais qui nous a été beaucoup plus difficile à trouver, est de désactiver le pare-feu mis par défaut sous OpenSUSE. En effet, installer les « Additions invités » de VirtualBox est relativement simple. Par contre, à moins d'avoir déjà eu le même problème, ou d'être informaticien, il ne nous a pas apparu évident que la machine comportait un pare-feu activé par défaut et se réactivant à chaque démarrage. La conséquence étant que même si l'on peut facilement transférer des fichiers entre Windows XP et OpenSUSE via le dossier de partage, le lancement de l'exécutable avec une

commande en « shell » ne se fait pas avec Matlab tant que ce pare-feu est activé. J'en profite pour remercier Arnaud Cruzel, du LMT-Cachan, pour avoir trouvé d'où venait le problème. Une fois le problème identifié, un passage sur des forums nous a donné la solution. Il faut donc commencer par se mettre sur un « shell » en mode « Super-Utilisateur » avec : `sudo bash` Une fois le mot de passe entré, la commande est :

```
/etc/init.d/SuSEfirewall2_setup stop
```

Une fois que l'on a réalisé toutes ces opérations, on peut se servir de Matlab pour envoyer des lignes de commande permettant de copier les fichiers nous intéressant, de lancer les calculs avec le logiciel DELI et de récupérer les fichiers de résultats. Les commandes sous Matlab pour réaliser cela sont de la forme :

```
dos(sprintf('plink -pw password username@192.168.56.101 : %s' , 'command'))
```

Pour lancer un calcul avec DELI, il faut au minimum deux fichiers. Le premier fichier contient la géométrie avec la position des nœuds, la table de connectivité et se termine par .GEO. Le second contient toutes les données nécessaires aux calculs :

- le type de géométrie
- le nombre de nœuds et d'éléments
- le nombre d'incrémentes et d'itérations maximales
- la valeur du critère de convergence
- le type de modèle et les paramètres associés
- les conditions limites avec leurs valeurs aux nœuds concernés
- etc.

Le nom du fichier doit être le même que celui du .GEO mais il se termine par .DON. Il est possible d'écrire ces fichiers avec un logiciel de traitement de texte ou avec les programmes fonctionnant avec Matlab et fournis par Michelin. Je remercie d'ailleurs Alexandre Barne et Benoit Le Gall pour leurs aides précieuses. Ces fichiers ont une structure très stricte. Le fichier de sortie que nous exploiterons est un fichier .RST lisible, dans notre cas, via un programme sous Matlab. Ce fichier contient, entre autres, les champs de déplacements des nœuds du maillage. Ce sont ces champs que nous comparerons à ceux issus des essais.

Résumé

Cette étude fait partie du projet AMUFISE (ANR, programme « Matériaux Fonctionnels et Procédés Innovants »), piloté par la manufacture Michelin. Elle est centrée sur l'étude du comportement, de l'endommagement et de la fissuration des élastomères chargés, en exploitant la corrélation d'images numériques (CIN) comme technique de mesure cinématique.

La mesure de variation de volume sur un échantillon sous chargement cyclique uniaxial montre une perte d'incompressibilité au-delà d'une déformation seuil. Ces résultats corroborent une étude menée en parallèle sur les mêmes matériaux par la technique de diffraction X aux petits angles, et révélant une cavitation à l'échelle nanométrique. Nous avons également mis en évidence le caractère anisotrope du comportement du matériau.

Une nouvelle méthodologie d'identification des paramètres de la loi de comportement dans un essai inhomogène est proposée. Le principe en est de minimiser l'écart entre le champ de déplacement mesuré par CIN, et celui calculé par un code d'éléments finis et dont les conditions aux limites sont issues de la mesure de champ. On montre qu'à convergence, la différence entre ces deux champs (de très faible amplitude) révèle essentiellement le bruit de la mesure cinématique. Cette technique est largement indépendante de la complexité de la loi de comportement utilisée et exploite un code de calcul industriel de manière non-intrusive.

L'étude de la fissuration bénéficie également des mesures de champs par CIN. Cependant, il apparaît que les échelles discriminantes pour mettre en évidence les phénomènes d'émoussement, et la stabilisation de la propagation de fissures de fatigue sont inférieures à 50 – 100 μm .

