



HAL
open science

Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des propergols solides et vulnérabilité des systèmes propulsés

Thibaut Viant

► **To cite this version:**

Thibaut Viant. Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des propergols solides et vulnérabilité des systèmes propulsés. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Grenoble Alpes, 2019. Français. NNT : 2019GREAI045 . tel-02316193

HAL Id: tel-02316193

<https://theses.hal.science/tel-02316193v1>

Submitted on 15 Oct 2019

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

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES

DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE-ALPES

Spécialité 2MGE : Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Thibaut VIANT

Thèse dirigée par **Pascal Forquin**
préparée au **Laboratoire Sols, Solides, Structures, Risques**
UMR 5521 Grenoble
en collaboration avec **Ariane Group**
dans l'**école doctorale IMEP²** - Ingénierie Matériaux, Mécanique,
Environnement, Energétique, Procédés, Production

Caractérisation expérimentale et modélisation du comportement dynamique des propergols solides et vulnérabilité des systèmes propulsés

Thèse soutenue publiquement le **10 juillet 2019**,
Devant le jury composé de :

Monsieur Michel ARRIGONI

Professeur, ENSTA Bretagne, Rapporteur

Monsieur Eric MARKIEWICZ

Professeur, Université Polytechniques Hauts-de-France, Rapporteur

Monsieur Thibaut De RESSEQUIER

Directeur de Recherches CNRS, ENSMA, Président du jury

Monsieur Moussa NAIT-ABDELAZIZ

Professeur, Polytech-Lille, Examineur

Monsieur Julien MORICEAU

Chef de projet, Ariane Group, Examineur

Monsieur Pascal FORQUIN

Professeur, Université Grenoble-Alpes, Directeur de thèse

Monsieur Dominique SALETTI

Maître de Conférences, Université Grenoble-Alpes, Invité

Monsieur Didier IMBAULT

Maître de Conférences, Université Grenoble-Alpes, Invité

Monsieur Gilles POIREY

Ingénieur de Recherche, Ariane Group, Invité



*À mes parents,
ma sœur,
mon frère*

Avant toute entrée en matière, j'aimerais remercier les membres du jury ; c'est grâce à eux que ma soutenance de thèse a pris tout son sens selon moi. Merci à Thibaut pour avoir transmis son calme lors de sa présidence. Merci à Michel et Eric pour leurs rapports.

Ce travail de thèse a été le fruit d'une collaboration entre le *Laboratoire 3SR* et *Ariane Group* et n'aurait pas vu le jour sans les compétences reconnues de mon directeur de thèse, Merci Pascal. Mes encadrants de thèse ont su suivre mon travail, ils ont cru en moi et ont su m'encourager pendant ces trois années. J'en déduis qu'ils ont participé au dynamisme que j'ai tenté de mettre dans ces travaux, je n'oublierai pas ce qu'ils ont fait pour moi donc je les remercie au plus haut point. Dominique, Didier, Julien, Gilles, je pense bien à vous en écrivant ces mots.

Ce travail a aussi été suivi par des gens de tous horizons, je pense à Pierre, Nicolas, Stany, Mathieu, Patrice, Franck, mais aussi à tous les membres du service *Calcul Scientifique* du *Centre de Recherches du Bouchet* qui m'ont aidé, corrigé, complété, critiqué pendant les phases de dimensionnement, par exemple, et sans lesquels j'aurais eu plus de mal dans ces tâches.

Merci à Bratislav qui m'a beaucoup aidé tant dans les phases de simulations numériques et expérimentales que moralement lors de sorties à Grenoble, simplement.

Evidemment, j'aurais du mal à oublier tous les membres des services RV et ComHet ainsi que la cellule technique du *Laboratoire 3SR*. Ces derniers ont su me faire confiance dans les tâches que je souhaitais honorer personnellement et je les remercie ; merci à Karim, Fawzi, Jean-Benoît et à Jean-Luc, les Hommes de l'ombre et sans lesquels rien ne serait possible dans un laboratoire de recherche universitaire. C'est aussi l'occasion de remercier Eddy, le spécialiste de l'imagerie et analyses du *Laboratoire 3SR* sur qui j'ai pu me reposer lorsqu'on parle de micrographies : "Elles sont compliquées tes images!". Merci à lui. Et puis, il y a aussi une dame que j'aime beaucoup, elle organise, s'occupe de la communication du laboratoire... Merci à Mireille pour son soutien en toutes circonstances.

Parallèlement, j'aimerais remercier les hommes et femmes du laboratoire de mécanique du *Centre de Recherches du Bouchet* qui ont réalisé les essais de caractérisation que je ne pouvais pas réaliser... Sécurité oblige dans ce milieu. Adrien, Grégory, Aude, merci. Merci aussi à Frédéric, le chef du service mécanique et analyse du *Centre de Recherches du Bouchet* de l'époque, je l'ai rencontré certainement au bon moment et au bon endroit. Aujourd'hui, le turn-over a joué et le chef de service est devenu le mien.

Il n'y a pas d'analogie au *Laboratoire 3SR* puisque j'ai pu réaliser mes essais personnellement, cependant une personne m'a beaucoup conseillé, notamment en termes d'acquisition d'images, pendant mes longues campagnes d'essais de caractérisation mécanique, un grand merci à Franck.

Aussi, j'ai pu entrer en contact avec des personnes qui m'ont énormément aidé sans vraiment le savoir, merci à David Legland pour son travail de codage. Ses algorithmes d'analyses quantitatives sont superbes ! Merci à Gérard Gary, chercheur émérite, qui a pris le temps de m'accompagner dans le dépouillement des essais de caractérisation dynamique. Son travail est remarquable et a contribué au bon fonctionnement du mien. Et j'aimerais remercier Gérard Breyton, le patron de la société chez qui j'ai fait usiner absolument toutes les pièces de mes montages expérimentaux. Il a été de bons conseils et toujours dans les temps ! Merci à OMG.

Je n'oublierai pas ma famille. Mon papa, qui a su toujours me pousser, même si ça n'a pas toujours été très facile pour lui ; ainsi que ma maman. Je les remercie pour tout. Ma sœur et mon frère, Emilie et Geoffray, ont su m'entraîner à sortir de mes zones de confort ; ainsi, avec toujours une pensée pour eux, c'est aussi grâce à eux que j'ai pu mener ce travail de thèse à bien.

Je garde mes préférées pour la fin, évidemment... Morgane, ma compagne, a su me soutenir sans faillir tout au long de ces travaux de thèse, même dans les derniers moments. Merci du fond du cœur d'avoir été là dans ces moments moins excitants. Thaïs, ma chérie, tu n'étais pas encore née pendant ces travaux de thèse. Puis près de trois années de ces travaux terminées, tu as fait de moi l'homme le plus fort du monde juste au moment où j'en ai eu le plus grand besoin. Je t'aime.

Merci à tous.

Table des Matières

Introduction et contexte général de l'étude	1
1 Étude bibliographique	17
1.1 Microstructure et fabrication	17
1.2 Comportement	19
1.2.1 Viscoélasticité	20
1.2.2 Endommagement et rupture	31
1.2.3 Approche multi-échelle	37
1.3 Conclusion	39
2 Description du matériau d'étude et caractérisation quasi-statique	41
2.1 Description du matériau d'étude	41
2.2 Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude	44
2.2.1 Analyse mécanique dynamique, DMA	44
2.2.2 Traction quasi-statique	48
2.2.3 Compression quasi-statique	58
2.2.4 Essais de compression œdométrique pour l'identification du module de compressibilité	60
2.3 Conclusion	62
3 Caractérisation dynamique	65
3.1 Essais de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson	66
3.2 Caractérisation en traction rapide	70
3.2.1 Les montages expérimentaux existants	70
3.2.2 Conception du montage de traction uniaxiale rapide	72
3.2.2.1 Introduction	72
3.2.2.2 Dimensionnement du montage	72
3.2.2.3 Validation du montage	79
3.2.3 Essais de traction rapide sur matériau d'étude	79
3.3 Conclusion	87

TABLE DES MATIÈRES

4 Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche	89
4.1 Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles . . .	91
4.2 Tomographie RX et reconstruction 3D	100
4.3 Analyses quantitatives post-mortem	104
4.4 Analyses par microscopie électronique à balayage	108
4.5 Conclusion	108
5 Modélisation du comportement mécanique des élastomères fortement chargés	111
5.1 Introduction et rappels sur l'observation expérimentale	111
5.2 Proposition d'une loi de comportement dynamique	113
5.3 Validation du modèle : simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale dynamique	116
5.4 Conclusion	121
Conclusions et perspectives	123
A Interférométrie laser	133

Introduction et contexte général de l'étude

Propulsion solide et généralités

Il est coutume d'associer l'invention de la *poudre noire*, matériau pulvérulent à granulométrie fine, aux Chinois qui l'utilisaient à des fins de réjouissance pour la propulsion de fusées d'artifices. Pour ces premières utilisations historiques, marquantes aux yeux de l'Homme, ce terme s'est destiné tout naturellement à tous les matériaux énergétiques, de compositions bien différentes et dont les applications seront diverses, bien que loin de la définition de *poudre*¹. En Europe, la première utilisation militaire est recensée en 1346 durant la bataille de Crécy pour la propulsion de projectiles. Bien que le XVII^e siècle soit celui des grandes découvertes, c'est à la fin du XVIII^e siècle que de grands chimistes (Lavoisier, Chaptal, Berthold, Carny) ont amorcé de nombreuses révolutions dans ce domaine, puis au XIX^e siècle où ces matériaux ont connu les plus vastes évolutions : l'agglomération de la poudre en petits granules contribue à obtenir une combustion plus progressive. L'apport d'un autre composant permet de mettre en forme le matériau énergétique : il s'agit d'une matrice polymère dans laquelle sont mélangés les différents composants énergétiques. C'est ainsi que les propergols *modernes* sont apparus. Ces agglomérats ont été appelés *pellets* par les Anglo-saxons, puis *grains*. Ce terme a suivi le temps puisque, de nos jours, il désigne un objet monolithique de taille quelconque fait d'un matériau énergétique ; aussi bien un brin de poudre destinée à la petite munition que la totalité du matériau énergétique de propulsion (ou *chargement*) présent dans un booster d'*Ariane* [Davenas 1989, Amiable 1998, Rachline 1991].

Il existe différentes variétés de propergols solides mais tous ont le même rôle à jouer. Ils sont classés suivant leurs compositions chimiques ainsi que la nature de la matrice polymère utilisée :

- Les propergols solides composites. Ils sont composés de particules oxydantes (perchlorate d'ammonium, octogène, . . .) liées dans une matrice polymère. Il s'agit des matériaux étudiés

1. État sous lequel se présente une substance solide finement broyée, pilée ou pulvérisée [Larousse 1986]

dans ce travail de thèse. Nous obtenons un butargol[®] si la matrice est un polybutadiène, un isorgol[®] si la matrice est un polyuréthane, ou encore un sililargol[®] si la matrice est un silicone. Si des particules de perchlorate d'ammonium sont coulées dans un polybutadiène, nous obtenons une butalite[®]. D'autres charges peuvent être ajoutées (particules réductrices par exemple). Ils sont produits par malaxage puis moulés.

- Les propergols solides à double base homogènes. Il s'agit d'un mélange colloïdal de nitrocellulose et de nitroglycérine homogène. Ils peuvent être moulés ou extrudés.
- Les propergols solides à double base composites. Ils sont composés, tels que les propergols solides composites, de particules oxydantes coulées dans une matrice polymère elle-même énergétique.

Les propergols solides composites sont principalement utilisés dans la propulsion des lanceurs spatiaux tels que la fusée *Ariane*, ainsi que tout autre missile, qu'il soit stratégique, comme le missile français *M51*, ou tactique. La figure 1 est une photographie d'un lancement du missile stratégique français. Plusieurs étages de propergol solide de compositions chimiques et de géométries différentes assurent à l'engin la poussée nécessaire au parcours de la trajectoire voulue.

Les polymères sont des matériaux constitués de macromolécules enchevêtrées, liées et éventuellement ramifiées. Suivant la composition chimique et l'organisation structurale de ces macromolécules, ils peuvent être appelés différemment. La figure 2 montre l'organisation hiérarchique de cette famille de matériaux.

La matrice polybutadiène (ou plus précisément polybutadiène hydroxy téléchélique *p*-BHT) est typiquement un élastomère. La température d'utilisation est supérieure à sa température de transition vitreuse et il convient de le vulcaniser² pour lui conférer une rigidité nécessaire. Les polymères chargés sont fabriqués pour donner au matériau les propriétés, souvent mécaniques, désirées. En effet, l'ajout de particules de noir de carbone, par exemple, renforce le matériau polymère (par exemple dans les pneus) grâce aux interactions charges-matrice et charges-charges. Concernant les propergols solides, deux objectifs sont recherchés : un contenu énergétique et des propriétés mécaniques suffisantes pour supporter les sollicitations rencontrées dans le cycle de vie du matériau. Par conséquent, la formulation chimique du matériau conditionne le taux de charge (quantité d'énergie libérée lors de la combustion) et les propriétés mécaniques sont optimisées ensuite par le biais des paramètres d'environnement de polymérisation et/ou de vulcanisation.

2. Opération visant à former des ponts chimiques supplémentaires entre les macromolécules d'un élastomère empêchant les déformations permanentes par écoulement visqueux. Découverte en 1839 par Goodyear, la vulcanisation du caoutchouc naturel par le soufre consiste en un masticage à chaud [100-140 °C] au cours duquel sont introduits des plastifiants, de l'oxyde de zinc, des accélérateurs et du soufre [3 à 10 %]. [Larousse 1986]



FIGURE 1 – Photographie du missile M51. La dissuasion nucléaire française emploie la propulsion solide. Plusieurs étages à propulsion solide sont assemblés et plusieurs compositions et types de propergols sont utilisés. Lors du décollage, le premier étage est allumé et la combustion du propergol engendre une force de poussée vers le haut. Un étage est largué lorsque tout le propergol est brûlé [[Aerospatium 2016](#)].

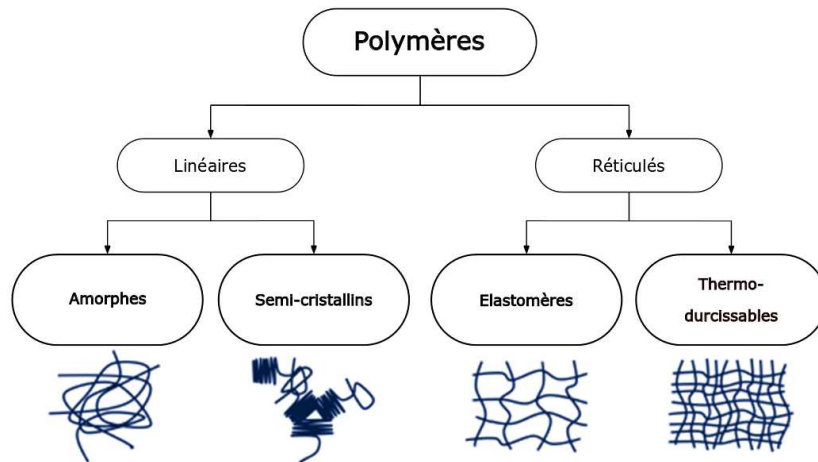


FIGURE 2 – Représentation de la hiérarchie nominative des matériaux polymères. Il existe plusieurs classes de polymères. Tous sont des arrangements de macromolécules. Ils se distinguent par le degré de tridimensionnalité de l'organisation de ces molécules, leurs densités, leurs propriétés mécaniques, la plage de température d'utilisation [Toutlemonde 2016].

Les propergols modernes sont des matériaux qui embarquent les deux acteurs mis en jeu dans une réaction de combustion : l'oxydant (comburant) et le réducteur (combustible). La combustion peut donc se dérouler sans l'oxygène de l'air. Dans les compositions les plus usuelles, des particules de perchlorate d'ammonium (particules actives) sont oxydantes et présentes à hauteur de 65 à 85%_{massique}. L'autre partie est réductrice et est composée de matrice polymère et éventuellement de charge d'aluminium suivant les performances recherchées. Les charges oxydantes sont des solides pulvérulents et doivent donc être liées pour acquérir une rigidité et pour garantir une homogénéité suffisante. Ces charges sont liées dans une matrice polymère (présente approximativement à 14%_m) qui est, dans ces mêmes compositions les plus usuelles, du *poly*-butadiène hétéro-télechélique (*p*-BHT). Nous en apprendrons plus dans une partie dédiée au matériau d'étude. L'assemblage des monomères 1,3-butadiène par réaction de polymérisation donne lieu, à l'aide de quelques agents ou additifs supplémentaires (par exemple des plastifiants), à un polymère relativement ramifié (Cf. figure 3), donc relativement solide par rapport à un polymère linéaire. Assemblés par malaxage, puis après polymérisation, ces trois composants forment un matériau granulaire à très forts contrastes, qu'ils soient physiques, chimiques ou mécaniques. Typiquement, la rigidité d'un tel matériau n'excède pas quelques MPa.

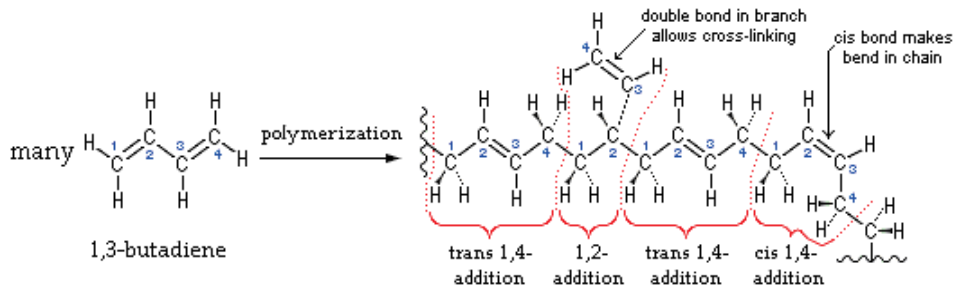


FIGURE 3 – Réaction de polymérisation donnant le p-bt [Wikipédia 2017].

Un propulseur est schématiquement l'assemblage d'un chargement de propergol contenu dans une virole, et d'une tuyère. La figure 4 montre les principaux organes d'un propulseur. On recense :

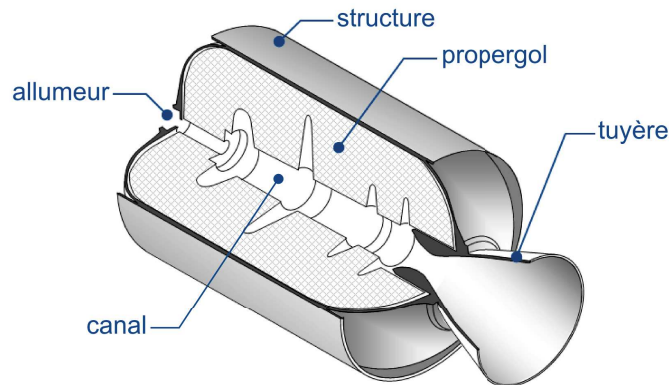


FIGURE 4 – Schématisation de la composition d'un corps de propulseur

- La structure (aussi appelée virole). Il s'agit de l'enveloppe extérieure du propulseur. Elle contient le matériau énergétique. Elle doit résister à la pression et aux hautes températures induites par la combustion du propergol.
- Le propergol solide. C'est le matériau énergétique par définition. Par sa combustion, il est à l'origine de la génération de gaz chauds.
- Un allumeur. C'est le déclencheur de la réaction de combustion du propergol.
- Un canal central. Il s'agit de la majeure partie de la chambre de combustion du moteur. Sa géométrie varie durant la combustion. Lors de l'allumage du propulseur, il y a mise en pression de ce canal et un flux de gaz dirigé vers la tuyère apparaît.
- Une tuyère. C'est le moyen de transformer une énergie chimique et la pression dans le canal en énergie cinétique. Par sa géométrie, la tuyère accélère les gaz chaud générant une force

Introduction et contexte général de l'étude

de poussée.

Différents type de tuyères existent³, cependant nous avons presque toujours affaire à des tuyères de type *Laval*.

Une tuyère convergente permet d'accélérer des gaz circulant à des vitesses subsoniques jusqu'à (et sans jamais dépasser) *Mach*⁴ 1. Une tuyère divergente permet d'accélérer des gaz circulant à des vitesses supersoniques.

Une tuyère de *Laval* permet de combiner les effets de ces deux tuyères. De ce fait, c'est au col de tuyère que la vitesse des gaz atteint *Mach* 1. Enfin, pour contrôler la trajectoire du lanceur, la tuyère peut être orientable de quelques degrés (3 à 15° d'après [Davenas \[1989\]](#)). Les propulseurs sont dimensionnés pour fournir une force de poussée F définie par :

$$F = \dot{m}_{tuyère} v_{éjection} + S_{col} (p_{divergent} - p_{environnement}) \quad (1)$$

ou $\dot{m}_{tuyère}$ est le débit massique de la tuyère, $v_{éjection}$ est la vitesse d'éjection des gaz, S_{col} est la section du col de la tuyère (*i.e.* la section minimale de la tuyère, voir sur la figure 4), $p_{divergent}$ est la pression à S_{col} et $p_{environnement}$ et la pression extérieure.

Le débit massique de la tuyère est une fonction de la pression dans la chambre de combustion et de la section au col S_{col} de la tuyère et est définie par :

$$\dot{m}_{tuyère} = C_d p S_{col} \quad (2)$$

C_d est le coefficient de débit de la tuyère (il n'a pas d'unité). Il est fonction de la nature des gaz éjectés, de la température et de la pression de ceux-ci, p est la pression dans la chambre de combustion

Au canal (c'est-à-dire dans la chambre de combustion), le débit massique de propergol est défini par :

$$\dot{m}_{propergol} = \rho_{propergol} S_{combustion} v_{combustion} \quad (3)$$

ou ρ est la masse volumique du propergol, S est la surface offerte à la combustion et v la vitesse de combustion. On note que le débit $\dot{m}_{propergol}$ est le débit de propergol brûlé alors que $\dot{m}_{tuyère}$ est le débit massique au col de la tuyère. D'après les équation 2 et 3, on a :

$$v_{combustion} = \frac{1}{\rho_{propergol}} \frac{p}{S_{combustion}} C_d S_{col} \quad (4)$$

3. Une tuyère peut être convergente, divergente ou les deux ; c'est le cas des tuyères de *Laval*.

4. Le nombre de Mach est défini par le rapport de la vitesse matérielle par la célérité du son

On note que la vitesse de combustion est la combinaison d'un terme dépendant des propriétés matériau $1/\rho$, un terme dépendant de la cinétique de combustion $p/S_{combustion}$ et un terme de géométrie $C_d S_{col}$. Cette équation montre qu'à tout moment, dans un propulseur donné et rempli d'un propergol donné, la vitesse de combustion est proportionnelle à la pression dans la chambre de combustion. D'autre part, grâce à des essais expérimentaux sur des moteurs pour différents rapports $S_{col}/S_{combustion}$ (maîtrisé lors de la conception et fabrication du moteur), il est possible de montrer que la vitesse de combustion est une propriété propre à chaque propergol et que la pression de fonctionnement est décrite par la loi de Vieille :

$$v_{combustion} = a p^n \text{ avec } n < 1 \quad (5)$$

Lorsque les équations 4 et 5 sont vérifiées, nous obtenons le point de fonctionnement du moteur (v_0, p_0) .

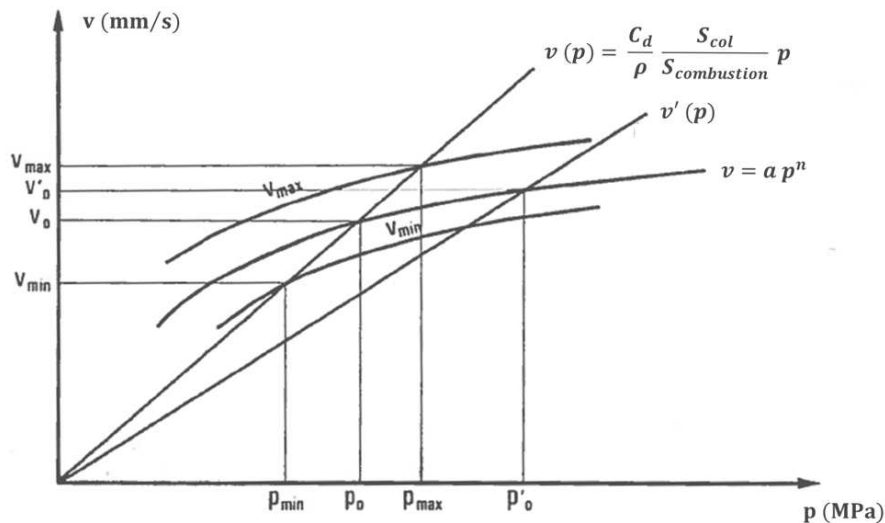


FIGURE 5 – Illustration du point de fonctionnement d'un moteur à propergol solide [Davenas 1989].

Nous introduisons maintenant la variable de serrage du propulseur K :

$$K = \frac{S_{combustion}}{S_{col}} \quad (6)$$

Et l'équation 4 peut donc s'écrire sous la forme :

$$v_{combustion} = \frac{1}{\rho_{propergol}} \frac{C_d}{K} p \quad (7)$$

L'équation 7 montre qu'une variation du serrage induit une variation de l'équilibre de pression dans la chambre de combustion. Une variation de K peut être volontaire (pour respecter une loi de poussée) ou involontaire (due à l'endommagement du propergol par exemple ; et plus généralement à l'augmentation de la surface en combustion ou à un bouchage de la tuyère). En particulier, si $S_{combustion}$ augmente, K diminue et la pente de la droite décrite par l'équation 7 diminue (voir la droite $v'(p)$ sur la figure 5). Le point de fonctionnement est donc déplacé en (v'_0, p'_0) .

Quelques notions : vulnérabilité des propulseurs

Le champ de la *vulnérabilité* des systèmes propulsés est issu de la volonté de maîtriser les risques opérationnels ainsi que les faiblesses des propergols solides dans le cycle de vie d'un propulseur, de la mise en œuvre jusqu'au théâtre d'opérations (voir tableau 1). Lorsque le propergol a acquis ses propriétés mécaniques et est mis en forme dans un corps de propulseur, la vulnérabilité des propulseurs entre en jeu pour identifier les risques inhérents à l'utilisation du moteur.

Pendant leur cycle de vie, les matériaux sont soumis à des sollicitations nominales (démoulage, retrait thermique, stockage, manutention, allumage, mise en pression lors du décollage de la fusée ou du tir du missile, ...) et peuvent être soumis à des sollicitations accidentelles : ce serait par exemple le cas d'une chute ou de tout autre agression. Des situations accidentelles, telles que présentées, sont déjà apparues dans l'histoire des matériaux énergétiques. Le tableau 2 cite quelques unes de ces situations non souhaitables qui ont causé de lourdes pertes. Au vu de ce type d'évènements redoutables, la maîtrise des risques pyrotechniques est devenue une priorité pour tout industriel de l'armement. Le but du département *Vulnérabilité* est donc d'évaluer le

Type de sollicitation	Temps caractéristique	Températures rencontrées [°C]
démoulage	1 h	20 - 60
retrait thermique	2 - 10 j	20
stockage	1 année	0 - 30
tir	10 ms - 1 s	-50

TABLEAU 1 – Quelques exemples de sollicitations rencontrées en régime de fonctionnement nominal et leurs conditions.

risque associé à différents types d'agressions. Un modèle numérique est donc en développement pour prévoir cette violence de réaction.

Date	Cause	Effet	Bilan
Janvier 1947	<i>Chute</i> d'une bombe dans un entrepôt	Détonation du stock entier	10 vies, dépôt détruit
Mars 1960	<i>Chute</i> d'une caisse de grenades lors du déchargement d'un navire	Explosion du stock de munitions	Navire détruit
Juillet 1967	<i>Départ accidentel</i> d'une roquette sur le porte-avion Forrestal	Incendie sur le pont d'envol et dans plusieurs soutes	134 vies, 161 blessés, 21 avions détruits, 43 endommagés
Mai 1981	Accident lors d'un <i>apportage</i> sur le porte-avion Nimitz	Incendie et explosion d'une munition	14 vies, 3 avions détruits, 9 endommagés
Juillet 1991	Incendie lors du <i>transport</i> d'obus dans une base du Koweït	Explosion des munitions	2 vies, 45 blessés, 14 chars détruits et 35 véhicules détruits

TABLEAU 2 – Recensement de quelques situations accidentelles survenues [Discussions, réunions]

Du point de vue chimie, les matériaux énergétiques sont fondés sur l'assemblage de composants dont l'enthalpie de formation est la plus élevée possible pour permettre une restitution maîtrisée en l'absence d'oxygène de leur énergie interne lors de la réaction de combustion. Cette restitution d'énergie se fait par des mécanismes d'oxydoréduction intra ou extra moléculaires. Selon les paramètres de réaction, le mode de décomposition des proergols solides peut être de différentes natures : on parle de combustion ou de détonation (la déflagration est une combustion ayant des vitesses d'avancement plus élevées). Ces deux modes de décomposition sont accompagnés d'effets divers :

- La combustion
 - dégradation thermique des espèces (convection, rayonnement).
 - dépend de la surface offerte (réaction de surface).
- La détonation
 - dégradation mécanique (onde de choc).

— réaction en volume.

Lors d'une combustion, des espèces chimiques sont mises en jeu, se décomposent et forment des gaz selon leurs propriétés intrinsèques, la température et la pression. Le mode de combustion nominale (ou combustion dite *conductive*) est piloté par la masse volumique du propergol, la surface en combustion ainsi que le débit massique de propergol comme le montre l'équation 3. Dans un matériau sain, à pression atmosphérique, la zone de réaction s'étale sur une épaisseur de l'ordre de la dizaine de micromètres (Cf. figure 6) et avance en *couche parallèle* (on dit que le propergol brûle en *feuille de cigarette*). La température du milieu est décrite par l'équation de la chaleur restreinte à sa composante de conduction, soit :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \vec{\varphi} = q \quad (8)$$

Il en découle que la température du milieu, à la position y (par rapport à la surface du propergol) est :

$$\frac{T - T_S}{T_S - T_i} = e\left(\frac{v_C}{\alpha} y\right) \quad (9)$$

ou T_S est la température de surface, T_i est la température initiale (ou environnante), v_C est la vitesse de combustion et α est la diffusivité thermique définie par :

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho C}$$

avec λ la conductivité thermique, ρ la masse volumique et C la capacité thermique massique.

Lorsque la combustion entre dans un régime non-nominal (combustion non contrôlée, avec variation de volume), au flux de conduction s'ajoute un flux de convection dû à la génération supplémentaire de produit de réaction obtenue par l'augmentation de surface en combustion (Cf. figure 7). D'après l'équation 3, le débit massique de propergol augmente. Puis d'après l'équation 4, la pression dans la chambre de combustion augmente à son tour. S'en suit une série de phénomènes en cascades pouvant engendrer la perte du moteur :

- La pression dans la chambre de combustion augmentant, l'enveloppe structurale se déforme.
- Le propergol, solidaire de son enveloppe, subit de même la dilatation. Cette dilatation se traduit localement par un état de contrainte de traction à la surface interne du propergol.
- Cette élévation de contrainte peut être à l'origine de l'activation d'un défaut ou de la propagation d'une fissure dans le propergol, se traduisant par une augmentation de surface en combustion.

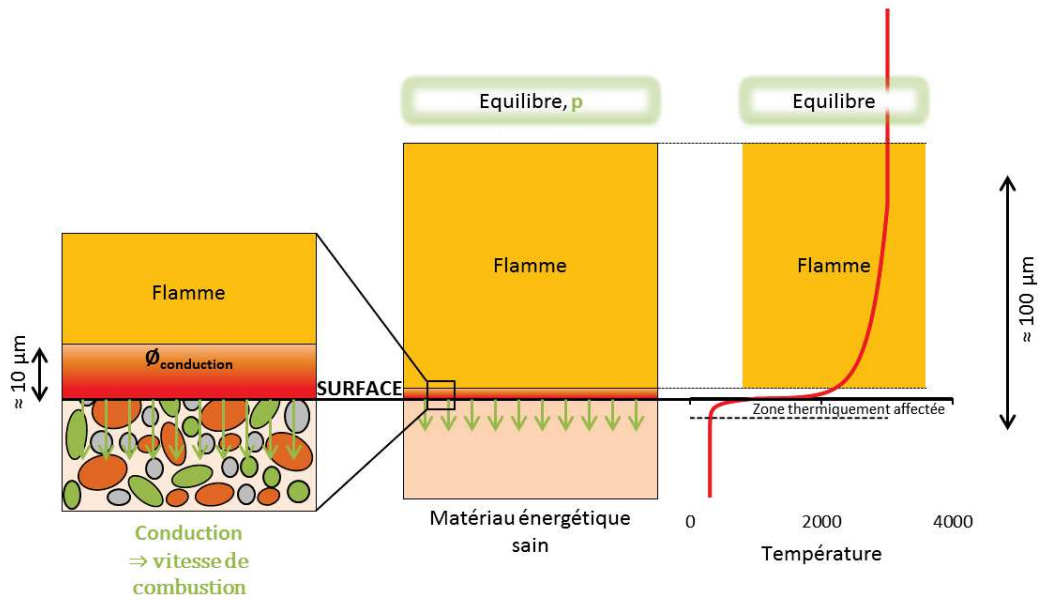


FIGURE 6 – Illustration d’une combustion nominale, point de fonctionnement (v_0, p_0) sur la figure 5.

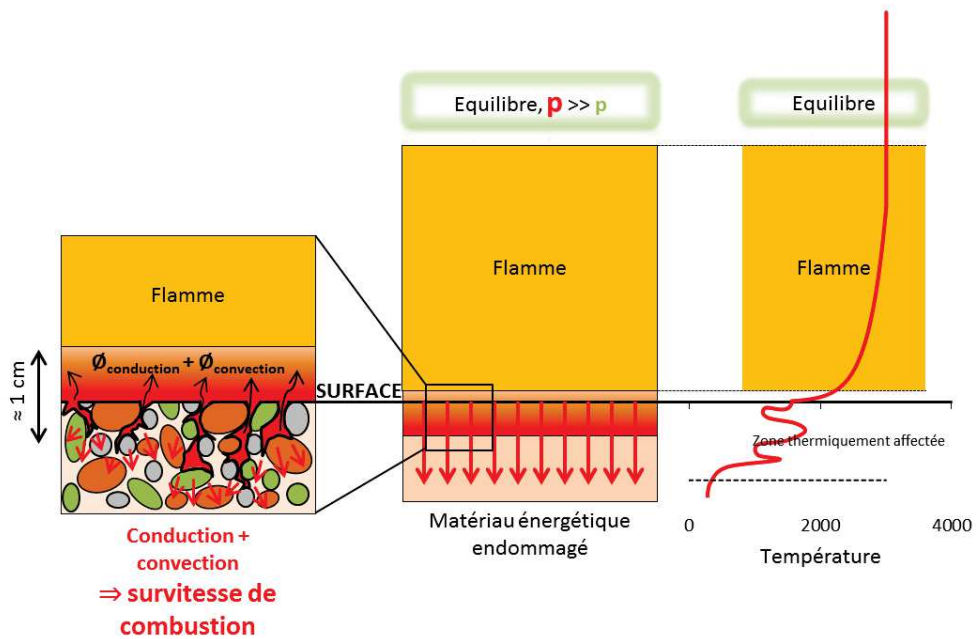


FIGURE 7 – Illustration d’une combustion non maîtrisée, combustion anormale avec augmentation de surface, point de fonctionnement déplacé en (v''_0, p''_0) avec $v''_0 \gg v'_0 > v_0$ et $p''_0 \gg p'_0 > p_0$ (voir figure 5).

- La surface augmente donc le débit massique de propergol augmente. Donc la pression dans la chambre de combustion augmente.

Comme le débit massique de propergol, piloté par l'équation 4, est fonction de la surface en combustion, incluant donc chaque lèvres de (micro)fissure, il existe alors un risque d'éclatement du moteur qui est le risque ultime encouru si le matériau énergétique montre un endommagement préexistant, si la mise en œuvre du matériau énergétique laisse apparaître de la porosité ou plus généralement si le matériau offre une surface en combustion initiale trop élevée. L'augmentation induite de vitesse de combustion est appelée *survitesse*.

Au vu de ces informations typiquement recensées lors d'utilisations anormales, des contre-mesures ont été mise en place pour pallier les risques inhérents. Ces préoccupations de sécurité s'organisent logiquement et de manière complémentaire :

- Evaluation des risques encourus par la réalisation d'essais de laboratoire normés complétée par le calcul par simulation numérique.
- Mise au point de nomenclatures des matériaux énergétiques visant à encadrer la sécurité au travail complétée par les directives SEVESO.
- Atténuation des effets sur l'Homme d'un fonctionnement non désiré par la mise en place du concept MUniton à Risques ATtenués (MURAT). Il s'agit de mettre en place des armes moins dangereuses lors de situations accidentelles ou du stimuli de théâtres d'opérations (chocs, impacts, chutes, courants électriques, ...).

La problématique de l'emballement de la combustion dans les boosters est le fruit d'un phénomène couplé entre une fragmentation impliquant des portions de plus en plus petites et une réaction pyrotechnique de plus en plus intense compte tenu de la réduction de taille de ces volumes. Ainsi la fragmentation mécanique du matériau actif constitue un point central à la compréhension du risque d'emballement pyrotechnique. Le thème de la fragmentation mécanique étant le point principal de cette thèse. Il est donc important d'identifier le comportement des matériaux actifs par une caractérisation des lois constitutives régissant les relations entre contraintes et déformations, pour des régimes quasi-statiques et dynamiques ; ceci en considérant également des essais aptes à induire des niveaux d'intensité de contraintes permettant d'initier et de propager un réseau de fissures au sein du matériau actif.

Problématique générale de la thèse

Après avoir introduit ces quelques notions, nous pouvons d'ores et déjà dire que l'étude de l'endommagement des propergols solides consécutif à un chargement mécanique dynamique résultant d'une sollicitation d'impact ou de choc constitue l'un des enjeux de cette thèse. Le comportement

mécanique intrinsèque au matériau en est un autre aspect essentiel. L'objectif principal de ces travaux s'articule autour de deux axes :

- développer les connaissances sur le comportement mécanique du matériau en développant de nouvelles méthodes expérimentales (travaux développés au sein du *laboratoire 3SR*),
- alimenter un modèle numérique développé au *Centre de Recherches du Bouchet d'Ariane Group* pour être en mesure de prévoir la violence de réaction suite à une sollicitation dynamique. Autrement dit, étendre les capacités du modèle nommé HRVM du régime quasi-statique vers le régime dynamique.

Durant plusieurs années, le comportement mécanique a été étudié selon des modes opératoires normés (norme sur la caractérisation mécanique en traction uniaxiale par exemple [[NF T70-315 2004](#)]). Grâce à des sollicitations simples et homogènes comme la traction uniaxiale, entre autres, *Ariane Group* a pu acquérir les connaissances nécessaires pour dimensionner des systèmes propulsés. Une modélisation numérique du comportement mécanique (modèle HRVM) a été retenue, puis "codée" et alimentée pour prévoir le comportement des propergols au cours de leur cycle de vie sans couvrir le cadre des sollicitations du régime dynamique pour lesquelles la modélisation montre de trop faibles capacités. En effet, lorsque ce modèle numérique est employé pour simuler le comportement mécanique du matériau lors d'un chargement d'impact, le matériau s'endommage trop rapidement alors que l'expérience montre que des fragments demeurent.

L'objectif principal d'*Ariane Group* était donc, à travers un contrat de collaboration faisant l'objet des travaux de la thèse, de bénéficier de l'apport de méthodes expérimentales innovantes développées au sein du *laboratoire 3SR* pour améliorer la caractérisation mécanique des propergols ainsi que d'observer les effets dus aux hautes vitesses de déformations. De plus, en partant du modèle numérique déjà en place au laboratoire de *Calcul Scientifique* du *Centre de Recherches du Bouchet*, ces travaux expérimentaux apportent un enrichissement de la loi de comportement permettant de prévoir plus convenablement le comportement mécanique des propergols solides par voie de simulation numérique.

Dans le cadre du contrat de recherche écrit entre *Ariane Group* et le *laboratoire 3SR* de Grenoble, il a été proposé de développer trois types d'essais permettant de caractériser le comportement mécanique des propergols solides et traction uniaxiale, d'étudier le comportement hydrostatique et déviatorique de ces matériaux ainsi que son endommagement sous chargement d'impact [[Forquin et al. 2015](#)].

Le département *Vulnérabilité* souhaite pouvoir modéliser toute sollicitation mécanique, qu'elle soit lente ou rapide, par des codes de calcul basés sur la méthode des éléments finis, tels qu'Abaqus

Introduction et contexte général de l'étude

ou LSDyna. Pour ce faire, une caractérisation mécanique exhaustive du matériau est nécessaire, incluant les hautes vitesses de déformation.

Plan de la thèse

Le premier chapitre présente un état de l'art concernant le comportement mécanique des polymères chargés. Les différents moyens utilisés pour étudier le comportement mécanique du matériau sont présentés. Le modèle développé et utilisé au *Centre de Recherches du Bouchet d'Ariane Group* sera alors introduit pour mettre en évidence les failles décelées lorsqu'on le confronte à un essai expérimental. Un résumé de l'étude bibliographique viendra clore ce chapitre.

Le chapitre 2 propose une description du matériau d'étude. Il s'agit d'un matériau représentatif des propergols solides, c'est à dire qu'il est morphologiquement équivalent mais *inerte*. Puis nous aborderons la caractérisation quasi-statique, c'est-à-dire dans une gamme de vitesses de déformation inférieure à $1 s^{-1}$. Des essais de traction et de compression ont été entrepris.

Le chapitre suivant propose une caractérisation mécanique du comportement dynamique du matériau grâce aux essais expérimentaux proposés par le *laboratoire 3SR*. La conclusion de ce chapitre explicitera les différences observées expérimentalement entre les domaines quasi-statiques et dynamiques.

Un essai original d'impact sur la tranche est ensuite exposé. Il s'agit d'un essai développé sur des matériaux fragiles qu'il a fallu adapter aux matériaux de type propergols solides. Cet essai est dédié à des analyses quantitatives de l'endommagement généré au sein d'un échantillon soumis à une sollicitation dynamique de type impact.

Fort de ces données expérimentales acquises, le chapitre 5 de ce manuscrit est dédié à la modélisation numérique. Nous explicitons les modifications menées durant ce travail de thèse. L'observation des principes mécaniques qui motivent l'alimentation de la loi de comportement servent et serviront à mettre à jour le modèle numérique. Pour finir, une épreuve numérique est menée et validera le modèle numérique implémenté.

Une conclusion récapitule les travaux menés durant la thèse et la méthodologie de caractérisation répondant à la problématique posée. Puis des voies de recherche sont proposées pour étayer

le besoin en caractérisation des matériaux.

Introduction et contexte général de l'étude

Chapitre 1

Étude bibliographique

Sommaire

1.1	Microstructure et fabrication	17
1.2	Comportement	19
1.2.1	Viscoélasticité	20
1.2.2	Endommagement et rupture	31
1.2.3	Approche multi-échelle	37
1.3	Conclusion	39

1.1 Microstructure et fabrication

Les propergols solides composites sont issus du mélanges de plusieurs constituants : une matrice, des charges énergétiques et des additifs. La figure 1.1 montre la composition ainsi que les proportions des constituants.

La matrice des propergols solides assure l'intégrité physique du matériau en transmettant les efforts mécaniques [Davenas 1989]. Elle peut être différente selon les performances recherchées. Le *p*-BHT est le plus couramment utilisé [Canselier 2005], mais d'autres existent avec des propriétés moins réductrice comme le polyazoture de glycidyl (PAG) [Franckel et al. 1992] ou le polyadipate d'éthylèneglycol (PADEG) [Mateos 2003].

Les charges délivrent l'énergie lors de la combustion. Les charges peuvent être de différentes natures : elles peuvent être oxydantes ou réductrices, ou les deux. Par exemple, le perchlorate d'ammonium est un oxydant, l'aluminium est réducteur ; le HMX embarque en son sein des deux acteurs de la réaction d'oxydoréduction. Les performances sont régies par le choix des charges

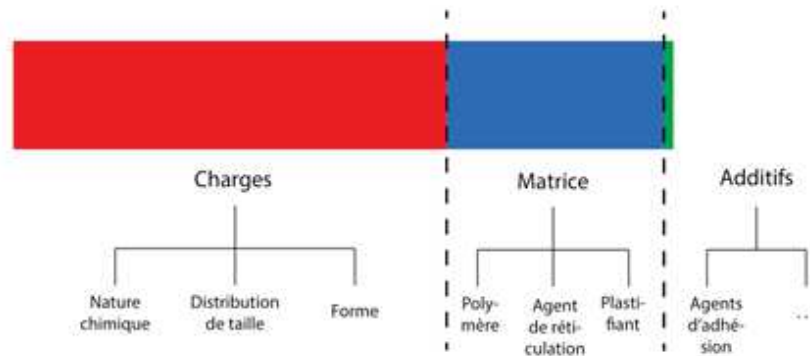


FIGURE 1.1 – Illustration de la composition d'un propergol solide composites. La surface prise par chaque constituants est proportionnelle a sa fraction volumique dans la ise en œuvre du matériau [Toutlemonde 2016].

ainsi que leur fraction lors de la mise en œuvre. Vratsanos et Farris [1993] ainsi que Kim et al. [1985] montrent que la taille des charges influence le comportement mécanique des matériaux et Mehilal et al. [2009] ainsi que Sun et al. [2017] montrent que le facteur de forme des charges influence le comportement à rupture par la concentration des contraintes au voisinage des charges anguleuses. Oberth et Brunner [1965] et Gallier et Hiernard [2008] identifient, dans un cadre plus général, à $200 \mu m$ la limite haute de la taille des charges.

Il en résulte un matériau à forts contrastes comme peut en témoigner la figure 1.2. Cette figure montre le module d'Young des matériaux en présence (liant *p*-BHT et charges d'aluminium) en fonction de la distance à l'interface liant/charge. On montre ainsi que la rigidité du liant est de $5 MPa$, la rigidité des charges est trop élevée pour être mesurée précisément par cette sonde et la rigidité du matériau varie au sein de l'interphase, de la rigidité de la matrice vers celle de la charge.

La fabrication d'un propergol passe par plusieurs étapes montrées sur la figure 1.3.

1. La première étape est la préparation du "prémix" : il s'agit du mélange du liant élastomère ainsi que des additifs.
2. Au mélange obtenu sont ensuite ajoutés les charges de différentes granulométries dans un ordre précis afin d'obtenir le taux de charge souhaité. Le mélange se fait mécaniquement pour obtenir une pâte suffisamment homogène.
3. L'ajout des agents de réticulation est réalisé.
4. Le mélange est alors coulé dans le moule adéquat. Le moule peut être directement la structure du moteur ou bien des moules conçus spécialement pour la distribution d'échantillons.

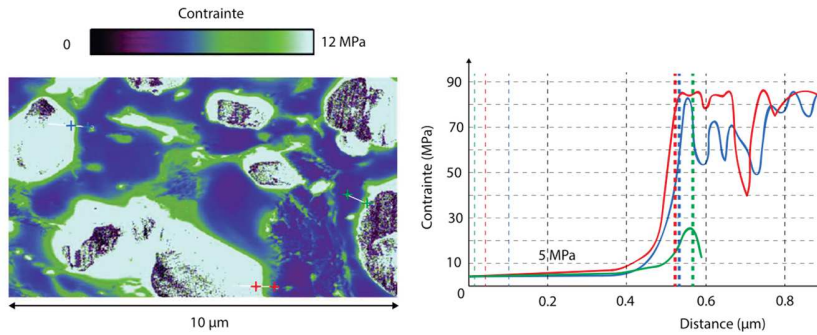


FIGURE 1.2 – Illustration mésoscopique des propergols solides (Butalane[®]) dans le voisinage des plus petites charges trouvées (aluminium - $25\ \mu\text{m}$). Observation AFM réalisée au *Centre de Recherches du Bouchet*. Cartographie de rigidité par nano-indentation et évolution de la rigidité en fonction de la distance à l'interface liant/charge en plusieurs endroits de la cartographie montrée [Toutlemonde 2016].

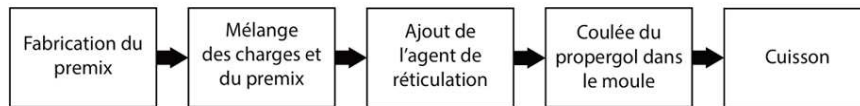


FIGURE 1.3 – schématisation de la méthode de fabrication des propergols solides composites. [Toutlemonde 2016].

Dans le dernier cas, le bloc obtenu est alors divisé en omettant une partie de bord définie pour éviter les variations de propriétés mécaniques.

5. Le moule est alors placé en étuve pour la cuisson.

L'ensemble est ensuite placé en refroidissement. Des contrôles non destructifs peuvent avoir lieu dans le cas de produits industriels.

1.2 Comportement

Le comportement mécanique des polymères chargés est modulaire et évolutif, c'est à dire que chaque trait de comportement peut être identifié par un essai expérimental donné et donc que chacun de ces traits peuvent être traités séparément. Le comportement global des propergols solides est hyperviscoélastique non linéaire endommageable [Davenas 1989, Nadot-Martin 2009].

Nous allons voir dans ce chapitre les différents traits de comportement des polymères chargés. La matrice élastomère est classiquement qualifiée d'hyperélastique [Davenas 1989] comme peut le montrer la figure 1.4. Cette figure montre une courbe contrainte déformation issue d'un essai de traction mené sur un élastomère PAG.

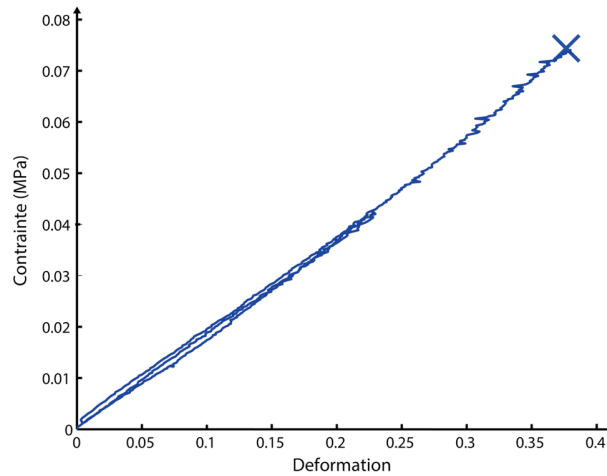


FIGURE 1.4 – Courbe contrainte déformation issue d'un essai de traction sur PAG [Toutlemonde 2016]. Illustration de l'hyperélasticité du liant PAG.

Cependant, les essais réalisés durant ces travaux de thèse sont effectués sur matériau composite. Le caractère hyperélastique du matériau ne sera donc pas traité dans cette thèse.

1.2.1 Viscoélasticité

Données expérimentales

La viscoélasticité s'explique par des mouvements intra et intermoléculaire qui se traduisent par une dépendance de la raideur du matériau à la vitesse de déformation et à la température comme en témoigne la figure 1.5 ainsi que la figure 1.6.

Cette figure montre le caractère viscoélastique du comportement mécanique du matériau. De plus, on remarque la linéarité du comportement sur les premiers pourcents de déformation, ce qui montre que l'endommagement peut s'amorcer à partir d'une contrainte seuil.

Du point de vue phénoménologique, la réponse d'un matériau viscoélastique à une déformation (relaxation) ou une contrainte constante (fluage) varie au cours du temps. Ces phénomènes sont observables par des expériences de fluage (à contrainte constante) et de relaxation (à déformation constante). La figure 1.7 montre le comportement typique d'un matériau viscoélastique à ce type de sollicitations. Pour une succession d'évènements, l'état final correspond à la somme des modifications apportées par chaque chargement mécanique selon le principe de superposition de Boltzmann (voir figure 1.8).

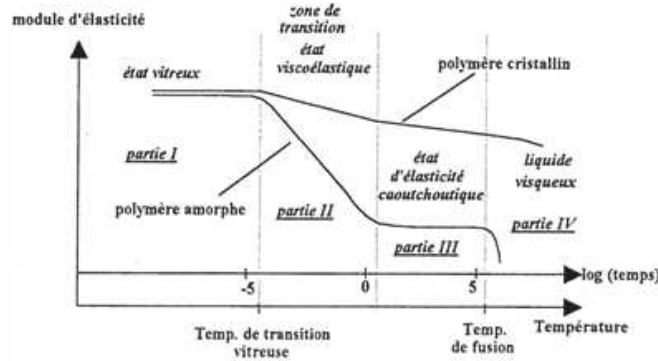


FIGURE 1.5 – Observation expérimentale de la viscoélasticité. La rigidité apparente du matériau varie avec la température ainsi que la vitesse de déformation. L'axe noté "temps" peut être défini par l'inverse d'une vitesse de déformation. Dans la partie I, le matériau est rigide et cassant. La partie II est une phase de transition vers un état de grande déformabilité où les mouvements moléculaires ne sont plus inhibés par les faibles températures et le matériau devient viscoélastique. Dans la partie III, les propriétés mécaniques sont stabilisées : un module d'élasticité très faible et un allongement à rupture très élevé (500 voire 1000% pour certains caoutchoucs). Dans la partie IV, bien que solide, les propriétés mécaniques du matériau s'effondrent et son comportement est assimilable à celui d'un fluide visqueux non-Newtonien quasi-incompressible [Traissac 1995].

Équivalence temps-température

L'équivalence entre le temps et la température est issue du constat qu'un matériau peut répondre de manière identique lorsqu'il est sollicité de deux manières différentes. Il s'agit de deux conditions expérimentales menant au même état viscoélastique [Azoug 2010]. Cette équivalence temps-température est vérifiée pour de nombreux élastomères. Il s'agit du principe d'équivalence donné par Williams et al. [1955] selon lequel un état viscoélastique est relatif aux conditions expérimentales. De ce fait, on peut identifier deux conditions expérimentales différentes qui donnent le même état viscoélastique. Dans ces deux cas, les modules d'élasticité seront identiques. Cette méthode s'applique dans la zone incluse entre le domaine vitreux et la fin du plateau caoutchoutique.

La viscoélasticité est décrite, dans le domaine temporel, par une courbe maîtresse de rigidité. Pour chaque temps de sollicitation, une rigidité est mesurée. Le temps de sollicitation peut être défini de plusieurs manières. Il peut être le temps où la linéarité de comportement est perdue, ou le temps auquel la rupture intervient. Dans ce manuscrit, et afin de garder une cohérence entre tous les essais expérimentaux, le temps de sollicitation sera défini à la contrainte maximale atteinte.

Nevière [2006] a mis en évidence le dysfonctionnement de ce type d'équivalence dans le domaine dynamique, c'est à dire aux temps courts. Autrement dit, le résultat n'est pas celui auquel

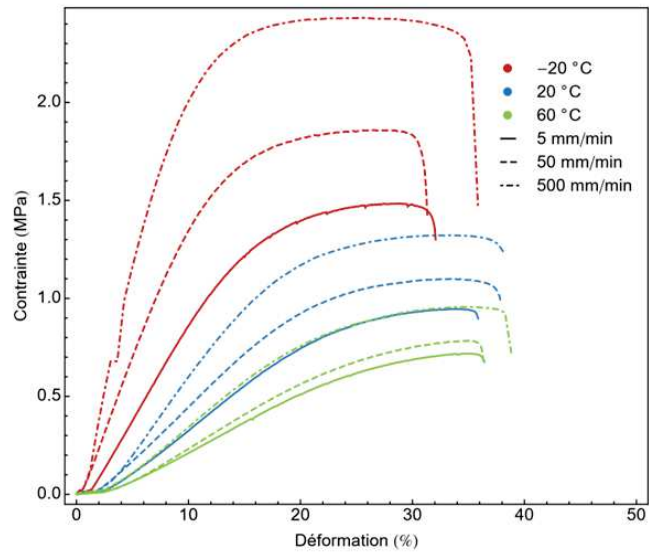


FIGURE 1.6 – Mise en évidence de la viscoélasticité d'un propergol solide. La réponse en contrainte à une traction uniaxiale diffère suivant les conditions expérimentales [Azoug 2010].

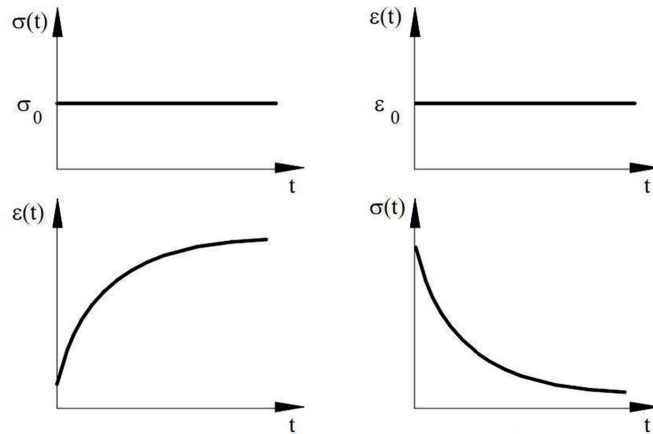


FIGURE 1.7 – Comportement d'un matériau viscoélastique face à des expériences, à gauche, de fluage et à droite, de relaxation.

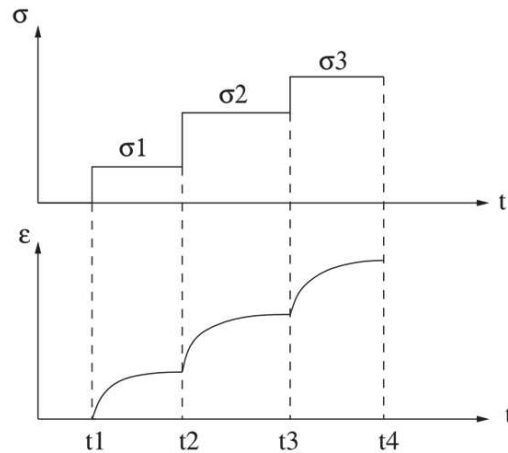


FIGURE 1.8 – Illustration du principe de superposition de Boltzman.

on s'attend lorsqu'on essaie de confronter deux essais réalisés, a priori par l'équivalence temps-température, aux mêmes états viscoélastiques. Il a mis au point, lors de ce travail, une extension de l'équivalence temps-température pour normaliser une base expérimentale la rendant cohérente. La figure 1.9 montre la normalisation des courbes expérimentales.

Pour l'étude du comportement mécanique des polymères, plusieurs techniques expérimentales sont disponibles.

Les techniques expérimentales disponibles

L'analyse mécanique dynamique donne accès au comportement du matériau. Bien que le terme "dynamique" apparaisse dans la dénomination du montage expérimental, on mesure la rigidité du matériau jusqu'à des fréquences pouvant aller au delà de 100 Hz. Le principe de cet essai est de solliciter un matériau en appliquant un profil de déformation de nature sinusoïdale autour d'un point d'équilibre. Le spectromètre sollicite l'échantillon sous forme d'oscillations harmoniques de fréquence et d'amplitude de déformation constantes suivant :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_a \sin(\omega t) \quad (1.1)$$

où ε_0 est la déformation imposée initiale, ε_a est l'amplitude de déformation et ω est la fréquence. La contrainte mesurée est alors de la forme :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_a \sin(\omega t + \delta) \quad (1.2)$$

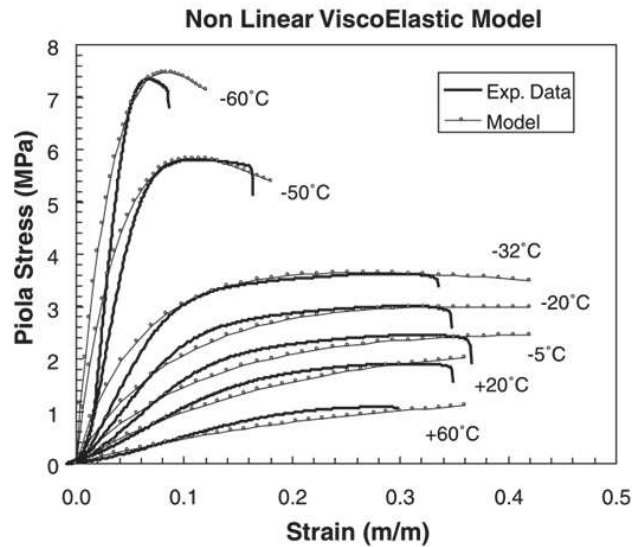


FIGURE 1.9 – Résultats de la normalisation sur une base expérimentale réalisée sur un prepergol à matrice p -BHT [Nevière 2006].

où δ est l'angle de déphasage (ou angle de perte) tel que montré sur la figure 1.10.

Jalocha [2015] a, par exemple, employé cette technique pour identifier une courbe maîtresse complète en fonction du temps mais aussi en fonction de la déformation initiale imposée; Azoug [2010] a utilisé ce montage expérimental pour étudier l'influence des charges sur le comportement et les non-linéarités de comportement (voir figure 1.11).

Lors de ses travaux sur l'extension de l'équivalence temps-température, Nevière [2006] a réalisé des analyses DMA pour obtenir une équivalence temps-température convenable pour son matériau (un prepergol à matrice p -BHT). Il a donc obtenu des courbes maîtresses du module tangent, de la contrainte maximale ainsi que de la déformation à rupture (voir figure 1.12). On note, sur la figure 1.12, que l'axe des abscisses est un temps réduit t/a_T (avec t le temps et a_T un coefficient qui reflète la température du milieu et donné par l'équivalence temps-température du matériau). Ce temps prend en compte la vitesse de sollicitation ainsi que la température à laquelle l'essai expérimental a été réalisé.

L'essai de traction uniaxiale peut donner accès au comportement du matériau à différentes températures et vitesses de déformation. Il permet l'identification de la rigidité du matériau en fonction du temps de sollicitation, mais aussi de mesurer la contrainte maximale en fonction de la vitesse de sollicitation et de la température. Utilisée par de nombreux auteurs, par

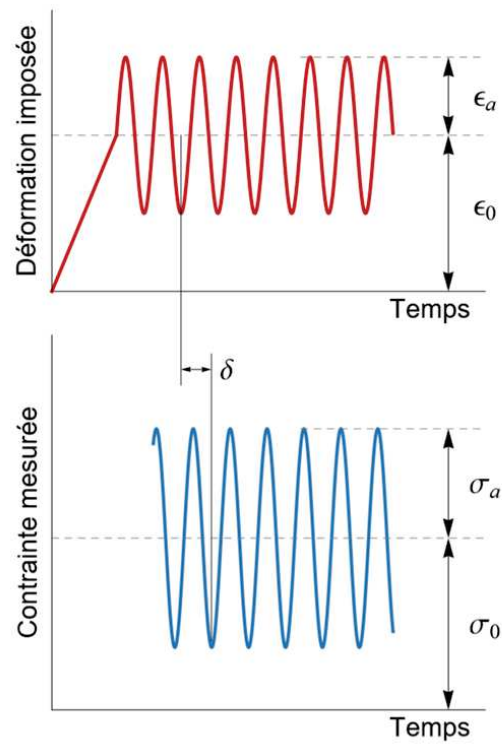


FIGURE 1.10 – illustration du déroulement d'un essai DMA. En haut : représentation de la déformation imposée; en bas : représentation de la contrainte mesurée en retour.

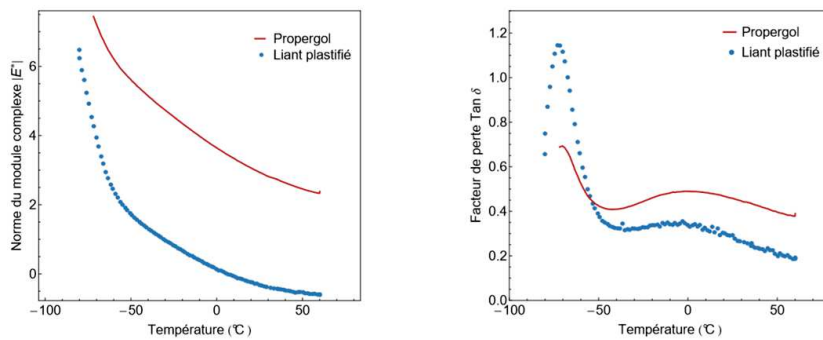


FIGURE 1.11 – Influence de la présence de charges sur la norme du module complexe $|E^*|$ à gauche et le facteur de perte $\tan \delta$ à droite [Azoug 2010].

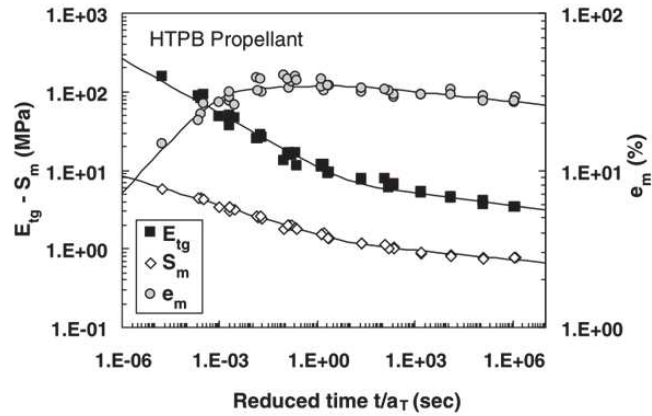


FIGURE 1.12 – Courbes maîtresses de rigidités, de contraintes maximales et de déformation à rupture d’un propegol à liant *p*-BHT [Nevière 2006].

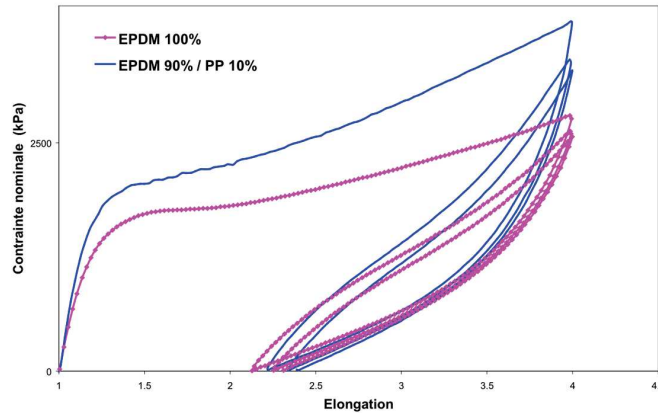


FIGURE 1.13 – Mise en évidence de l’influence de la présence de charges dans un élastomère [Bouchart 2007]. Courbe contrainte conventionnelle-élongation.

exemple [Bouchart 2007] et [Zine 2006], pour la caractérisation respectivement d’un EPDM/PP (Ethylène Propylène Diène Monomère chargé en particules de Polypropylène) et d’un SBR/NC (Styrène Butadiène Rubber chargé en particules de noir de carbone). Grâce à un moyen de mesure de la déformation agissant sur les entrées du dispositif (Appolor[®]), il est possible de réguler la vitesse de la traverse [Bouchart 2007], ce qui permet de solliciter une éprouvette à vitesse de déformation constante. La figure 1.13 met en évidence l’évolution du comportement mécanique d’un matériau élastomère lorsque qu’il est chargé.

la compression simple peut être considérée comme un moyen de caractérisation expérimentale tant que les champs de déformation sont suffisamment homogènes pour déduire une rigidité. Cependant, les matériaux à fort coefficient de Poisson (proche de 0,5) se caractérisent par un fort effet tonneau lorsqu'ils sont comprimés. Non seulement la rigidité déduite est fautive, mais la contrainte maximale ne peut pas être lue directement et précisément. En effet, sur une coupe d'un échantillon cylindrique, le champ de contrainte forme un "X". La détermination de l'instant de rupture ne peut donc se faire que si l'on utilise de l'imagerie et sera déduite comme l'instant où une fissure débouche de l'échantillon. Les essais de compression simple sont donc plus compliqués à interpréter. Il en va de même pour des essais de compression dynamique aux barres de Hopkinson, dont le moyen expérimental est schématisé en figure 1.14. Chen et al. [2017] ont réalisé des essais de compression aux barres de Hopkinson à basses températures sur un propergol similaire à celui de cette étude, c'est à dire à matrice p -BHT. Les échantillons utilisés sont de 10 mm de diamètre pour une hauteur de 5 mm. Ils obtiennent une dépendance de la rigidité et de la contrainte maximale avec la vitesse de déformation selon les graphiques de la figure 1.14 bien que la méthode d'obtention de la contrainte vraie ne soit pas explicitée. Ils concluent aussi dans cette étude que la validité de l'équivalence temps-température est vérifiée contrairement aux travaux de Nevière [2006]. Cependant, l'absence de moyens optiques de suivi de section au court de l'essai rend impossible la mesure précise de la contrainte. De plus, l'instant de la rupture n'est déductible que par la forme de la courbe contrainte déformation. Il n'est donc pas possible, dans ce cas de figure, de certifier que l'échantillon a bien été endommagé voire atteint la rupture.

Les modèles disponibles

Afin de décrire convenablement le comportement viscoélastique, plusieurs modèles numériques sont disponibles. Tous ont un point commun, ils sont composés de deux éléments rhéologiques simples :

1. le ressort, qui permet de modéliser une élasticité
2. l'amortisseur, qui permet de modéliser la viscosité.

Le premier modèle à citer est le modèle de Maxwell. Il s'agit d'un modèle rhéologique simple comprenant un amortisseur et un ressort positionnés en série (voir figure 1.15a). Il permet de décrire la viscoélasticité linéaire.

Dans ce cadre, le comportement du matériau est régi par l'équation différentielle :

$$\dot{\sigma} + \frac{\eta}{E} \sigma = E \dot{\epsilon} \quad (1.3)$$

où η/E est le temps de relaxation de Maxwell. La solution de cette équation différentielle est un

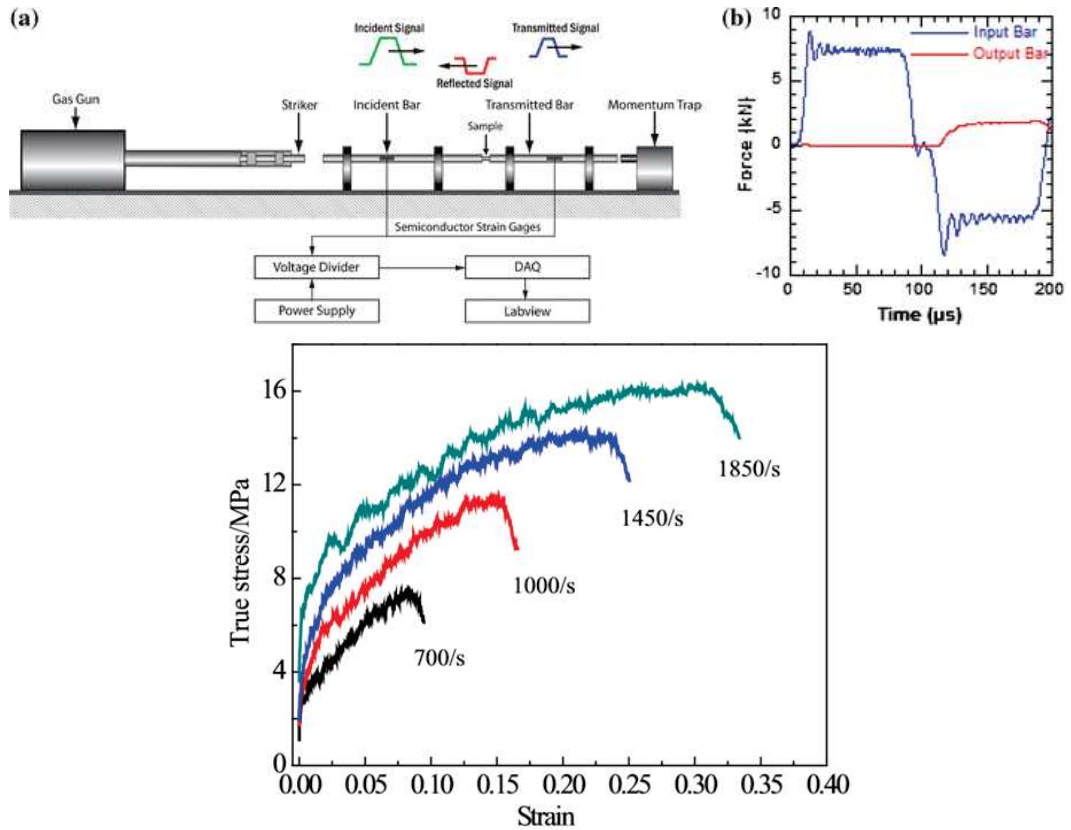


FIGURE 1.14 – Schématisation du montage expérimental des barres de Hopkinson. Le comportement mécanique d'un matériau peut être étudié à de hautes vitesses de déformation via des mesures par jauges de déformation dans des barres d'entrée et de sortie de propriétés mécaniques connues. L'échantillon cylindrique est positionné entre les deux barres. Un chargement mécanique de compression est généré par l'impact d'un barreau cylindrique contre la barre d'entrée entraînant la formation d'une onde de compression qui parcourt tout le montage. Courbes contrainte déformation issues d'essais de compression aux barres de Hopkinson [Chen et al. 2017]. Essais réalisés à $25^{\circ}C$

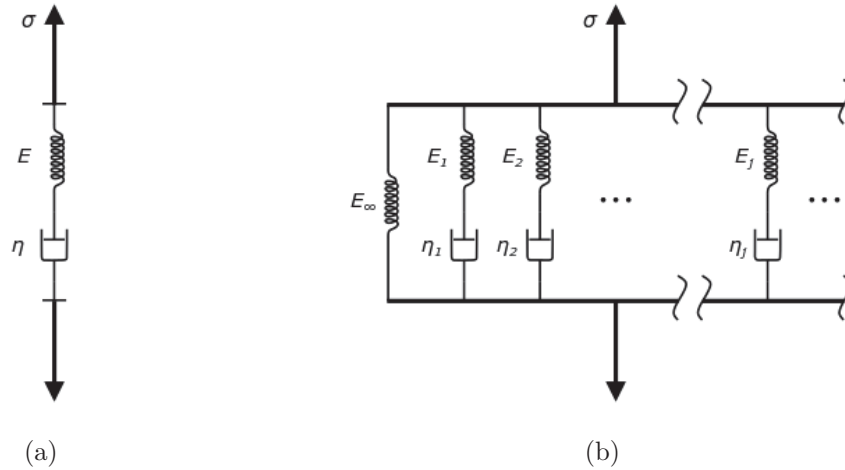


FIGURE 1.15 – Représentation schématique (a) du modèle de Maxwell d’un ressort et d’un amortisseur en série (b) du modèle de Maxwell généralisé : mise en parallèle de n modèles simples de Maxwell et d’un ressort mis en parallèle.

produit de convolution [Halphen et Son Nguyen 1975, Lakes 2009] de la forme :

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t E(t - \tau) \frac{d\varepsilon(\tau)}{d\tau} d\tau \quad (1.4)$$

avec $\varepsilon(t)$ la déformation, $\sigma(t)$ la contrainte et $E(t)$ le module de relaxation. Une branche de Maxwell est donc définie par un temps de relaxation ainsi que par une rigidité. Il en découle la nécessité de réaliser un essai expérimental pour l’identification de la rigidité associée à chaque branche.

Lorsque positionnés en parallèle, ces deux éléments forment le modèle de Kelvin-Voigt. Il est régi par l’équation différentielle :

$$\sigma = E\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} \quad (1.5)$$

On note qu’il s’agit bien de la somme de deux termes, respectivement, d’élasticité $E\varepsilon$ et de viscosité $\eta\dot{\varepsilon}$.

Ces deux modèles sont trop simples pour représenter convenablement les essais expérimentaux [Moreau 2000]. Il a donc fallu mettre à l’épreuve des modèles plus compliqués. C’est le cas des modèles solides linéaires standards (SLS).

Le modèle de Zener, assemblage d’un ressort et d’un modèle de Kelvin-Voigt en série, est un

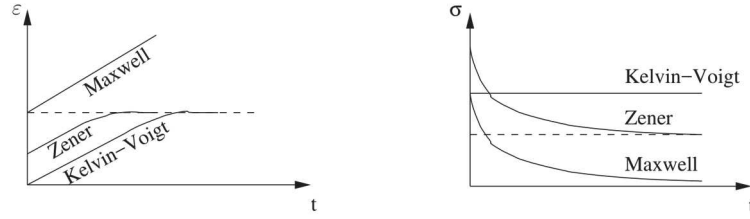


FIGURE 1.16 – Réponses des modèles de Maxwell, Kelvin-Voigt et Zener. On remarque que les 2 modèles simples restituent bien la relaxation ou le fluage et que le modèle de Zener peut restituer les deux sollicitations [Moreau 2000].

modèle SLS définit par l'équation différentielle :

$$(E_0 + E_1) \sigma + \eta \dot{\sigma} = E_0 E_1 \varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} \quad (1.6)$$

Le comportement de ce modèle est plus réaliste (voir figure 1.16) mais pas assez représentatif des résultats expérimentaux [Moreau 2000].

Le modèle de Poynting et Thomason est aussi un modèle SLS. Il est l'assemblage d'un modèle de Maxwell est d'un ressort en parallèle. Il est régi par l'équation différentielle :

$$E_1 \sigma + \eta \dot{\sigma} = E_0 E_1 \varepsilon + \eta (E_0 + E_1) \dot{\varepsilon} \quad (1.7)$$

Ce modèle est généralement étendu par l'ajout de plusieurs modèles de Maxwell en parallèle : il s'agit du modèle de Maxwell généralisé (ou modèle de Weichert). Le module de relaxation est alors calculé par :

$$E(t) = E_0 + \sum_1^n E_i e^{-\frac{t}{\tau}} d\tau \quad (1.8)$$

La relation de comportement reliant les tenseurs de contrainte et de déformation en élasticité linéaire isotrope est donnée par :

$$\sigma_{ij} = \lambda \text{trace}(\varepsilon) I + 2G \varepsilon'_{ij} \quad (1.9)$$

avec λ et G (aussi égal à μ) les coefficients de Lamé. Dans le cas de l'incompressibilité, on admet que le coefficient de Poisson est proche de 0.5. Cette relation peut donc devenir :

$$\underline{\underline{\sigma}} = 3K \text{trace}(\varepsilon) I + 2G \varepsilon'_{ij} \quad (1.10)$$

Le tenseur des contraintes est la somme d'un terme hydrostatique $3K \text{trace}(\varepsilon) I$ et d'un terme

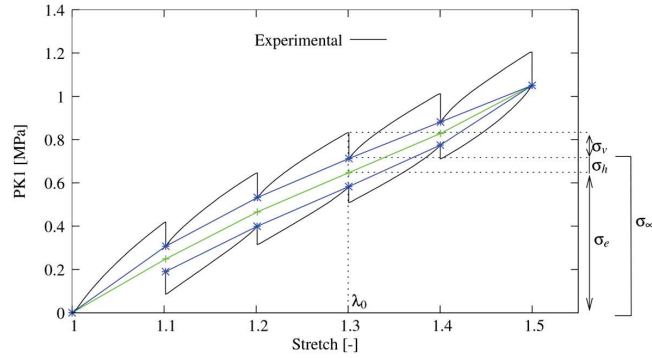


FIGURE 1.17 – Illustration du comportement mécanique d'un élastomère fluoré. La contrainte totale est la somme d'une contrainte hyperélastique, d'une contrainte visqueuse et d'une contrainte d'hystérésis [Vandenbroucke 2010].

déviatorique $2G\varepsilon'_{ij}$.

Pour traiter, de manière plus précise, le comportement mécanique d'un élastomère, Vandenbroucke [2010] a employé un modèle où la contrainte totale est calculée par la somme de contraintes d'origines multiples. En effet, un modèle hyperélasto-visco-hystérésis a été développé. Dans ce modèle, trois contraintes sont calculées indépendamment pour ensuite sommées (voir figure 1.17.).

Le modèle *High Reaction Violence Model* (HRVM) [Moriceau et Poirey 2016] est la combinaison de deux modèles distincts qui a pour but de prévoir la violence de réaction consécutivement à une sollicitation dynamique ayant créé un endommagement dans le propergol. Dans ce modèle, l'équation 1.10 est reprise par deux lois de comportement qui décrivent chacune les parties déviatorique et hydrostatique de la contrainte. Le modèle de Maxwell généralisé et proposé pour représenter la partie déviatorique tandis que la contrainte volumique est calculée par une loi d'élasticité linéaire. La contrainte est alors définie par :

$$\sigma_{ij} = 2 \left[E_{\infty} \varepsilon'_{ij} + \sum_1^n \int_0^t E_i e^{-\frac{t-\tau}{\tau_i}} \dot{\varepsilon}'_{ij}(\tau) d\tau \right] + 3K \text{trace}(\varepsilon)I \quad (1.11)$$

1.2.2 Endommagement et rupture

Données expérimentales

L'étude de l'endommagement des propergols solides composites est déterminante dans la conception et la sécurité des moteurs. En effet, un endommagement présent dans un proper-

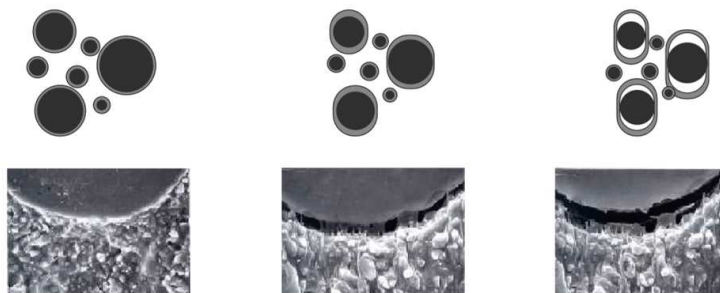
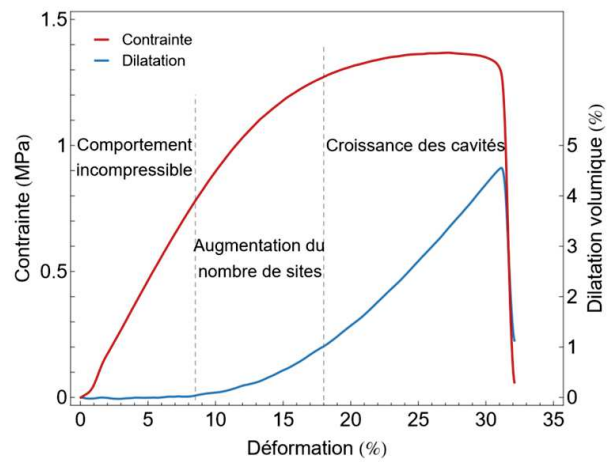


FIGURE 1.18 – Illustration des mécanismes d'endommagement dans un élastomère chargé. Courbe contrainte déformation associée à des micrographies réalisées au MEB et schématisation des mécanismes [Azoug 2010].

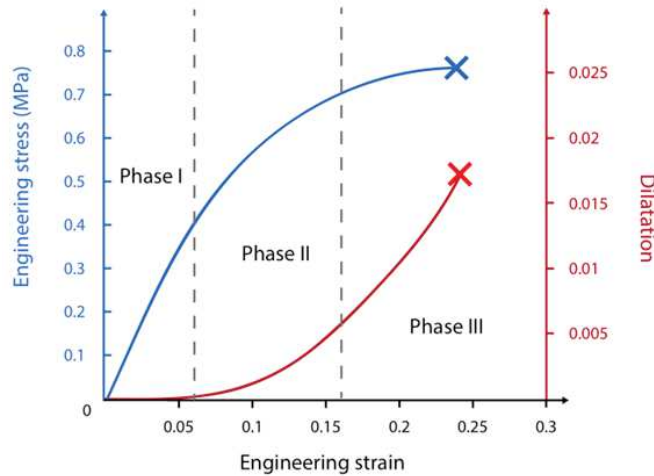


FIGURE 1.19 – Courbe contrainte déformation et courbe de dilatation correspondante pour un essai de traction sur élastomère chargé mené au Laboratoire d’analyses du Centre de Recherches du Bouchet. Trois phases sont identifiables [Azoug 2010, Toutlemonde 2016].

gol peut entraîner des conséquences désastreuses lors de l’allumage de celui-ci. C’est pourquoi son étude est prépondérante dans les connaissances du comportement mécanique des matériaux de type élastomère chargé.

L’endommagement peut être étudié par plusieurs voies. Farris [1964] a proposé et développé un montage expérimental (voir figure 1.19) permettant la mesure de dilatation volumique pendant un essai de traction. Toutlemonde [2016] a réalisé des essais au dilatomètre de Farris et a identifié trois phases d’endommagement. La figure 1.19 montre une courbe contrainte déformation et la dilatation correspondante durant un essai de traction au dilatomètre de Farris. Sur cette figure, on distingue :

1. Une phase linéaire où aucun endommagement n’apparaît. Il s’agit d’un comportement incompressible.
2. Une phase d’apparition de cavités au voisinage des charges, l’endommagement débute. Une augmentation du nombre de sites sur lesquels s’amorcent des défauts est observée.
3. Une phase de croissance des cavités accompagnée d’un phénomène de décohésion entre la matrice et les charge [Oberth et Brunner 1965]. Lors de la traction, les fissures créées sont issues de ces cavités. Ensuite ces fissures se propagent en suivant l’interface liant-charge par contournement des charges rigides [Toutlemonde 2016].

Une caractérisation mécanique exhaustive est nécessaire dans tous les régimes de chargement que voit le matériau dans son cycle de vie (fonctionnel et accidentel). L'une de ces sollicitations fonctionnelles est l'allumage (la sollicitation *tir*). Cette étude est déterminante dans le dimensionnement des moteurs. En effet, le matériau énergétique étant collé à l'enveloppe structurale, les comportements de l'enveloppe, de l'interface propergol/enveloppe structurale ainsi que du propergol lui-même doivent être étudiés dans ces conditions. On rappelle que tout endommagement du propergol (ou création de surface en combustion) doit être évité afin de garantir le bon fonctionnement du moteur. La figure 1.20 montre la sollicitation vue par le matériau lors du *tir*.

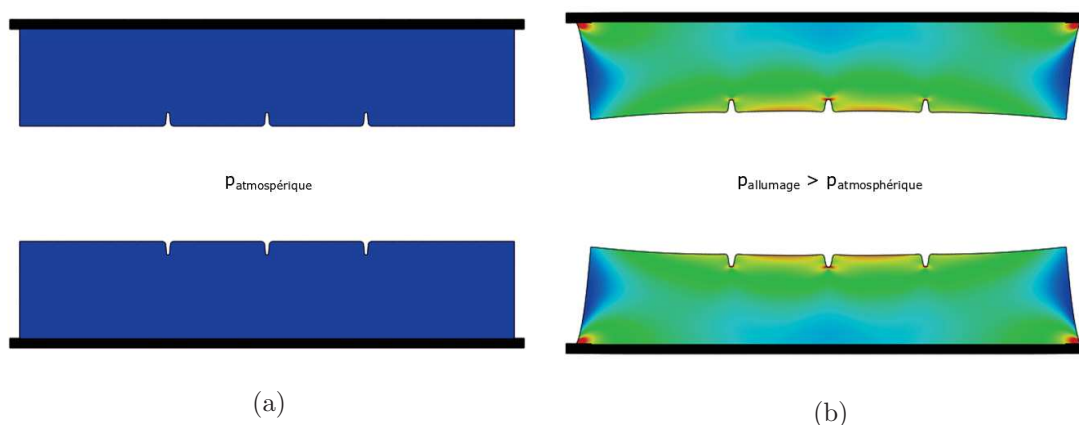


FIGURE 1.20 – Illustration de la mise en pression d'un moteur pendant la sollicitation *tir*. (a) moteur au repos, la pression atmosphérique agit (b) pendant le *tir*, la pression dans la chambre de combustion augmente, l'enveloppe subit un gonflement. Comme le propergol est collé à l'enveloppe, il subit aussi une sollicitation qui se traduit localement par un état de traction sous pression.

Durant la mise en pression d'un moteur, le propergol subit localement des sollicitations sous pression en plusieurs endroits (interface propergol/enveloppe structurale mais aussi aux singularités géométriques - le canal central) comme montré sur la figure 1.20. Ces sollicitations correspondent à des chargements de cisaillement pur ou simple ou de traction. Le temps de chargement est approximativement entre quelques dizaines et quelques centaines de *ms* [De Luca et al. 2013, Li et al. 2018, Traissac 1995], ce qui en fait une sollicitation dynamique modérée.

Un montage expérimental développé par Mears et al. [1969] a été utilisé pour montrer l'évolution du comportement de polyéthylène et de polypropylène en fonction de la pression hydrostatique. Ils ont alors pu montrer que la contrainte maximale variait avec cette pression. Le moyen expérimental correspondant est une machine de traction associée à une chambre étanche dans laquelle une pression est appliquée par l'intermédiaire d'un fluide. La figure 1.21 montre l'évolu-

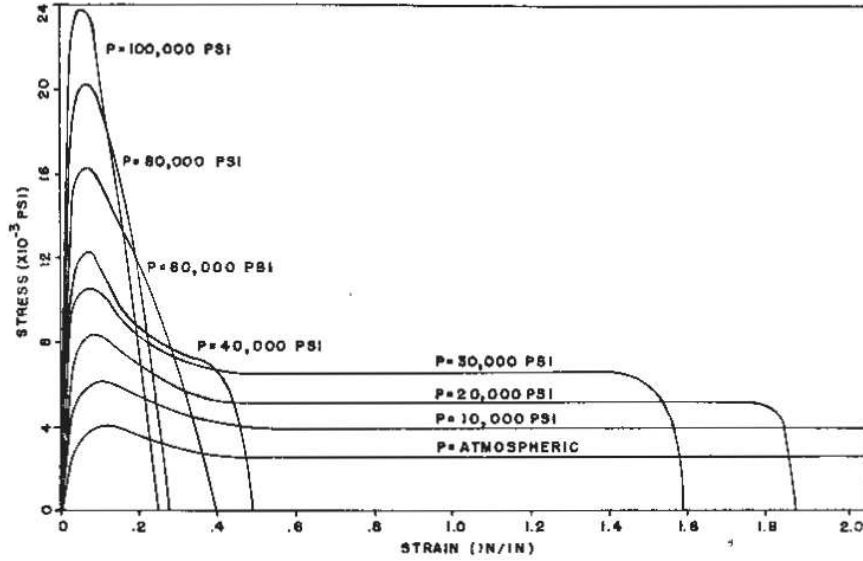


FIGURE 1.21 – Courbes contrainte-déformation réalisées sur un polypropylène. Visualisation de l'évolution de comportement avec la pression hydrostatique environnante [Mears et al. 1969].

tion du comportement post-pic du matériau et la figure 1.22 montre l'évolution de la contrainte maximale en traction sous pression.

Pour étudier ce type de chargement, le *Centre de Recherches du Bouchet* a mis au point un moyen expérimental de traction sous pression. D'une part, une machine de traction conventionnelle est utilisée pour appliquer un état de traction uniaxial à l'échantillon. D'autre part, une enceinte étanche, pressurisée avant le début de l'essai, superpose au trajet de chargement de traction uniaxiale un chargement de pression hydrostatique.

Dans ses travaux de thèse, Traissac [1995] a pu mettre en évidence que les propergols répondaient à une enveloppe de rupture de type hyperbolique dans un repère contrainte de von-Mises-pression hydrostatique. Grâce à des essais expérimentaux dans plusieurs cas de chargement (traction uniaxiale, cisaillement simple, cisaillement pur, à différentes pressions environnantes), il a pu mettre au point le critère *effet pression* illustré à la figure 1.23. Il a donc pu élaborer une contrainte équivalente correspondante définie par :

$$\sigma_{eq} = \frac{\sqrt{2}}{3} F_{S_{\infty}} \frac{\sigma_{oct} - S_{10}}{\sigma_{oct} - \frac{S_{10}}{3} (2F_{S_{\infty}} + 1)} S_{10} \quad (1.12)$$

où $F_{S_{\infty}}$ est le rapport de la contrainte maximale en traction à pression très élevée (à laquelle

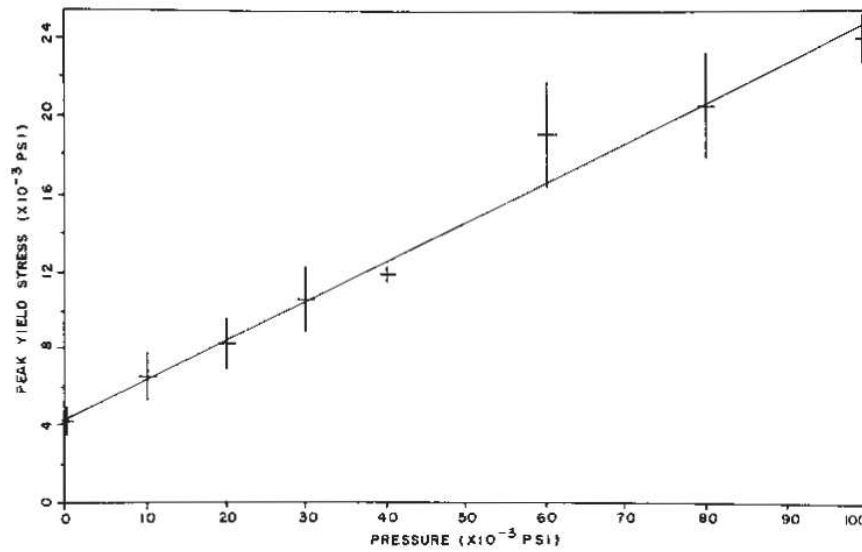


FIGURE 1.22 – Evolution de la contrainte maximale en fonction de la pression environnante. Essais réalisés par [Mears et al. \[1969\]](#) sur du polypropylène.

l'effet de la pression est saturé) sur S_{10} et S_{10} la contrainte maximale en traction à pression atmosphérique. Ce sont les deux paramètres du critère. Cette équation montre que l'endommagement est dépendant du niveau de triaxialité de la sollicitation. Plus la pression est élevée, plus le matériau résiste. De plus, on note que la courbure de l'enveloppe est fixée par l'équation de la contrainte équivalente et l'hypothèse considérée : la contrainte à rupture en dépression hydrostatique et égale à la contrainte en traction uniaxiale à pression atmosphérique [[Traissac 1995](#), voir chapitre 3, pages 116-117]. C'est ainsi que la contrainte équivalente a été mise au point en observant d'une part, les critères de *von-Mises* et de *Stassi* et d'autre part en s'appuyant sur des résultats expérimentaux réalisés à différents niveaux de triaxialité.

Les modèles disponibles

La modélisation de l'endommagement des propergols solides considère les mécanismes décrits par [Lemaître et Chaboche \[2001\]](#) et inclut une variable d'endommagement dépendant de l'histoire de chargement du matériau : ainsi l'endommagement tient compte de la contrainte actuelle, mais aussi de l'histoire de la contrainte vue par le matériau. [Swanson et Christensen \[1983\]](#) décomposent la contrainte comme la somme d'un terme déviatorique et un terme hydrostatique et proposent d'appliquer la fonction d'endommagement à la partie déviatorique et ne prennent donc pas en compte la variation de volume qui reflète les mécanismes d'endommagement vus auparavant. [Ravichandran et Liu \[1995\]](#) proposent ensuite d'appliquer une fonction d'endommagement

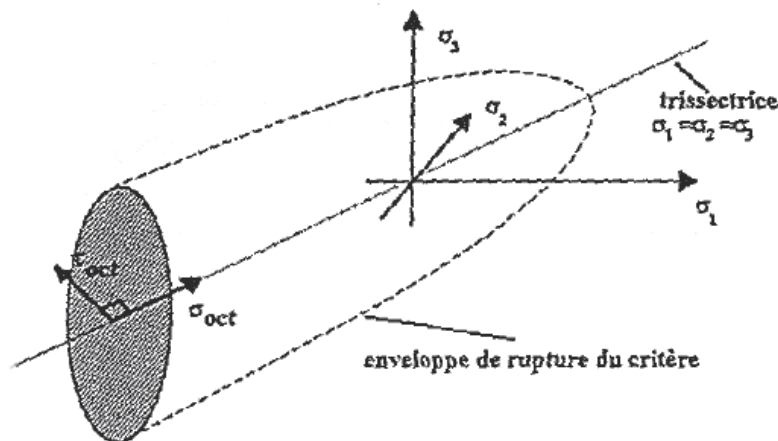


FIGURE 1.23 – Représentation du critère *effet pression* dans le repère des contraintes principales élaboré pour les matériaux de type propergols solides [Traissac 1995].

à la partie hydrostatique. Ces modèles sont identifiés sur la réponse mécanique du matériau lors d'essai de caractérisation et ne prennent donc pas en compte les spécificités microstructurales du matériau lors de l'endommagement.

Les paramètres de rupture du matériau peuvent être directement issus d'essais de traction uniaxiale, ainsi les propriétés à rupture du matériau peuvent être définies sous forme de courbe maîtresse; elle peut être aussi énergétique. Dans ce dernier cas, les phénomènes d'initiation et de propagation de fissures sont régis par les lois de la thermodynamique.

Dans le modèle HRVM, des fonctions d'endommagement sont appliquées aux deux parties déviatorique et hydrostatique de la contrainte et décrivent l'évolution des modules de cisaillement ainsi que de compressibilité en fonction de l'endommagement. La figure 1.24 montre la forme de l'évolution des deux modules. Le module de compressibilité chute considérablement en début d'endommagement mais reste tout de même bien supérieur au module de cisaillement. En revanche, le module de cisaillement n'évolue que très peu en début d'endommagement, mais la rupture est atteinte lorsqu'il chute de manière brusque. Le modèle HRVM tient compte de l'enveloppe de rupture *effet pression* élaborée par Traissac [1995].

1.2.3 Approche multi-échelle

L'approche multi-échelle peut être considérée comme le maillon manquant de cette chaîne de modélisation de l'endommagement. En effet, il s'agit de confronter différentes échelles pour donner de la signification physique au modèle numérique. Pour cette raison, Hur et al. [2016]

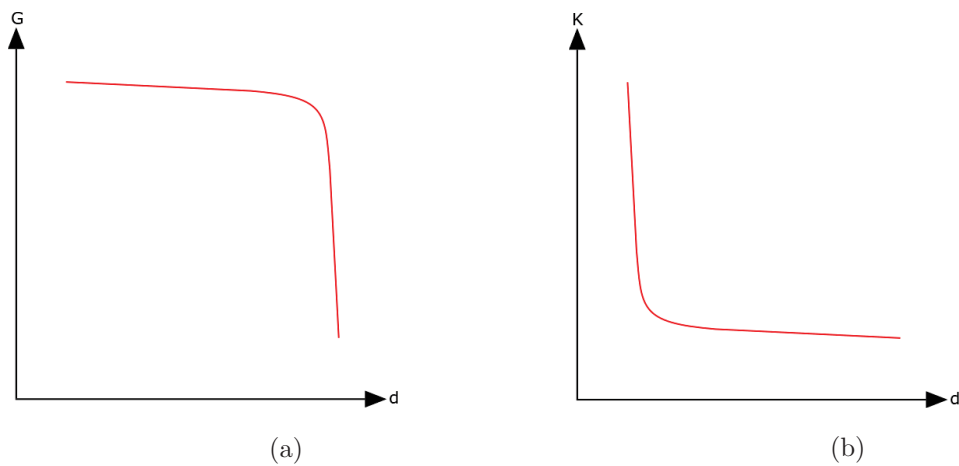


FIGURE 1.24 – Forme de l'évolution des modules (a) de cisaillement et (b) de compressibilité en fonction de l'endommagement. Ainsi, l'endommagement n'affecte pas de la même manière le module de cisaillement et de compressibilité [Moriceau et Poirey 2016].

partent des fractions volumiques de la matrice, des charges et de la porosité et définissent leurs variations au cours d'une sollicitation. Ainsi, un modèle est proposé grâce à une formulation de la nucléation envisagée par [Chu et Needleman \[1980\]](#) appliquée aux évolutions des fractions volumiques des constituants.

Cette méthode implique trois phases de travail [[Toutlemonde 2016](#)] :

1. Une phase de représentation durant laquelle les propriétés morphologiques de la microstructure sont identifiées.
2. Une phase de calcul de structures permettant l'étude des champs mécaniques à l'intérieur de chaque constituant, c'est à dire à l'échelle de la microstructure.
3. Une troisième phase comprend une phase d'homogénéisation : il s'agit de déduire la réponse globale du matériau grâce aux transformations locales.

C'est ainsi que [Toutlemonde \[2016\]](#) a développé une approche en identifiant le comportement mécanique de chaque constituant. Il commence par fabriquer la microstructure d'un matériau modèle constitué de matrice et de charges. Pour une répartition aléatoire des charges, il emploie une technique d'agitation numérique suivant la méthode de [Torquato \[2002\]](#).

1.3 Conclusion

Les propergols solides composites sont des matériaux hétérogènes à très forts contrastes, il s'agit de charges de différentes tailles coulées dans une matrice viscoélastique (et hyperélastique). Il apparaît que ces matériaux s'endommagent lors d'un chargement mécanique. L'endommagement peut être responsable d'utilisation anormale des moteurs. L'utilisation anormale peut mener à la destruction du moteur, elle doit donc être maîtrisée.

Beaucoup de travaux sont réalisés sur la microstructure des matériaux ainsi que sur leur morphologie. Divers effets, dus à l'influence de la taille des charges et à la fraction volumique ont été examinés. Les travaux menés ont cependant omis l'étude des matériaux de type propergols dans un domaine intéressant la *vulnérabilité* des systèmes propulsés. Ce chapitre montre que le comportement des propergols, et plus généralement des polymères chargés, est très étudié en quasi-statique et beaucoup de données existent sur le comportement étudié via la DMA.

Il existe très peu de données sur le domaine dynamique. L'endommagement sous impact des propergols n'est pas étudié. Il est nécessaire de réaliser un essai d'impact qui permette de quantifier l'endommagement suite à une sollicitation dynamique. Le comportement mécanique du matériau en dynamique peut aussi être étudié par des essais de compression dynamique confinée aux barres de Hopkinson.

Afin de valider l'équivalence temps-température dans le domaine dynamique, il est nécessaire de réaliser des essais de traction uniaxiale à vitesse de déformation intermédiaire.

L'état de l'art réalisé dans ce chapitre montre qu'il est nécessaire, pour des essais de sollicitations homogènes, de réaliser des essais expérimentaux à de plus fortes vitesses de déformation (supérieures à quelques s^{-1}). Dans ce cadre, le *Laboratoire 3SR* propose de réaliser des essais de compression confinée aux barres de Hopkinson. De plus, un montage de traction dynamique doit être conçu spécialement pour la caractérisation des élastomères chargés. Dans le chapitre dédié à la caractérisation mécanique en dynamique, un état de l'art sur les techniques expérimentales disponibles sera présenté en guise d'introduction. Par ailleurs, un sujet important de l'étude concerne la formation de réseaux de fissures engendrée par des impact. C'est pourquoi il a été proposé par le *Laboratoire 3SR* de mettre au point un essai de sollicitation par impact sur la tranche dont l'un des objectifs est de corréler les réseaux de fissures en surface en fonction du chargement appliqué.

Chapitre 1. Étude bibliographique

Chapitre 2

Description du matériau d'étude et caractérisation quasi-statique

Sommaire

2.1	Description du matériau d'étude	41
2.2	Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude	44
2.2.1	Analyse mécanique dynamique, DMA	44
2.2.2	Traction quasi-statique	48
2.2.3	Compression quasi-statique	58
2.2.4	Essais de compression œdométrique pour l'identification du module de compressibilité	60
2.3	Conclusion	62

2.1 Description du matériau d'étude

Le matériau d'étude est un Matériau Représentatif d'un Propergol solide composite (MRP). C'est-à-dire qu'il est fabriqué de la même manière qu'un propergol solide usuel, mais que les composants ont été sélectionnés pour donner lieu à un matériau *inerte*, et dont les propriétés mécaniques et morphologiques sont globalement proches de celles d'un matériau énergétique couramment utilisé. Ces propriétés mécaniques seront utilisées pour mettre au point une méthodologie de caractérisation exhaustive pour permettre l'étude des phénomènes mis en jeu lors de sollicitations dynamiques de type impacts. Il n'est pas prévu, dans ce travail de thèse, de caractériser un matériau énergétique quel qu'il soit.

Le MRP est composé d'une matrice polymère de *polybutadiène hétéro-téléchélique* (*p*-BHT),

Composant	Fraction massique	diamètre moyen
	[%]	[μm]
<i>pBHT</i>	≈ 14	/
<i>CaCO₃</i>	68	200
<i>Aluminium</i>	18	5

TABLEAU 2.1 – Fractions massiques et diamètres moyens des différents constituants du MRP. Données théoriques.

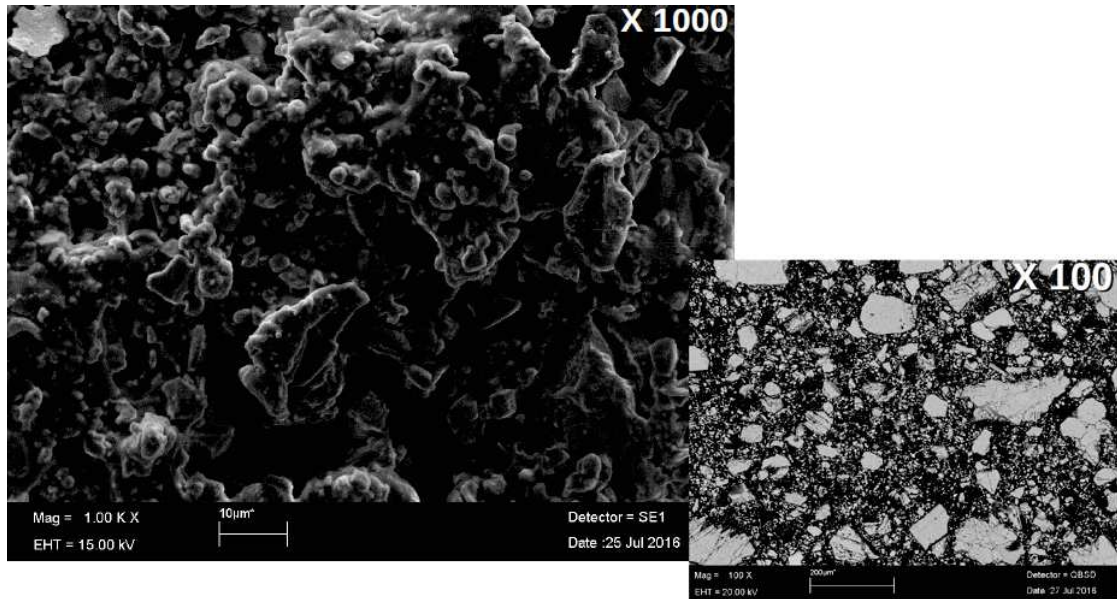


FIGURE 2.1 – Micrographies en électrons secondaires et retrodiffusés d'un échantillon de MRP. Observation de la microstructure du matériau : plusieurs distributions de diamètres de charges.

chargée en particules de carbonate de calcium. De plus, comme le propergol qu'il représente, des charges d'aluminium sont ajoutées à la composition. La masse volumique du matériau est de 1940 kg.m^{-3} . Le tableau 2.1 donne les fractions massiques théoriques des différents composants employés pour la fabrication du MRP.

Ces différents composants possèdent des propriétés mécaniques très différentes : il s'agit d'un matériau à large contraste de propriétés mécaniques ; mais il sera assimilé à un matériau homogène à l'échelle des échantillons testés. En effet, les échantillons mesurent de l'ordre de quelques centimètres cubes alors qu'un volume élémentaire représentatif plausible est de l'ordre de 10^{-3} cm^3 ; en effet les charges incluses dans ce matériaux ont un diamètre maximal de quelques centaines de micromètres. La figure 2.1 montre des images acquises lors d'une analyse par microscopie électronique à balayage d'un échantillon de MRP. On remarque la matrice polymère

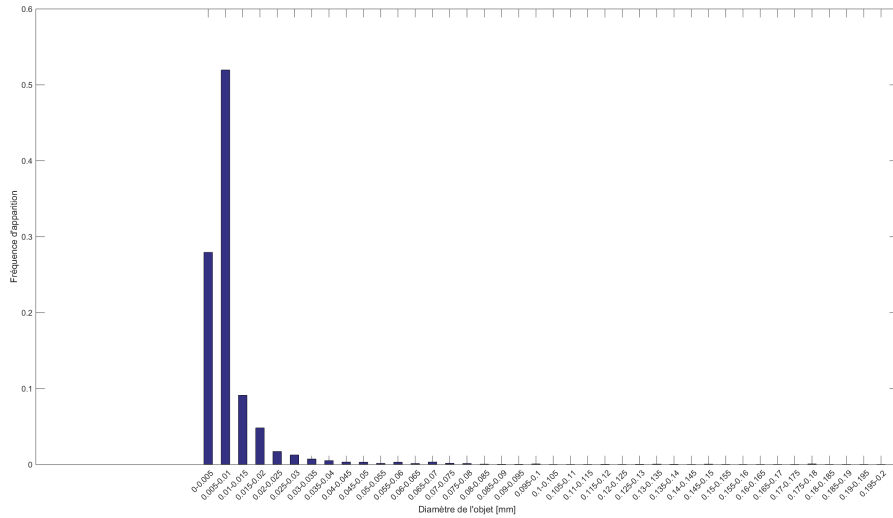


FIGURE 2.2 – Histogramme du diamètre des objets non connectés que l'on visualise sur la figure 2.3.

noire ainsi qu'une distribution de charges. Une analyse quantitative de la microstructure issue de micrographie réalisée au MEB révèle que le diamètre des charges de plus petite taille (ou aluminium) se situe autour de $5\mu m$ (voir figure 2.2). La figure 2.3, montre l'image traitée pour obtenir cet histogramme. On remarque que le diamètre moyen des charges d'aluminium est bien de $5\mu m$. De plus, cet histogramme montre que la taille des charges s'étend jusqu'à environ $200\mu m$, ce qui montre qu'il existe une autre distribution de charge correspondant aux charges de $CaCO_3$.

Tous les essais expérimentaux réalisés durant la thèse ont été effectués sur le même matériau : les échantillons réalisés sont issus du même bloc de matière.

De plus, l'hypothèse classiquement faite d'absence de vieillissement [Salençon 2009] sera prise. En effet, le vieillissement de la composition tend à modifier les propriétés des matériaux de type polymères chargés [Muhammad et al. 2006, Yildirim et Özüpek 2011, Zhou et al. 2016]. Cependant nous prendrons comme hypothèse que les quelques mois séparant l'élaboration du bloc de matière et les essais menés durant ces travaux de thèse n'ont aucunement affectés les propriétés du matériau d'étude.

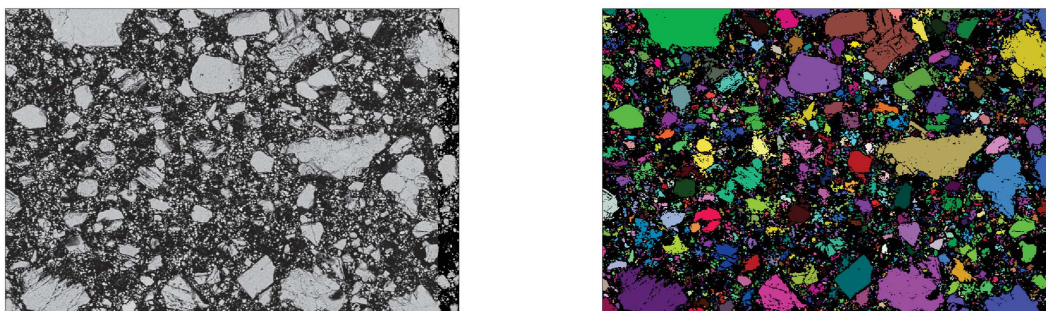


FIGURE 2.3 – A gauche, image prise au microscope électronique à balayage (voir figure 2.1). A droite, image traitée pour l'identification de la distribution de diamètre des charges.

2.2 Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

Afin de créer une base expérimentale du matériau d'étude, différents essais expérimentaux ont été réalisés. Un essai DMA a tout d'abord été réalisé pour identifier l'équivalence temps-température qui servira à lier le temps et la température des essais de traction uniaxiale quasi-statiques aussi bien en termes de rigidité que de contraintes maximales. Le recueil des propriétés mécaniques sous forme de courbes maîtresses alimentera dans un second temps, d'une part les explications phénoménologiques quant au comportement macroscopique du matériau, et d'autre part l'identification des paramètres du modèle numérique.

2.2.1 Analyse mécanique dynamique, DMA

Comme introduit dans l'état de l'art, il est habituel, au *Centre de Recherches du Bouchet*, de classer l'analyse mécanique dynamique dans les moyens de caractérisation quasi-statiques, car l'obtention des courbes maîtresses est directement issue de cet essai. Il s'agit de l'essai de référence pour caractériser la viscoélasticité [Brinson et Brinson 2010].

Une machine *Metravib VA3000a* a été utilisée pour cet essai. Une éprouvette parallélépipédique (figure 2.4) collée est soumise à une déformation sinusoïdale par déplacement imposé en cycle traction/compression d'amplitude crête-crête de $10\ \mu\text{m}$. Le but de cet essai étant d'établir une courbe maîtresse de rigidité du matériau ainsi qu'une équivalence entre le temps de sollicitation et la température, plusieurs couples de conditions expérimentales (fréquence, température) sont utilisés. La figure 2.5 montre ces conditions expérimentales.

La fonction d'équivalence temps-température [Nevière 2006] choisie est un polynôme de la

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

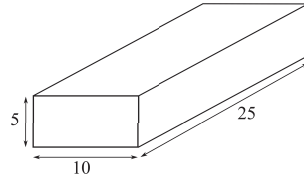


FIGURE 2.4 – Dessin de définition de l'éprouvette de DMA. Lors de l'essai, cette éprouvette est collée à des étrier à empreinte en "T" pour l'assemblage de l'éprouvette à la machine.

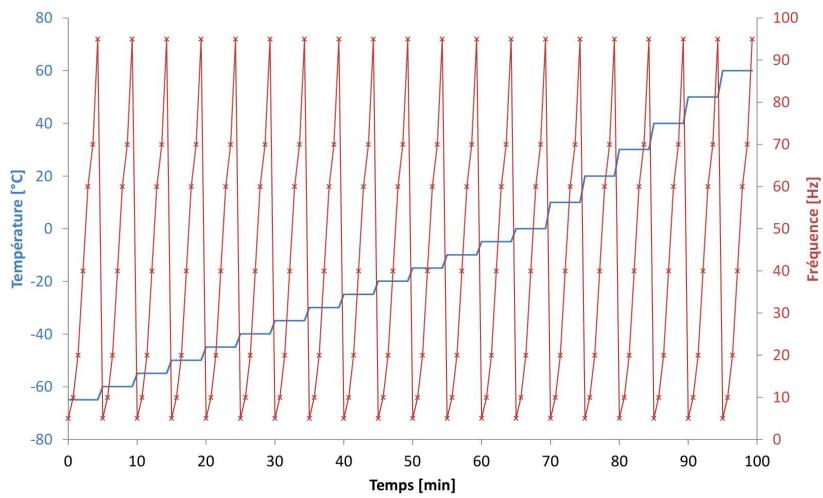


FIGURE 2.5 – Graphique des conditions expérimentales employées pour l'analyse dynamique mécanique (DMA). Pour chaque palier de température, la rigidité apparente du matériau est enregistrée à plusieurs fréquences.

paramètre	valeur
T_{ref}	$20\text{ }^{\circ}C$
a_{T_0}	$-4.95\ 10^{-2}$
a_{T_1}	$2.93\ 10^{-4}$
a_{T_2}	$-2.38\ 10^{-6}$

TABLEAU 2.2 – Liste des paramètres de l'équivalence temps-température employés pour décrire le comportement du matériau d'étude.

forme :

$$a_T = (T - T_{ref}) [a_{T_0}(T - T_{ref})^2 + a_{T_1}(T - T_{ref}) + a_{T_2}] \quad (2.1)$$

avec T_{ref} la température de référence prise égale à $20\text{ }^{\circ}C$ et a_{T_i} les coefficients du polynôme. Elle nous donne le facteur de translation (sans unité) à effectuer pour trouver le même état viscoélastique à la température de référence. Cette fonction a été établie pour, éventuellement, restituer les ruptures de pentes dans la fonction $a_T = f(T)$. Le tableau 2.2 recense les paramètres de l'équivalence temps-température identifiés pour le MRP. On note que la température de référence est de $20\text{ }^{\circ}C$.

La figure 2.6 montre les points expérimentaux obtenus lors de la réalisation d'isothermes, c'est à dire pour chacun des paliers de température. S'il existe un écart entre le déplacement imposé et le déplacement mesuré lors de l'essai (c'est à dire que la consigne n'est pas atteinte), alors le résultat n'est pas pris en compte et la courbe maîtresse des a_T s'en voit réduite; il en va de même pour la température. Lors des essais sur MRP, tous les cycles sinusoïdaux de déplacement ainsi que la consigne de température ont été respectés; autrement dit, toutes les données sorties de cet essai sont prises en compte pour le tracé de la courbe maîtresse des a_T . On observe une variation de la rigidité d'un rapport 2 à température constante lorsque la fréquence augmente et d'un rapport 100 lorsque la température passe de -65 à $60\text{ }^{\circ}C$ à fréquence constante. La figure 2.7 montre le résultat obtenu par glissement des courbes isothermes pour obtenir un recouvrement partiel de celles-ci. Le glissement (ou translation horizontale) effectué représente le coefficient $a_T(T)$ (voir équation 2.1) de l'équivalence temps-température à cette température et est tracé en fonction de la température sur la figure 2.8.

Grâce à cet essai de DMA, un ensemble d'essais de traction à différentes températures et différentes vitesses de sollicitation va pouvoir être réalisé en adéquation avec l'équivalence temps-température dont les conditions expérimentales seront choisies d'après cette équivalence pour couvrir toute la gamme de temps réduits (t/a_T) où l'on souhaite caractériser le matériau. Les essais de traction quasi-statiques pourront alimenter les courbes maîtresses.

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

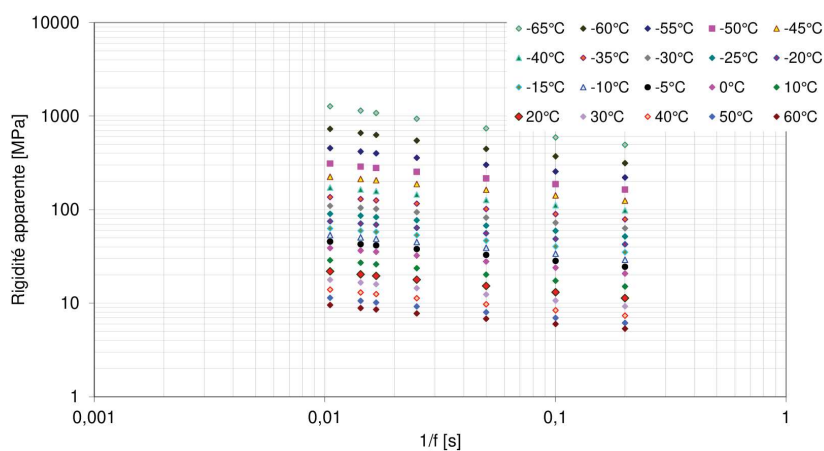


FIGURE 2.6 – Résultats de l'analyse DMA menée sur MRP. Courbes isothermes obtenues pour l'identification de l'équivalence temps-température par glissement des courbes isothermes.

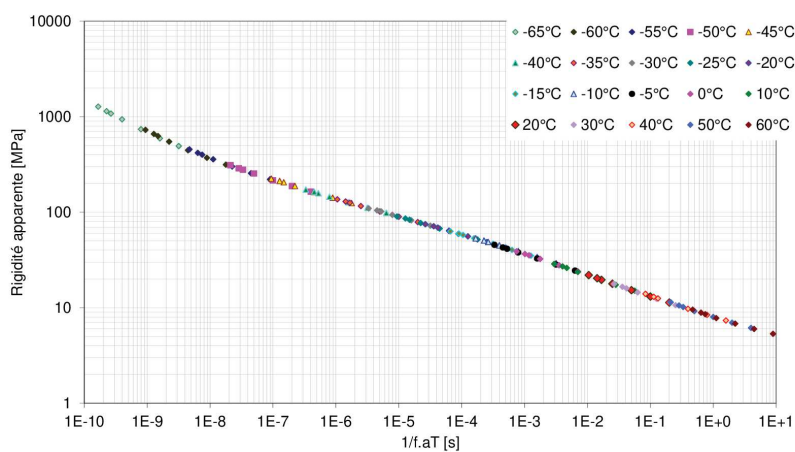


FIGURE 2.7 – Graphique de la rigidité apparente du matériau d'étude en fonction de l'inverse de la fréquence réduite pour l'élaboration de l'équivalence temps-température. La translation des différents isothermes par rapport à l'isotherme à 20°C permet la construction de cette courbe maîtresse.

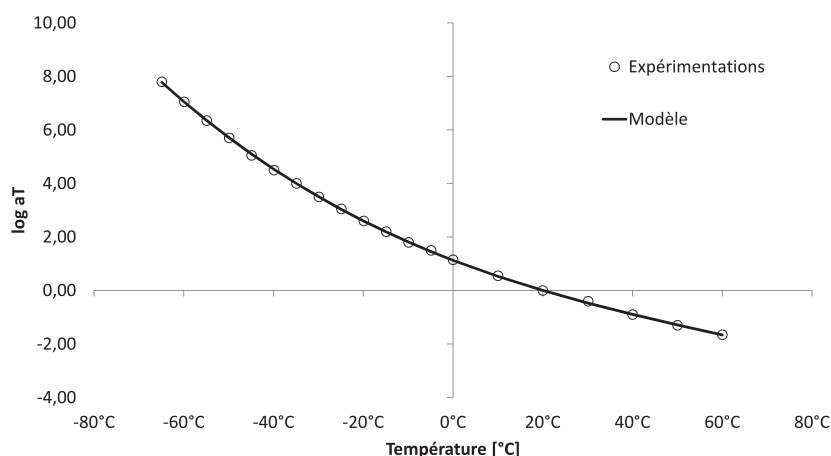


FIGURE 2.8 – Graphique de l'évolution du facteur de glissement horizontal en fonction de la température. Le glissement horizontal des isothermes visible à la figure 2.6 par rapport à l'isotherme 20°C permet l'obtention des facteurs de glissement a_T . Il s'agit de la courbe maîtresse de a_T .

2.2.2 Traction quasi-statique

Les essais les plus simples et homogènes, en termes de champs de déformation, sont les essais de traction uniaxiale. Quelques-uns ont été menés au *Laboratoire 3SR* sur une machine de traction conventionnelle de marque *INSTRON*. Cette machine est équipée d'une cellule de force de 2kN. En parallèle, un ensemble d'essais de traction couvrant plusieurs décades de temps de sollicitation a été réalisé au *Centre de Recherches du Bouchet* sur des machines *ZWICK* munies de cellules de forces de 500N pour les essais à températures ambiante ou plus chaudes ou 1kN pour les essais à froid. La géométrie des éprouvettes de traction est montrée à la figure 2.9. Des étriers en forme de "T" sont collés de part et d'autre de l'éprouvette afin de l'adapter aux mors de la machine de traction. Etant donné la forme des empreintes, un jeu de mors a été conçu spécialement pour ces essais de traction menés au *Laboratoire 3SR*. De plus, la faible rigidité du matériau, *a priori*, nécessite l'utilisation d'une rotule pour éviter toute composante de flexion dans l'échantillon. Le dessin d'ensemble du mors est montré à la figure 2.10.

La figure 2.11 montre quelques courbes de contrainte-déformation dans le repère contrainte vraie-déformation logarithmique. Ces trois courbes contrainte-déformation témoignent de la viscoélasticité du matériau. En effet, ces trois essais expérimentaux de traction uniaxiale ont été

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

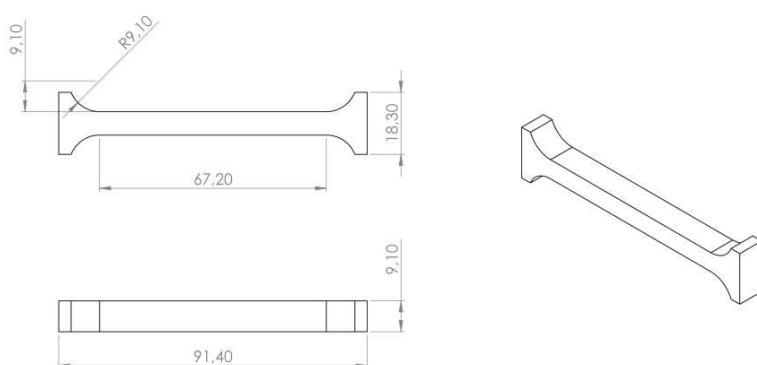


FIGURE 2.9 – Dessin de définition de l'échantillon utilisé pour réaliser les essais de traction uniaxiale. Il s'agit d'un échantillon standardisé au *Centre de Recherches du Bouchet* nommée CRB Longue Collée car l'échantillon est collé de part et d'autre aux étriers à empreinte en "T".

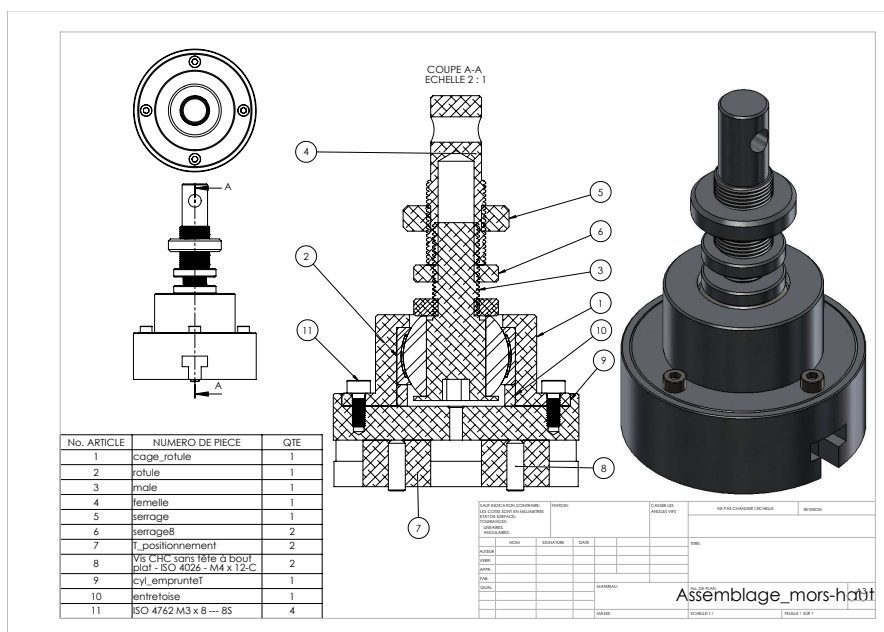


FIGURE 2.10 – Dessin d'ensemble des mors conçu pour la réalisation des essais de traction uniaxiale.

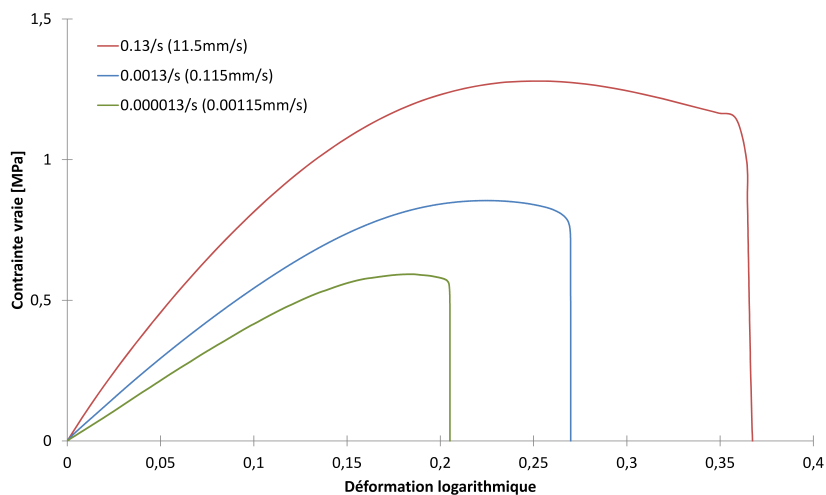


FIGURE 2.11 – Visualisation de la viscoélasticité. Résultats de trois essais de traction menés à 3 vitesses de déformation très différentes. La déformation est ici calculée grâce au déplacement de la traverse et la contrainte est issue d'un dépouillement par l'hypothèse de déformation à volume constant.

Essai [s^{-1}]	Module apparent [MPa]	Contrainte maximale [MPa]
10^{-1}	9.28	1.28
10^{-3}	5.88	0.85
10^{-5}	4.28	0.59

TABLEAU 2.3 – Valeurs des modules tangents et de contraintes maximales restitués par 3 essais de traction uniaxiale menés à 3 vitesses de déformation très différentes.

réalisés sur 4 décades de vitesses de déformation ($1,3 \cdot 10^{-1}$, $1,3 \cdot 10^{-3}$ et $1,3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$) et restituent 3 rigidités apparentes différentes. Aussi, ces essais témoignent de la viscoplasticité du matériau puisqu'on note trois contraintes maximales différentes. Pour ces 3 exemples, les valeurs des modules tangents et de contraintes maximales sont chiffrées dans le tableau 2.3.

Les essais de traction uni-axiale ont été réalisés sur des éprouvettes standardisées du *Centre de Recherches du Bouchet* (appelées CRB Longues collées ; éprouvettes de type Jannaf) ainsi que sur des éprouvettes plus courtes. Cette deuxième géométrie d'éprouvette sera également utilisée dans le cadre d'essais dynamiques (détaillés dans le chapitre suivant). Par la même occasion, la comparaison des résultats quasi-statiques avec ces deux géométries permet de bien vérifier qu'il

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

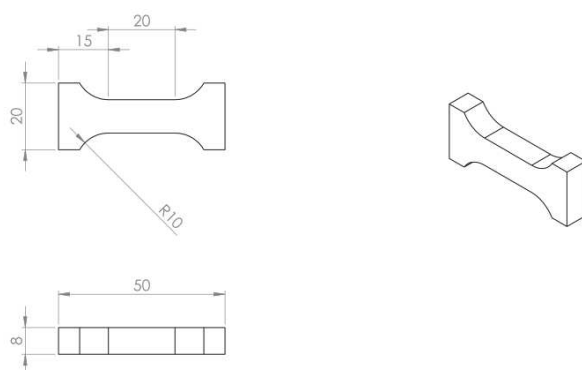


FIGURE 2.12 – Dessin de définition des éprouvette de traction dimensionnées pour la réalisation d'essais de traction dynamique.

n'y a pas d'effet d'échelle entre les deux. L'intérêt, ici, est de pouvoir comparer les essais réalisés en dynamique avec tous les essais déjà réalisés en quasi-statique sur des éprouvettes longues.

Le dépouillement de ces essais se fait par l'analyse de la force et du déplacement de la traverse de la machine de traction dans un premier temps. Ensuite, des analyses par corrélation d'images numériques, grâce au logiciel *Correli* [Besnard et al. 2006], (version modifiée pour pouvoir mesurer de grandes déformations [Saletti et al. 2013]) sont réalisées, lorsque cela est possible (éprouvette en champ libre et non enfermée dans une enceinte) pour prendre en compte la variation de section et pour s'affranchir de la longueur utile de l'échantillon. Aussi, ces analyses permettront de vérifier l'homogénéité des champs pendant les essais. Les niveaux de déformation longitudinale et transversale sont mesurés en plusieurs sections de l'échantillon, comme montré sur la figure 2.13, nous permettant de tracer les graphiques de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie en différentes sections d'une éprouvette. La figure 2.13 montre une éprouvette munie de jauges virtuelles représentant une "section"; pour cet exemple, une analyse par corrélation d'images numériques (CIN) suite à un essai de traction quasi-statique a été mené sur un échantillon dimensionné pour les essais de traction dynamique. La figure 2.14 montre le suivi de section mesuré par CIN en fonction du temps. Le graphique de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie mesurée par CIN, montré en figure 2.15, est issu d'un essai de traction sur échantillon standardisé (voir figure 2.9). On note que, malgré les hauts niveaux de déformation, le champ de déformation reste plutôt homogène dans la partie utile de l'éprouvette. On note aussi que les niveaux de déformation dans les têtes de l'éprouvette ne sont pas négligeables. Il est donc indispensable d'utiliser de l'imagerie lors de ces essais et de mener des analyses par corrélation d'images pour le bon dépouillement des essais de caractérisation. Cependant, ce graphique

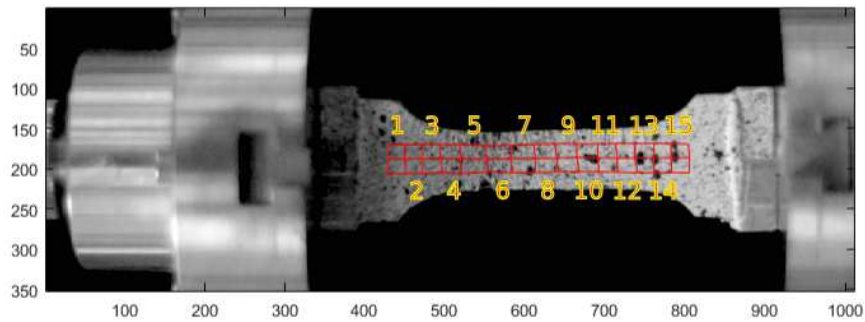


FIGURE 2.13 – Photographie d'un échantillon de traction dynamique pendant un essai de traction quasi-statique. Chaque zone d'intérêt fait l'objet de la mesure des déplacements aux 4 nœuds lors d'une analyse par corrélation d'images numériques. La déformation dans chaque élément dérive du déplacement des nœuds. Plusieurs sections sont créées afin de vérifier l'homogénéité des champs.

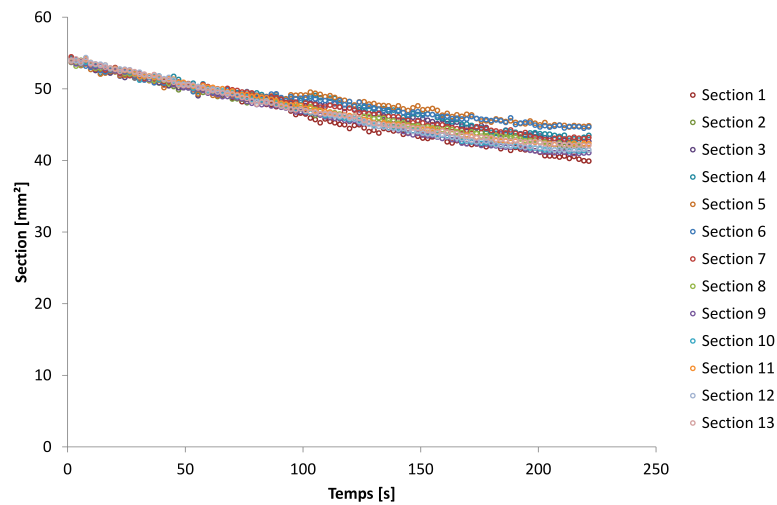


FIGURE 2.14 – Graphique de la section mesurée par CIN en fonction du temps d'un échantillon standardisé de traction uniaxiale quasi-statique. On note que malgré un décrochage sur les sections 4, 5, 6 et 7 autour de 100 s qui semble montrer une striction, toutes les sections sont sensiblement identiques en fonction du temps.

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

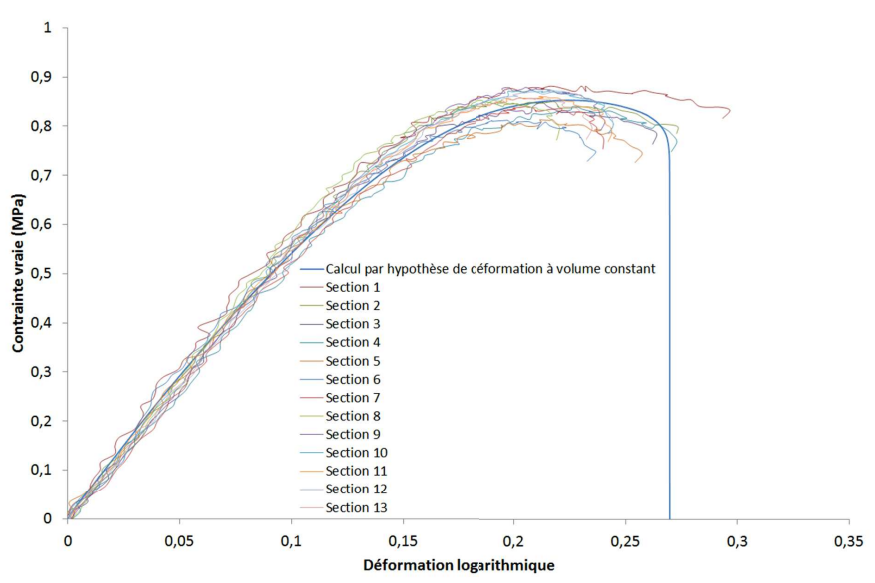


FIGURE 2.15 – Graphique de la contrainte vraie corrigée par analyse CIN en fonction de la déformation longitudinale vraie mesurée par CIN. Essai N°22 (voire tableau 2.4) réslisé sur éprouvette CRB longue collée à environ $1.3 \times 10^{-3} s^{-1}$.

montre aussi que la courbe contrainte-déformation calculée suivant l'hypothèse de déformation à volume constant est une bonne approximation.

Le coefficient de Poisson du matériau est donné par la relation :

$$\nu = -\frac{\varepsilon_{transversal}}{\varepsilon_{longitudinal}} \quad (2.2)$$

Les essais de traction instrumentés par CIN peuvent contribuer au calcul de ce coefficient pour valider l'hypothèse d'incompressibilité. La figure 2.16 montre la courbe du coefficient de Poisson en fonction de la déformation longitudinale pour l'essai de traction N°22. Cette figure montre que le coefficient de Poisson peut être approximé par cette méthode, cependant, il ne peut pas être identifié de manière certaine ; en effet, il faudrait moyenner les déformations sur de plus grandes géométries pour l'estimer plus précisément. De plus, aux déformations faibles, on constate de grandes amplitudes sur le coefficient de Poisson qui est dû aux faibles niveaux de déformation mesurés. Cette figure montre que le coefficient de Poisson du matériau est tout de même proche de 0.5 et que l'hypothèse d'incompressibilité est pertinente.

On note que les sections 4, 5, 6 et 7 ont des coefficients de Poisson inférieurs à 0.5 et qu'il s'agit aussi des sections suivies et tracées sur la figure 2.14. De plus, nous savons qu'il s'agit du voisi-

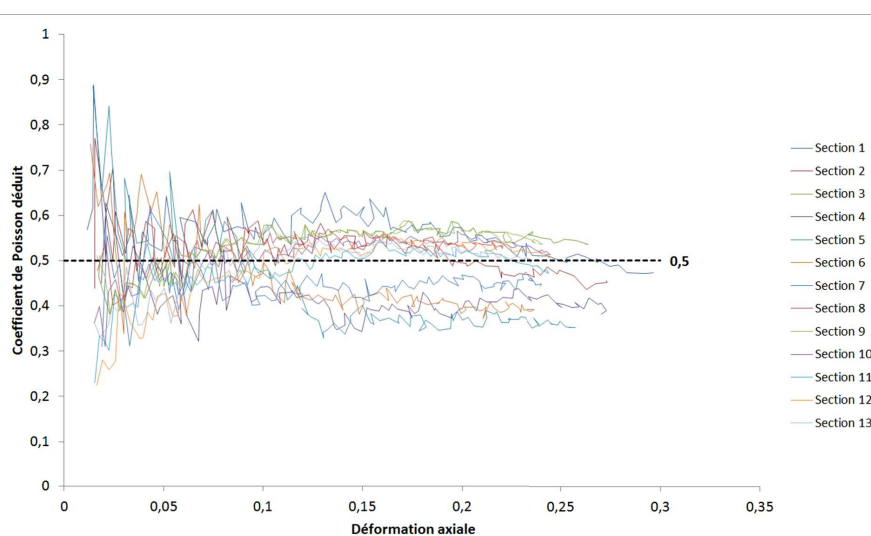


FIGURE 2.16 – Déduction du coefficient de Poisson pour plusieurs "sections" de l'échantillon N°22.

nage de la section cassante (section 4). La décroissance du coefficient de Poisson calculé montre donc l'endommagement de la section en question. La qualité des images reste prépondérante sur la précision du coefficient de Poisson ; en effet les autres sections ont, quant à elles, des coefficient de Poisson supérieurs à 0.5, ce qui est très exotique, voire impossible, dans le domaine des matériaux continus. En conclusion, concernant l'utilisation de la corrélation d'images numériques, nous pouvons affirmer que l'exploitation de la déformation transversale est sensible aux bruits de mesure et que la dégradation de ce coefficient donne une idée de l'état d'endommagement de la section. Cependant, nous avons vérifié par cet exercice que la contrainte vraie peut être approximée par l'hypothèse de déformation à volume constant, ce qui permettrait de dispenser l'utilisation de moyen optique en environnement pyrotechnique/explosible.

Le tableau 2.4 montre les conditions expérimentales utilisées pour réaliser ces essais menés sur éprouvettes CRB longues collées. Une analyse pas corrélation d'images numériques est réalisée systématiquement lorsque les échantillons sont en champ libre, c'est à dire qu'ils ne sont pas enfermés dans une enceinte.

D'autre part, une comparaison des courbes contrainte - déformation issues d'essais de traction uniaxiale menés sur les éprouvettes CRB longues collées et sur les éprouvettes plus courtes montre que l'emploi de cette éprouvette courte est légitime pour la réalisation d'essais de traction dynamique. En effet, la figure 2.17 montre que la contrainte corrigée par l'emploi de la CIN et la contrainte calculée par l'hypothèse de déformation à volume constant sont très proches.

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

N°	Vitesse de traction [mm/s]	Pression [MPa]	Température [°C]	Module tangent [MPa]	Contrainte max [MPa]	$\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]
1	166,6	9	-38	39.1	8.8	2
2	16,6	9	-38	46.4	6.8	0.2
3	1,6	9	-38	21.9	4.7	0.02
4	0,16	9	-38	18.1	3.7	0.002
5	166,6	9	-10	21.6	4.6	2
6	0,83	9	20	5.2	1.2	0.01
7	16,6	9	60	5	1.1	0.2
8	1,6	9	60	4.5	0.9	0.02
9	4,13	ATM	-5	8.2	0.96	0.05
10	0,83	ATM	-5	4.8	0.65	0.01
11	0,25	ATM	-5	5	0.7	0.003
12	4,16	ATM	20	3.5	0.52	0.05
13	1,6	ATM	20	4.3	0.59	0.02
14	0,83	ATM	20	4.4	0.63	0.01
15	0,065	ATM	20	3.9	0.7	0.0008
16	0,0416	ATM	40	2.5	0.43	0.0005
17	0,0316	ATM	40	1.9	0.33	0.0004
18	0,045	ATM	40	2.7	0.38	0.00054
19	0,0316	ATM	50	1.9	0.29	0.00038
20	0,033	ATM	60	2	0.35	0.0004
21	0,025	ATM	60	1.5	0.28	0.0003
22	0,0115	ATM	20	5.88	0.85	0.0013
23	0,0000115	ATM	20	4.28	0.60	0.000013
24	11,5	ATM	20	9.28	1.27	0.13
25	1,3	ATM	-50	40.17	2.89	0.94
26	0,63	ATM	-50	40.17	2.89	0.46
27	1,91	ATM	-40	10	2.69	1.38
28	0,95	ATM	-40	11.96	2.13	0.67
29	1,03	ATM	-30	24.26	1.7	0.75
30	2,06	ATM	-30	24.26	1.85	1.5
31	1,66	ATM	-20	17.54	1.55	1.2

TABLEAU 2.4 – Conditions expérimentales des essais de traction quasi-statique menés pour la caractérisation du matériau d'étude.

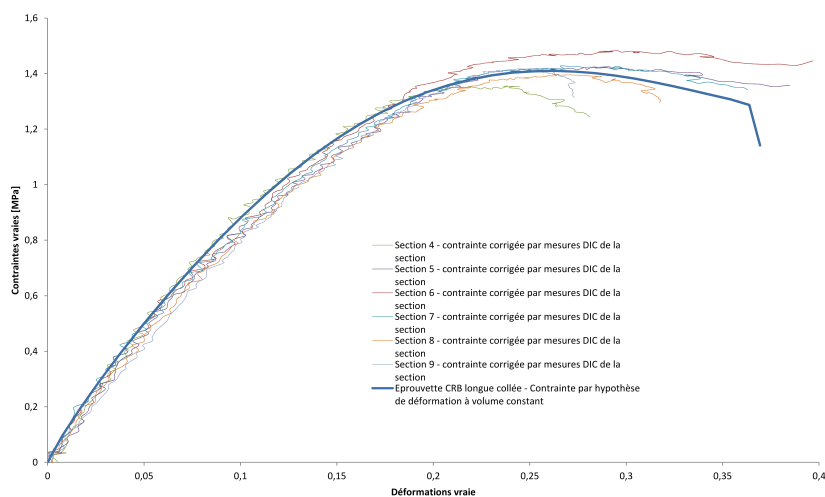


FIGURE 2.17 – Comparaison d’essais de traction menés sur deux géométries d’éprouvettes différentes à la même vitesse de déformation. D’une part, en bleu, une éprouvette CRB longue collée, d’autre part, plusieurs sections, dont la section cassante, d’une éprouvette dynamique courte. Ce graphique montre que les deux géométries donnent des résultats identiques et l’utilisation de l’éprouvette courte est donc envisageable pour la réalisation d’essais de traction plus rapide.

Les essais de traction uniaxiale menés ont pour but de créer les courbes maîtresses de rigidités et de contraintes maximales. Pour ce faire, les rigidités apparentes de tous les échantillons sont regroupées dans un unique graphique, ainsi que les contraintes maximales. On obtient par cette opération les graphiques montrés aux figures 2.18, 2.19 et 2.20. L’essai DMA effectué pour établir l’équivalence entre le temps et la température peut aussi servir à établir la courbe maîtresse des rigidités. En effet, on note que les deux moyens indépendants restituent des courbes maîtresses sensiblement identiques.

De plus, des essais de traction sous pression ont été réalisés pour identifier les paramètres du critère *effet pression* comme explicité dans le chapitre dédié à l’état de l’art. Une enceinte étanche est montée sur une machine de traction conventionnelle. Lors de l’essai, la pression est apportée dans un premier temps. Un déplacement de la traverse est ensuite ajouté. La pression saturante (c’est à dire la pression à partir de laquelle aucune augmentation de contrainte maximale n’est observée) étant identifiée par le retour d’expérience d’*Ariane Group*, les essais sont réalisés à la pression de 9 MPa. Plusieurs couples (température, vitesse de traction) sont utilisés ; la figure 2.21

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

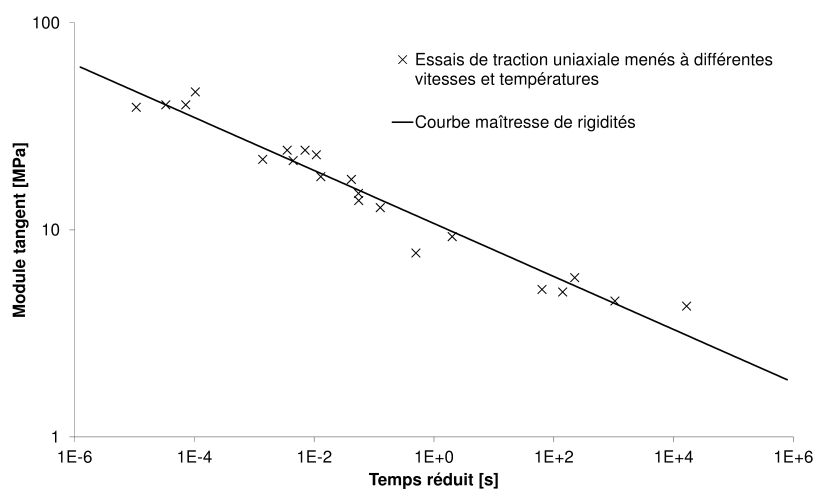


FIGURE 2.18 – Courbe maîtresse de rigidités du matériau d'étude.

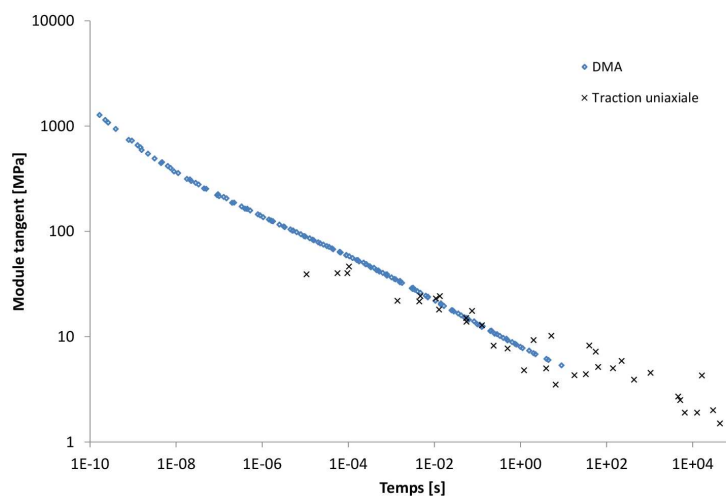


FIGURE 2.19 – Courbe maîtresse de rigidités du matériau, incluant les résultats de l'essai DMA effectué pour l'obtention de l'équivalence temps-température.

montre un graphique de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale pour des essais réalisés au temps caractéristique de $1,4 \times 10^2$ s. L'un a été mené à la pression de 90 bars et l'autre

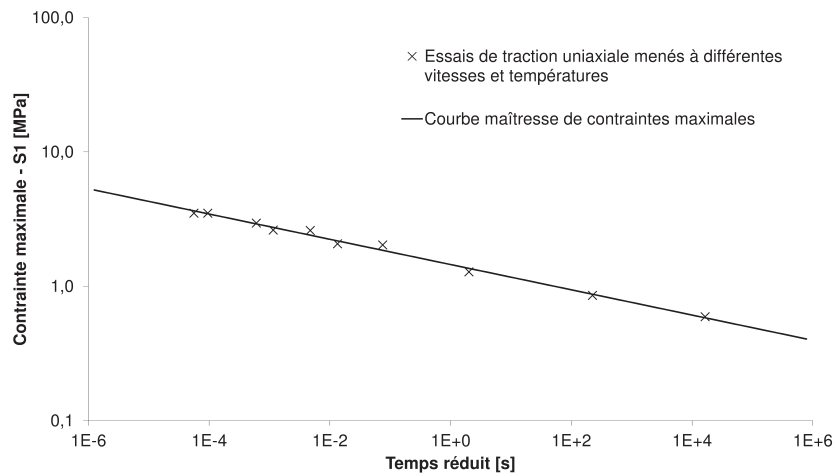


FIGURE 2.20 – Courbe maîtresse de contraintes maximales du matériau d'étude.

à pression atmosphérique. On note un facteur d'environ 2 entre les contraintes maximales.

D'après Traissac [1995], le point de rupture en dépression hydrostatique S_T est égale à la contrainte maximale en traction uniaxiale. Nous obtenons donc trois points nécessaires à la construction de l'enveloppe du critère *effet pression*. La figure 2.22 montre cette enveloppe de rupture.

Dans le prochain paragraphe, d'autres essais expérimentaux simples et homogènes alimenteront cette courbe maîtresse.

2.2.3 Compression quasi-statique

Des essais de compression simple quasi-statique ont été réalisés pour l'étude de la dissymétrie traction/compression que l'on observe parfois sur les matériaux. Ces essais de compression ont été réalisés aux mêmes vitesses de déformation initiales que les essais de traction uniaxiale de la figure 2.11 sur des échantillons de diamètre 20 mm et de hauteur 20 mm (dimensions minimales selon la norme NF T70-314 [2004]). La figure 2.23 montre les résultats obtenus et montre que, hormis les artefacts dus au frottement et à la pré-charge effectuée, les modules apparents sont identiques pour des essais de traction et de compression menés à même vitesse de déformation.

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

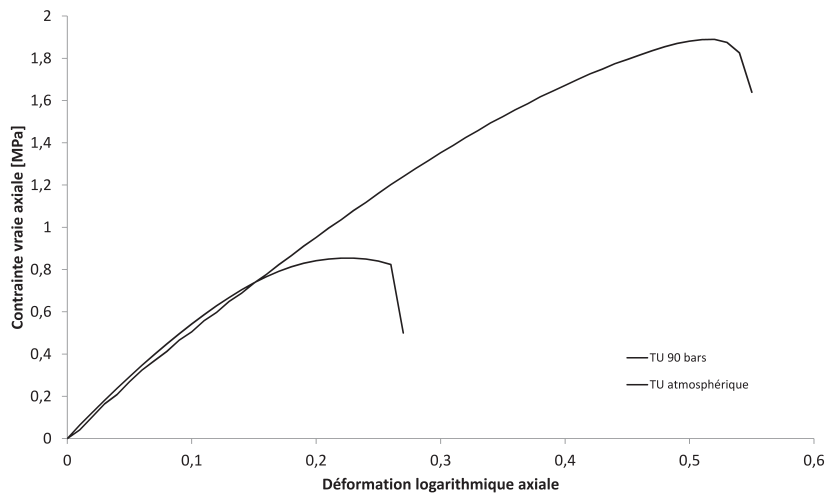


FIGURE 2.21 – Visualisation de l'effet de la pression sur la contrainte maximale. Deux essais de traction uniaxiales au temps caractéristique de 140 s.

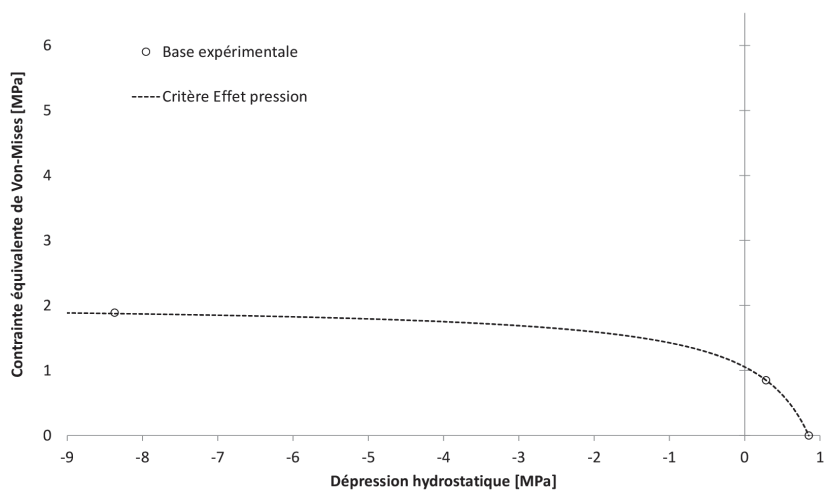


FIGURE 2.22 – Représentation du critère *effet pression* dans le repère contrainte de Von-Mises-dépression hydrostatique pour des essais de traction quasi-statiques réalisés à pression atmosphérique et à 90 bars. Les points expérimentaux sont obtenus par un essai de traction sous pression à 90 bars, un essai de traction uniaxiale ainsi qu'un essai de dépression hydrostatique.

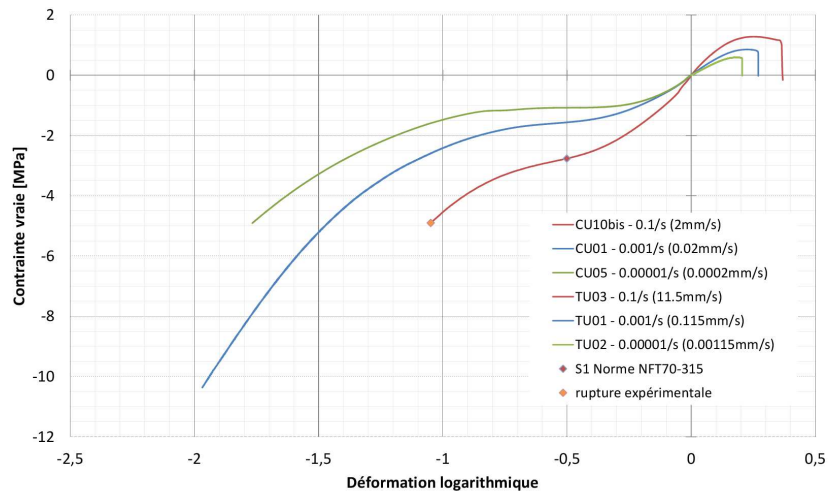


FIGURE 2.23 – Graphique de la contrainte vraie en fonction de la déformation logarithmique pour des essais de traction quasi-statiques et des essais de compression simple quasi-statique à des vitesses de déformation identiques.

On note que, au vu des niveaux de déformation accessibles en compression, il est recommandé l'utilisation de la norme *NF T70-314* [2004] pour dépouiller cet essai. Cette norme dit, plus simplement, que la contrainte maximale en compression, sur les matériaux énergétiques, est le point de la courbe contrainte déformation où la seconde dérivée s'annule. Son utilisation nous donne accès à un point de validation quant aux paramètres du critère *effet pression*. Même si le trajet de chargement n'est pas rigoureusement uniaxial (frottement et effet tonneau), le point obtenu est quasiment confondu avec le critère créé en traction uniaxiale et en traction sous pression (voir figure 2.24).

2.2.4 Essais de compression œdométrique pour l'identification du module de compressibilité

Afin de déterminer le module de compressibilité, des essais de compression œdométrique ont été réalisés. Une cellule en acier à haute limite d'élasticité a été employée pour permettre l'application d'une force de 10 kN sur l'échantillon. Cette cellule a été dimensionnée pour donner à l'échantillon un trajet de déformation uniaxiale. Les échantillons sont de diamètre 20 mm et de hauteur 20 mm. Le diamètre intérieur de la cellule est de 20,05 mm et son diamètre extérieur est de 80 mm pour

2.2. Caractérisation quasi-statique du matériau d'étude

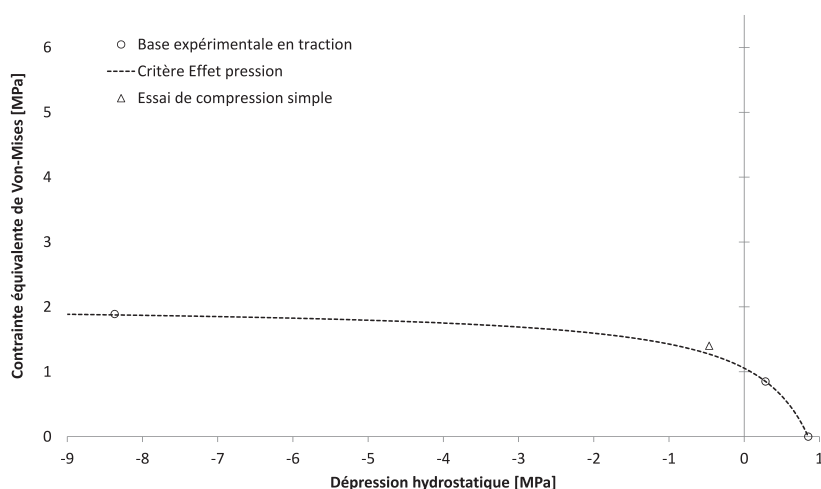


FIGURE 2.24 – Validation des paramètres du critère *effet pression* grâce à un essai de compression simple et à l'aide de la norme [NF T70-314 \[2004\]](#)

une hauteur de 24 mm . Le principe de l'essai est montré à la figure 2.25.

Les résultats attendus de cet essai sont la contrainte axiale ainsi que la déformation axiale. En prenant en compte que le niveau de frottement est négligeable, la pression peut être approximée par la relation :

$$p = \text{tr}(\underline{\sigma})/3 \quad (2.3)$$

De plus, en considérant le matériau incompressible, cette relation devient alors :

$$p = \sigma_{axiale} \quad (2.4)$$

D'autre part, la déformation volumique étant égale à la trace du tenseur des déformations, on a :

$$\varepsilon_{volumique} = \varepsilon_{axiale} \quad (2.5)$$

Le graphe 2.26 montre les courbes obtenues par cette méthode lors de trois essais de compressibilité menés à trois vitesses de déformation différentes sur trois échantillons différents. Pour identifier une pente qui décrive le module de compressibilité, on réalise des charges/décharges consécutives jusqu'à une contrainte axiale d'environ 30 MPa . On note que les niveaux de déformation axiale différents montrent que les faces opposées des échantillons cylindriques ne sont pas parallèles. La pré-charge (qui n'était que de 5 N lors de ces essais) réalisée lors de ces essais

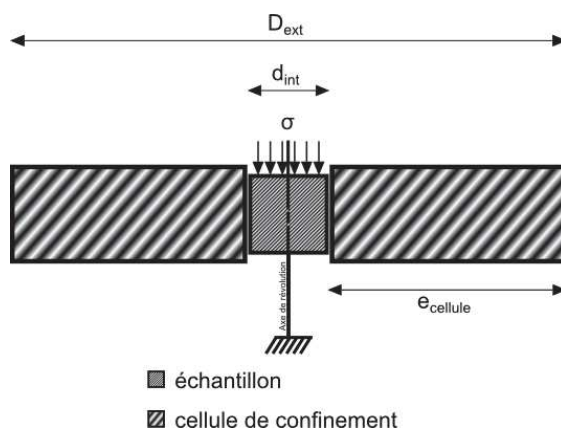


FIGURE 2.25 – Principe de l'essai de compression oedométrique.

n'était pas suffisante.

Ces essais, plus compliqués à interpréter que des essais de traction, semblent montrer que le module de compressibilité ne dépend pas de la vitesse de sollicitation (voir figure 2.26) et qu'il est de 2700 MPa , au moins jusqu'à 0.1 s^{-1} .

2.3 Conclusion

Un essai de DMA nous a indiqué l'équivalence temps-température à utiliser pour ce matériau. Il est ainsi possible de lier les temps de sollicitation des essais et la température pour donner l'équivalent, en temps, t/a_T . Puis des essais de traction uniaxiale ont été menés à différents t/a_T pour élaborer les courbes maîtresses de rigidités et de contraintes maximales. D'autre part, des essais de compression simple ont été menés pour décrire la dissymétrie traction/compression. En effet, si l'on se réfère aux courbes contrainte vraie (à volume constant) - déformation logarithmique, on observe que la matière résiste beaucoup plus en compression, mais que le module tangent est identique à celui obtenu en traction uniaxiale. Cependant, il n'est pas possible d'identifier avec précision l'instant de la rupture en compression simple : en effet, une fissure débouchante n'indique pas cet instant ; il se peut que l'endommagement ait débuté avant au centre de l'échantillon. Par contre, grâce à l'utilisation de la norme *NF T70-314* [2004], il est possible de placer un point sur la courbe du critère *effet pression* développé par Traissac [1995]. Pour le traçage de cette enveloppe de rupture, des essais de traction sous pression ont été réalisés pour obtenir des points expérimentaux à des pressions différentes de la pression atmosphérique : essais de traction réalisés à 90 bars . De plus, des essais de compression oedométrique ont été effectués pour

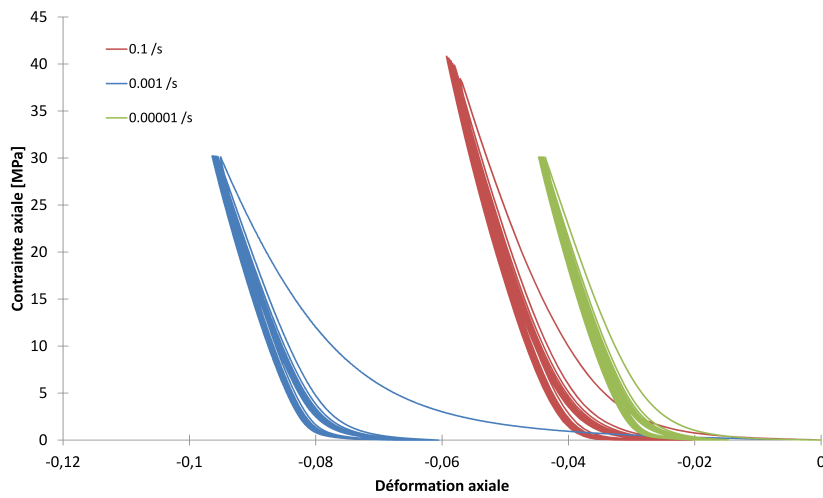


FIGURE 2.26 – Résultats des essais de compression oedométrique réalisés sur matériau d'étude. La différence entre les niveaux de déformation est attribuée aux effets du frottement entre la cellule de confinement et l'échantillon ainsi qu'aux défauts de parallélisme des faces des échantillons dus aux tolérances d'usinage.

estimer le module de compressibilité du matériau d'étude ; nous avons montré que ce module était constant quelle que soit la vitesse de déformation. Grâce à l'ensemble de ces travaux, la simulation de tout chargement mécanique quasi-statique est envisageable.

Comme cela a été souligné à l'occasion du chapitre dédié à l'état de l'art, le besoin industriel de disposer de modèle numérique précis conduit à compléter les protocoles expérimentaux et bases de données matériaux par des essais de caractérisation dynamique. En effet, l'obtention de modèles quantitatifs réalistes requiert l'identification directe issue de résultats expérimentaux dynamiques. Le prochain chapitre est dédié à des essais dont certains protocoles sont originaux, comme la traction dynamique réalisée par l'intermédiaire de la chute d'une masse.

Chapitre 3

Caractérisation dynamique

Sommaire

3.1	Essais de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson	66
3.2	Caractérisation en traction rapide	70
3.2.1	Les montages expérimentaux existants	70
3.2.2	Conception du montage de traction uniaxiale rapide	72
3.2.3	Essais de traction rapide sur matériau d'étude	79
3.3	Conclusion	87

Le manque de données expérimentales de caractérisation du comportement dynamique des propergols solides nécessite la mise en œuvre de nouveaux essais dynamiques comme mentionné au chapitre 1. Ces essais doivent permettre de comprendre l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement mécanique du matériau. Dans une seconde mesure, ces essais doivent permettre la modélisation du comportement mécanique du matériau dans une plus large plage de vitesses de déformation sans avoir recours aux hypothèses basées sur les équivalences temps-températures.

Dans un premier temps, nous verrons dans ce chapitre, l'influence du confinement du matériau grâce à un essai de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson. Dans un second temps, un essai de traction uniaxiale rapide sera présenté grâce à un montage original développé durant ces travaux de thèse.

3.1 Essais de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson

Pour observer le comportement confiné du matériau d'étude, des essais de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson ont été réalisés. Ces essais permettent de caractériser le comportement déviatorique et hydrostatique du matériau testé sous sollicitations quasi-statiques ou dynamiques et sous forte pression de confinement [Forquin et al. 2007 2012].

Le montage expérimental des barres de Hopkinson monté au *Laboratoire 3SR* est composé de 2 barres de 1,5 m de long et 20 mm de diamètre. L'impacteur utilisé est de 50 cm de longueur. Le matériau employé pour la fabrication de ces 3 barres est un acier 42CrMo4 traité thermiquement, ce qui permet d'admettre aisément des niveaux de contraintes de 1 GPa sans plastification. Des jauges de déformation collées aux barres et montées en pont complet permettent de remonter aux niveaux de déformation dans les barres. Le pont complet permet de s'affranchir de toute composante de flexion dans les barres durant l'essai.

Des cellules de confinement ont été dimensionnées pour confiner le matériau tout en permettant une légère déformation orthoradiale de la cellule permettant de déduire la pression interne durant l'essai. Deux cellules d'épaisseurs différentes (2 et 5 mm) ont été utilisées pour étudier l'influence du niveau de pression dans l'échantillon. Les épaisseurs de cellules ont été dimensionnées pour éviter la plastification de la cellule durant l'essai. Le matériau des cellules est le même que celui employé pour la fabrication des barres. Le confinement exercé par la cellule sur l'échantillon est donc un confinement passif. La contrainte de confinement radiale de l'échantillon augmente durant l'essai en fonction de la déformation axiale de l'échantillon. Forquin et al. [2012] ont travaillé sur le comportement sous confinement d'une nuance de PMMA et ont développé une méthode de dépouillement pour cet essai. La contrainte axiale moyenne est alors calculée par l'équation :

$$\bar{\sigma}_{axiale} = E_b \frac{A_b \varepsilon_T}{\pi r_0^2 (1 + \bar{\varepsilon}_{radiale})^2} \quad (3.1)$$

où ε_T est la déformation transmise, A_b est la section des barres, E_b est le module d'Young du matériau des barres, r_0 est le rayon de l'échantillon et $\bar{\varepsilon}_{radiale}$ la déformation radiale de l'échantillon identifiée via les niveaux de déformation orthoradiale de la cellule. La déformation axiale moyenne est définie par traitement classique de Kolsy selon l'équation :

$$\bar{\varepsilon}_{axiale} = -\frac{2C_b}{h} \int_0^t \varepsilon_r(\tau) d\tau \quad (3.2)$$

où ε_r est la déformation réfléchie, h est la hauteur de l'échantillon et C_b est la vitesse des

3.1. Essais de compression quasi-cedométrique aux barres de Hopkinson

ondes de barre. La contrainte radiale dans l'échantillon n'est pas accessible directement. Il est nécessaire de recourir à une identification par une loi élaborée par simulation numérique de l'essai qui s'appuie sur les grandeurs directement mesurables pendant l'essai ($\varepsilon_{orthoradiale, cellule}$). Une étude numérique à l'aide d'Abaqus/Standard pour deux hauteurs d'échantillon différentes permet d'identifier la contrainte radiale ainsi que la déformation radiale en fonction de la déformation orthoradiale externe de la cellule. La mesure de la déformation orthoradiale extérieure au niveau du plan de symétrie de la cellule ainsi que la contrainte radiale intérieure permet d'identifier la contrainte radiale interne en fonction de la déformation orthoradiale externe de la cellule. Une régression linéaire est utilisée pour prendre en compte le raccourcissement de l'échantillon durant l'essai selon :

$$\sigma_{rr}^{int} = \sigma_{rr}^{h_0} \left(\frac{h - h_1}{h_0 - h_1} \right) + \sigma_{rr}^{h_1} \left(\frac{h - h_0}{h_1 - h_0} \right) \quad (3.3)$$

où h_0 est la première hauteur d'échantillon, prise à 20 mm , h_1 est la seconde hauteur d'échantillon, prise à 19 mm , h est la hauteur de l'échantillon durant l'essai et $\sigma_{rr}^{h_0}$ et $\sigma_{rr}^{h_1}$ sont les contraintes radiales internes déduites des simulations numériques. La figure 3.1 montre le résultat de l'identification de la fonction $\sigma_{rr}^{h_0}$.

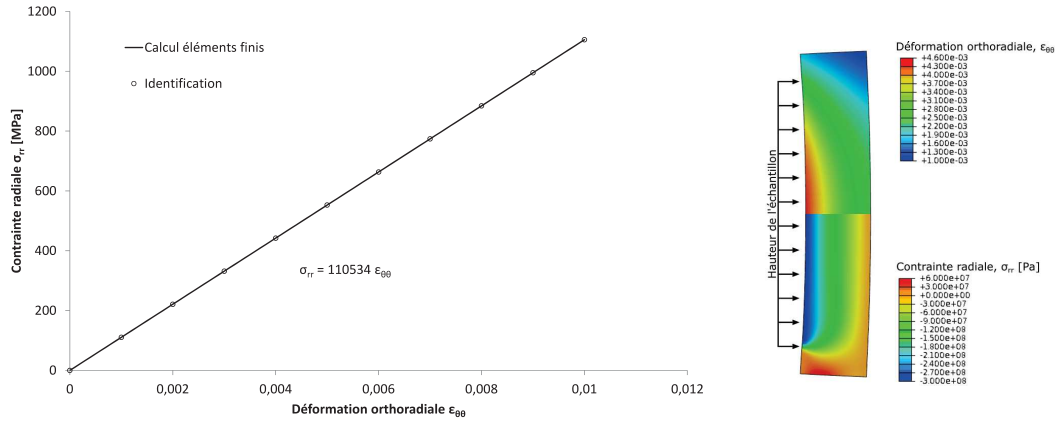


FIGURE 3.1 – Contrainte radiale intérieure en fonction de la déformation extérieure orthoradiale de la cellule de 2 mm d'épaisseur pour une hauteur de $h_0 = 20\text{ mm}$. Identification de la relation permettant de remonter à la contrainte de confinement sur l'échantillon. Simulation numérique de déformation de la cellule, modèle axisymétrique.

La pression et le déviateur sont définis tels que :

$$p = \frac{1}{3} (\bar{\sigma}_{axiale} + 2\bar{\sigma}_{radiale}) \quad (3.4)$$

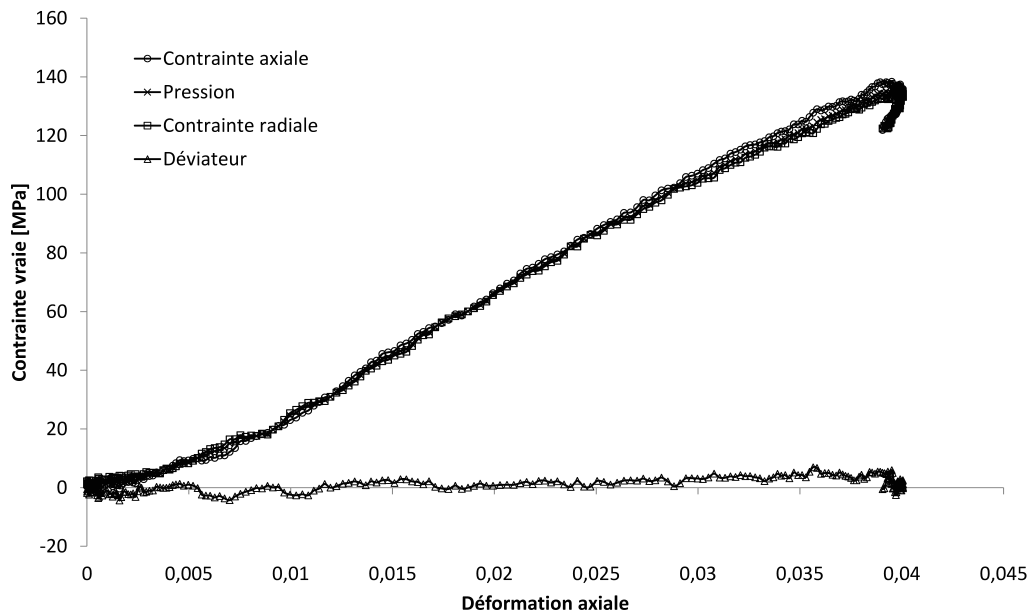


FIGURE 3.2 – Résultats d'un essai de compression quasi-œdométrique réalisé avec une cellule de 2 mm d'épaisseur, impact à 10 m/s. On note que le déviateur est très faible devant les contraintes axiales et radiales.

et

$$\bar{\sigma}_{\text{déviateur}} = |\bar{\sigma}_{\text{axiale}} - \bar{\sigma}_{\text{radiale}}| \quad (3.5)$$

Grâce aux équations 3.1 et 3.2, il est possible de remonter aux informations expérimentales recherchées. La figure 3.2 montre la contrainte axiale, la contrainte radiale, la pression ainsi que le déviateur calculés.

Comme le montre la figure 3.2, le déviateur est très faible devant les contraintes axiales et radiales. Il est ensuite possible de déterminer une loi d'évolution de la pression en fonction de la déformation volumique pour identifier la valeur du module de compressibilité à cette vitesse de déformation. La déformation volumique est calculée par la relation :

$$\varepsilon_{\text{volumique}} = \text{tr}(\varepsilon) = \varepsilon_{\text{axiale}} + 2\varepsilon_{\text{radiale}} \quad (3.6)$$

3.1. Essais de compression quasi-œdométrique aux barres de Hopkinson

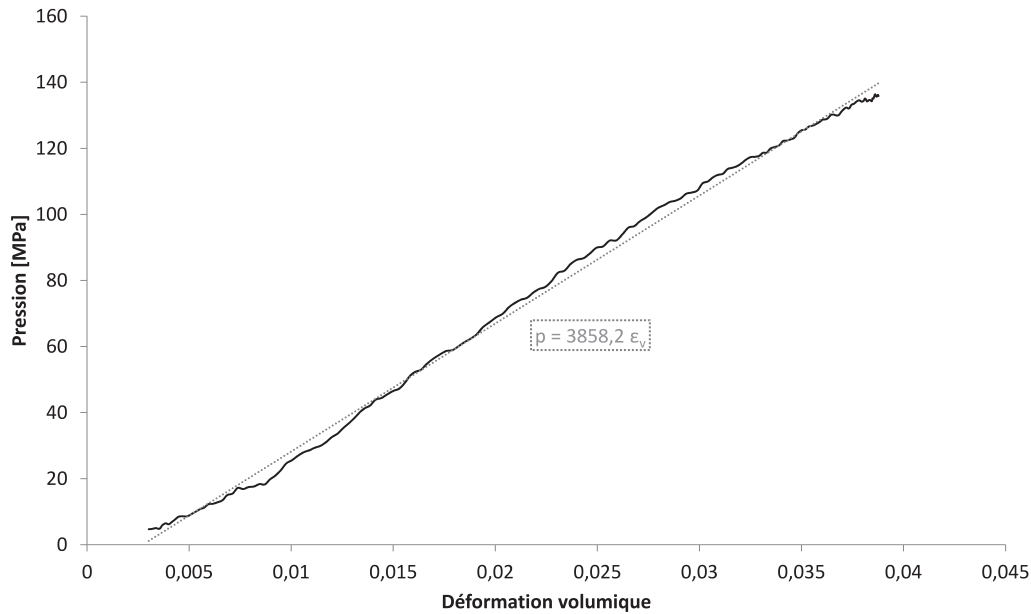


FIGURE 3.3 – Courbe pression-déformation volumique pour un essai de compression quasi-œdométrique réalisé à 10 m/s avec une cellule de 2 mm d'épaisseur.

D'après la figure 3.3, le module de compressibilité peut être identifié à 3858 MPa , ce qui n'est pas vraiment ce qui avait été identifié lors des essais quasi-statiques. La différence notable peut être attribuée à une différence de mise en œuvre de l'essai, au fait que les échantillons ont été sélectionnés pour convenir aux cellules de confinement (les jeux doivent être contrôlés et maîtrisés lors de cet essai), ou bien elle peut venir aussi des propriétés mécaniques du matériau, il peut y avoir une viscoélasticité sur la partie hydrostatique du comportement.

La mise en place et le développement de cet essai contribue à l'amélioration de la compréhension du comportement du matériau. La mise en œuvre de l'essai sur des matériaux pyrotechniques pourra être ensuite envisagée pour différentes vitesses d'impact pour caractériser la compressibilité des matériaux à hautes vitesses de déformation. De même que pour des essais quasi-statiques, cet essai pourrait être employé pour tester la compressibilité des matériaux à basses vitesses de déformation et ainsi pouvoir comparer des résultats.

Pour conclure quant à cet essai, il n'a pas permis d'obtenir précisément les informations sou-

haitées au sujet du déviateur lorsque le matériau est soumis à un chargement de compression confinée. Cependant, il a permis d'identifier une valeur du module de compressibilité à haute vitesse de déformation.

Dans le but de poursuivre la caractérisation du matériau dans des domaines de sollicitations homogènes, un essai de traction rapide a été mis au point. Sa description et les résultats associés font l'objet des prochains paragraphes.

3.2 Caractérisation en traction rapide

Comme mentionné précédemment, des essais doivent être réalisés afin de caractériser la réponse mécanique du MRP soumis à une sollicitation de traction rapide. Ces essais ont pu être menés grâce au développement d'un nouveau dispositif expérimental qui permet d'appliquer un temps de chargement suffisamment long pour amener l'éprouvette à la rupture à des vitesses de chargement dynamiques intermédiaires (quelques 10 à 100 s^{-1}). Du fait des rigidités très faibles des matériaux de type propergols solides composites, il a fallu mettre au point un moyen expérimental "sur-mesure".

3.2.1 Les montages expérimentaux existants

Dans la littérature, il existe un nombre important de montages expérimentaux de caractérisation du comportement en traction rapide. Pour donner un état de traction uniaxiale à un échantillon, on cherche un déplacement relatif entre les deux côtés de l'éprouvette qui soit non-nul, avec une vitesse de déformation la plus constante possible. La plupart des essais de traction dynamique s'appuient sur le principe mis en œuvre dans les essais de compression aux barres de Hopkinson. L'étude de la propagation des ondes mécaniques dans les barres d'entrée et de sortie permet de remonter aux forces et vitesses appliquées à l'échantillon au niveau de ses interfaces avec les barres. Les différentes adaptations de ce montage pour appliquer à l'échantillon un chargement en traction amènent à les distinguer en deux catégories principales : l'application d'une traction directe ou indirecte.

Un système développé par [Albertini et Montagnani \[1979\]](#) puis employé par [Saletti \[2013\]](#) utilise une barre prétendue pour exercer une traction sur l'échantillon. Dans ce montage expérimental, l'utilisation d'un frein ou d'un fusible fragile est nécessaire pour relâcher la contrainte de traction dans la barre et ainsi charger l'échantillon en traction dynamique. L'avantage pour ce type de montages est qu'il est possible de maîtriser le temps de chargement par la longueur de la barre pré-contrainte (longueur entre le point d'application de l'effort quasi-statique de traction

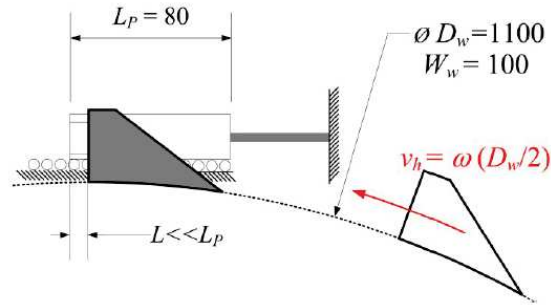


FIGURE 3.4 – Principe du montage de traction dynamique proposé par [Ericé et al. \[2015\]](#). Le mors mobile est mis en mouvement par l'utilisation d'une roue à inertie munie de marteaux.

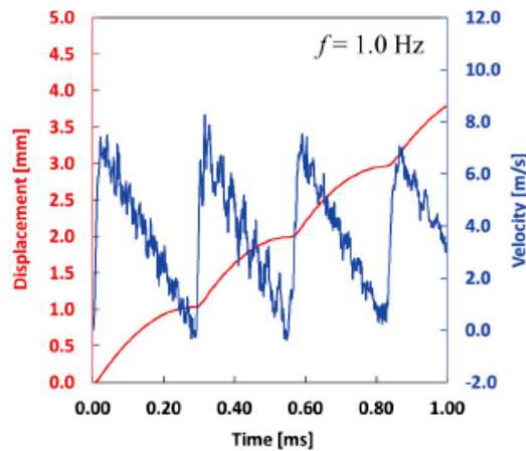


FIGURE 3.5 – Mise en évidence de la perte de contrôle de la vitesse d'éjection du mors mobile lors d'un essai de traction dynamique réalisé grâce à un système de roue à inertie [[Ericé et al. 2015](#)].

et le point de freinage).

[Froustey et al. \[2007\]](#), [Meyers et Abdel-Malek \[2006\]](#) puis [Ericé et al. \[2015\]](#) ont utilisé un système de roue à inertie pour donner un mouvement au mors mobile. La figure 3.4 montre le principe du montage expérimental. Cependant, l'utilisation de ce système entraîne quelques inconvénients. Au contact du marteau et du mors mobile, une perte du contrôle du déplacement du mors apparaît ; il est donc impossible de maîtriser la vitesse d'éjection du mors. Cet effet se répercute sur la maîtrise de la vitesse de déformation durant l'essai. La figure 3.5 montre cette observation.

Pour pallier cet effet, des ressorts peuvent être positionnés au contact entre le marteau et le mors mobile pour adoucir la rampe de vitesse du mors mobile.

Le point important pour le développement de ce montage expérimental est qu'il doit permettre d'appliquer des temps de chargement très longs (plusieurs ms) pour atteindre la rupture de l'échantillon. Cependant, aucun des ces montages expérimentaux ne le permettent sauf les montages de [Staab et Gilat \[1991\]](#), [Albertini et Montagnani \[1979\]](#) et de [Saletti \[2013\]](#) au prix de barres de très grande dimensions.

3.2.2 Conception du montage de traction uniaxiale rapide

Du fait de son utilisation possible en laboratoire pyrotechnique, il y a nécessité de minimiser le coût global du montage, incluant son principe, sa fabrication et sa maintenance, celui-ci pouvant être fortement endommagé après un essai. Le cahier des charges initial de la conception du banc est le suivant :

- un coût réduit donc absence d'hydraulique par exemple.
- essais de traction rapide avec un grand temps de chargement (une dizaine de ms), pour permettre une grande déformation des éprouvettes.
- l'échantillon doit être déformé dans un plan fixe pour permettre la visualisation et l'enregistrement vidéo de l'éprouvette durant l'essai.

3.2.2.1 Introduction

La caractérisation du comportement des matériaux en traction rapide a fait l'objet de beaucoup de recherches et continue d'être une préoccupation. Au *Centre de Recherches du Bouchet*, la caractérisation du comportement mécanique des propergols solides sert, entre autre, à prévoir l'état de fragmentation (l'état de division) des matériaux dans le but de remonter numériquement à la vitesse de combustion lorsque le matériau aura été soumis à une sollicitation mécanique violente. Il est alors possible d'inclure, lors de la conception des engins propulsés, des contre-mesures qui vont agir sur la sécurité des personnels et plus globalement sur le théâtre d'opération.

3.2.2.2 Dimensionnement du montage

Le banc de traction rapide a pour but de caractériser le matériau dans une gamme de vitesses de déformation représentative d'une sollicitation dynamique modérée, c'est à dire à des vitesses de déformation intermédiaires (typiquement inférieures à $1000 s^{-1}$). Obtenir des informations au sujet du comportement mécanique des propergols solides à ces vitesses de déformation a un réel intérêt pour la recherche de sécurité puisqu'elle représente typiquement les vitesses de déforma-

3.2. Caractérisation en traction rapide

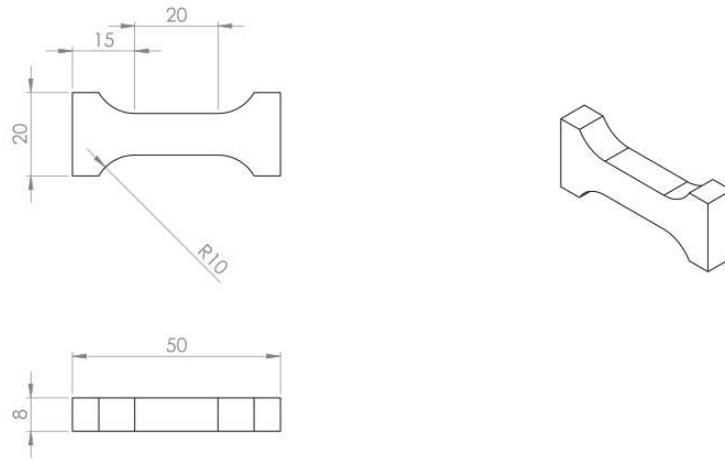


FIGURE 3.6 – Présentation de l'échantillon de traction rapide. Sa géométrie est le compromis entre l'homogénéité des champs et la maximisation du plan visible pour l'imagerie rapide.

tion rencontrées lors d'une chute.

La géométrie de l'échantillon est un compromis entre l'équilibre mécanique de l'échantillon et les dimensions de la zone observée pour appliquer de l'imagerie rapide aux essais. Pour ce faire, un échantillon a été dessiné spécialement et usiné (voir figure 3.6).

D'après des simulations numériques de chutes de torpilles réalisées au *Centre de Recherches du Bouchet*, il convient de cibler une vitesse de déformation maximale de $200 s^{-1}$. On peut d'ores et déjà conclure que la vitesse de chargement devra être approximativement de $4 m/s$ en considérant une longueur utile d'éprouvette de $20 mm$. Ce niveau de vitesse, relativement modeste, permet l'utilisation de systèmes mécaniques simples pour être mise en œuvre. Le principe retenu ici est l'utilisation d'une masse tombante. La figure 3.7 montre le schéma de principe du banc de traction rapide développé pendant ces travaux de thèse.

Pour le dimensionnement du montage expérimental, nous prenons comme hypothèse que le comportement du matériau est de type élastique parfaitement plastique et de limite d'élasticité égale à σ_Y étant donné sa grande déformabilité. Afin de procéder à un dimensionnement rapide de l'essai, nous négligeons la partie élastique du comportement (voir figure 3.8). Nous nous mettons dans une situation où l'on souhaite identifier la masse minimale du marteau dans l'hypothèse où la contrainte est la contrainte plateau du comportement. On a donc :

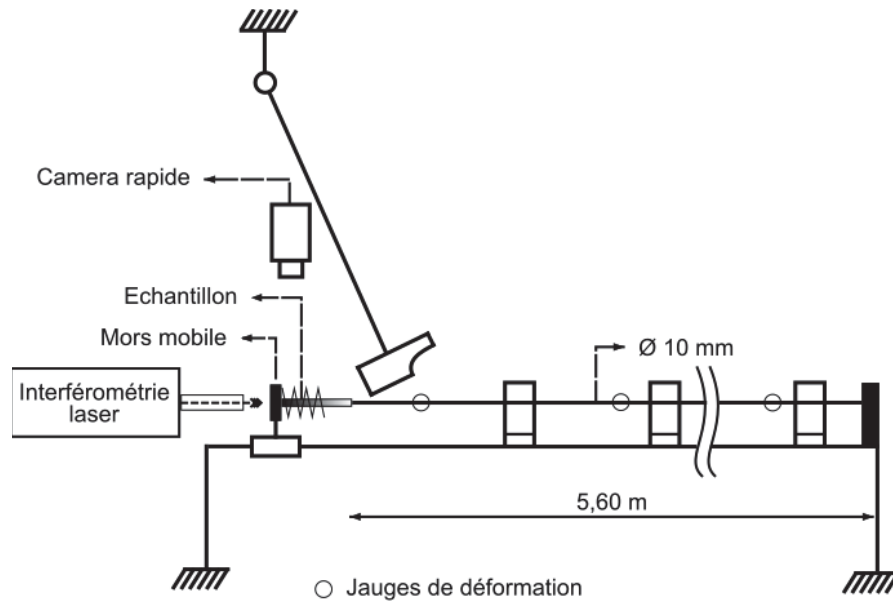


FIGURE 3.7 – Schématisation du montage expérimental de traction rapide

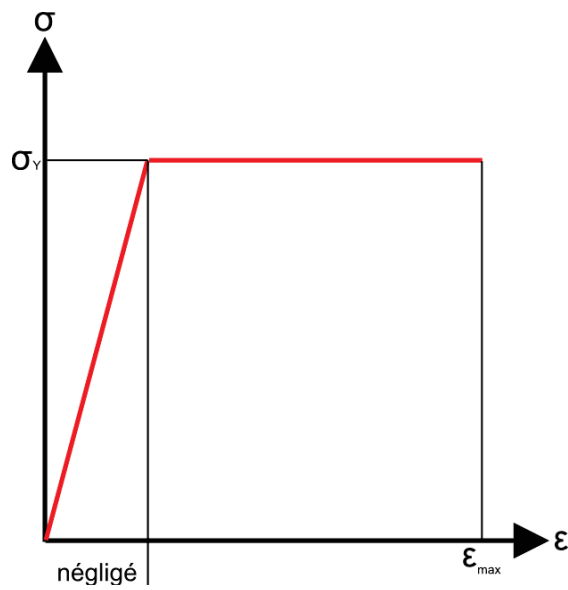


FIGURE 3.8 – Illustration du comportement simplifié élastique purement plastique employé pour le dimensionnement du banc de traction rapide. La partie élastique est négligée pour n'avoir qu'une constante σ_Y qui correspond à la contrainte d'écoulement plastique du matériau.

3.2. Caractérisation en traction rapide

$$\sigma_Y = \text{constante}$$

On a donc :

$$F = \text{constante} \Rightarrow \gamma = \text{constante}$$

d'autre part, nous avons :

$$F = A\sigma_Y = m\gamma$$

où A est la section de l'échantillon et γ l'accélération du marteau ; on a donc :

$$\gamma = \frac{A\sigma_Y}{m}$$

donc on a :

$$m = \frac{A\sigma_Y}{\gamma} = \frac{2A\sigma_Y\varepsilon_{max}l_0}{\Delta v^2} \quad (3.7)$$

D'autre part, on a :

$$\dot{\varepsilon} \approx \frac{v_0}{l} \quad (3.8)$$

D'après les équations 3.7 et 3.8, si l'on suppose la condition :

$$\Delta v \ll v_0$$

$$\Rightarrow \sqrt{\frac{2A\sigma_Y\varepsilon_{max}l_0}{m}} \ll \dot{\varepsilon}l_0 \quad (3.9)$$

on en déduit :

$$m \gg \frac{2\varepsilon_{max}A\sigma_Y}{\dot{\varepsilon}^2l_0} \quad (3.10)$$

Ce résultat analytique montre que la masse minimale du marteau dépend des propriétés mécaniques de l'échantillon. La figure 3.9 montre l'influence de la masse minimale du marteau et de la hauteur de chute sur la vitesse de déformation ciblée lorsque $\varepsilon_{max} = 0.5$, $A_{echantillon} = 80mm^2$, $\sigma_{max} = 10 MPa$ et $l_0 = 20mm$ (propriétés mécaniques arbitraires en point de départ du dimensionnement mais proches du résultat attendu). Notons que le temps utile de l'essai est se situe entre 2.5 et 10 ms (en considérant $t_{utile} = \frac{\varepsilon_{max}}{\dot{\varepsilon}}$). Les valeurs prises pour la masse minimale des marteaux et pour la hauteur de chute sont raisonnables pour le système envisagé. Au vu de ce graphique, il est tout à fait plausible d'opter pour une masse de marteau de 5 kg : en effet, elle permet de couvrir toute la gamme de vitesses de déformation [50 : 200 s⁻¹].

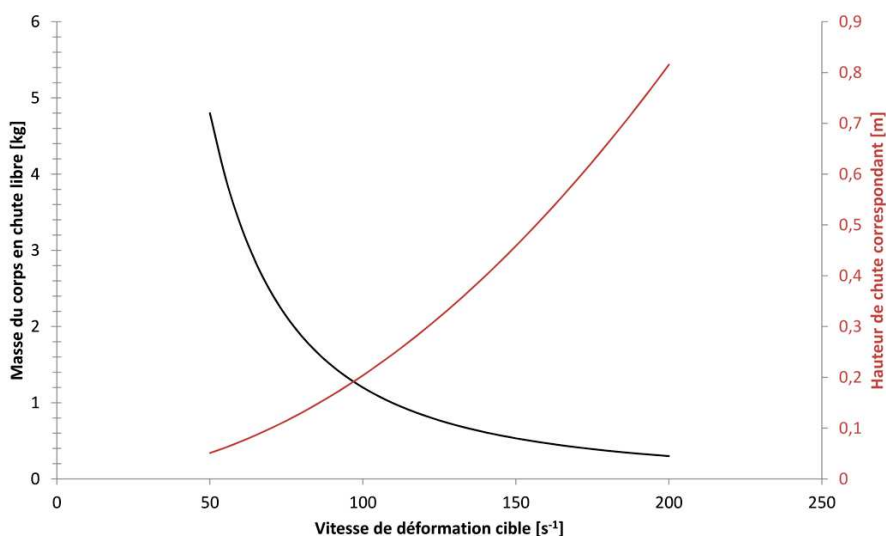


FIGURE 3.9 – Graphique de la masse du marteau et de la hauteur de chute en fonction de la vitesse de déformation ciblée lorsque $\varepsilon_{max} = 0.5$, $A_{echantillon} = 80mm^2$, $\sigma_{max} = 10 MPa$ et $l_0 = 20mm$.

Pour des raisons d’encombrement maximal, la longueur de la barre de Hopkinson que nous avons utilisée est de $5.6 m$ (avec un temps d’aller-retour¹ d’onde d’environ $t = \frac{2L}{C_0} \approx 2.2ms$). Le temps utile n’est donc pas suffisant pour mener à bien la caractérisation du matériau jusqu’à rupture. Des travaux réalisés par Bussac et al. [2002] permettent de déconvoluer les signaux acquis par les jauges de déformation. Ainsi, le temps utile de l’essai est étendu à des temps ”infinis”. Le résultat des travaux cités a été implémenté dans le logiciel Emilie qui a permis de dépouiller les essais dynamiques mise en oeuvre pendant ces travaux de thèse.

Un jeu de deux ressorts de compression a été positionné à l’interface marteau-mors mobile comme introduit dans la partie 3.2.2.2. Le dimensionnement des ressorts a été réalisé grâce à des simulations numériques avec Abaqus/Explicit grâce au modèle montré à la figure 3.11. Dans ce modèle, un marteau positionné au temps d’impact, c’est à dire au moment où il impacte les ressorts, a une vitesse initiale; le mors mobile ainsi que toutes les autres pièces sont immobiles. Plusieurs raideurs et longueurs ont été testées pour déduire le couple (raideur, longueur) idéal. Les raideurs choisies sont de 20, 40 et 60 N/mm . Les résultats de simulations montrent que la diminution de la raideur du ressort tend à lisser la courbe de déplacement du mors sur celle du déplacement du marteau. Contrairement aux signaux de Erice et al. [2015], la vitesse n’est pas doublée lors du contact entre le marteau et le mors mobile (voir figure 3.10). Cependant la vitesse

1. le temps d’aller-retour correspond à celui du passage de l’onde dans un point de mesure, il détermine le temps de mesure accessible des forces et des vitesses

3.2. Caractérisation en traction rapide

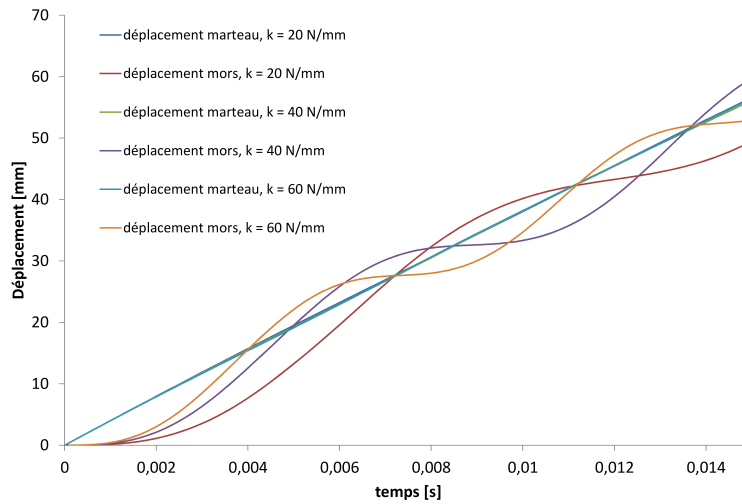


FIGURE 3.10 – Graphiques des déplacements en fonction du temps obtenus lors des simulations numériques grâce au modèle montré à la figure 3.11.

du mors mobile n'est tout de même pas constante. Les ressorts de 20 N/mm ont été choisis pour permettre de mener l'éprouvette à la rupture en un seul cycle de charge-décharge du ressort par crainte de perturber l'évolution de la vitesse de déformation durant l'essai et d'appliquer un cumul de sollicitations à l'échantillon au lieu d'appliquer une traction monotone jusqu'à rupture.

Grâce à l'utilisation d'une instrumentation typiquement utilisée dans un montage expérimental aux barres de Hopkinson et d'un interféromètre laser positionné devant le mors mobile du montage de traction rapide, les données expérimentales accessibles sont de même nature que celles obtenues lors d'un essai de traction quasi-statique. En effet, les mesures réalisées ainsi que l'instrumentation correspondantes sont :

- la force axiale mesurée via les signaux de déformation dans la barre de Hopkinson.
- les déplacements mesurés en tête et pied d'éprouvette. L'allongement de l'éprouvette est égale à la différence de ces deux données. D'une part, le déplacement en pied d'éprouvette est obtenu par intégration du signal de vitesse acquis via les signaux de déformation dans la barre. D'autre part, le déplacement en tête d'éprouvette est mesuré par intégration du signal de vitesse mesuré par interférométrie laser positionnée en amont du mors mobile.

Le montage expérimental ainsi défini est montré sur la figure 3.12. Il s'agit d'une photographie

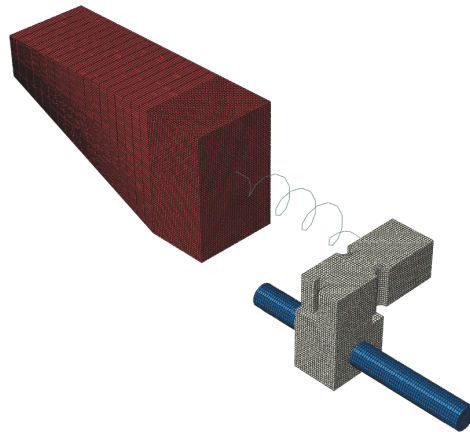


FIGURE 3.11 – Modèle éléments finis employé pour la réalisation des simulations de dimensionnement des ressorts : montage sans éprouvette.

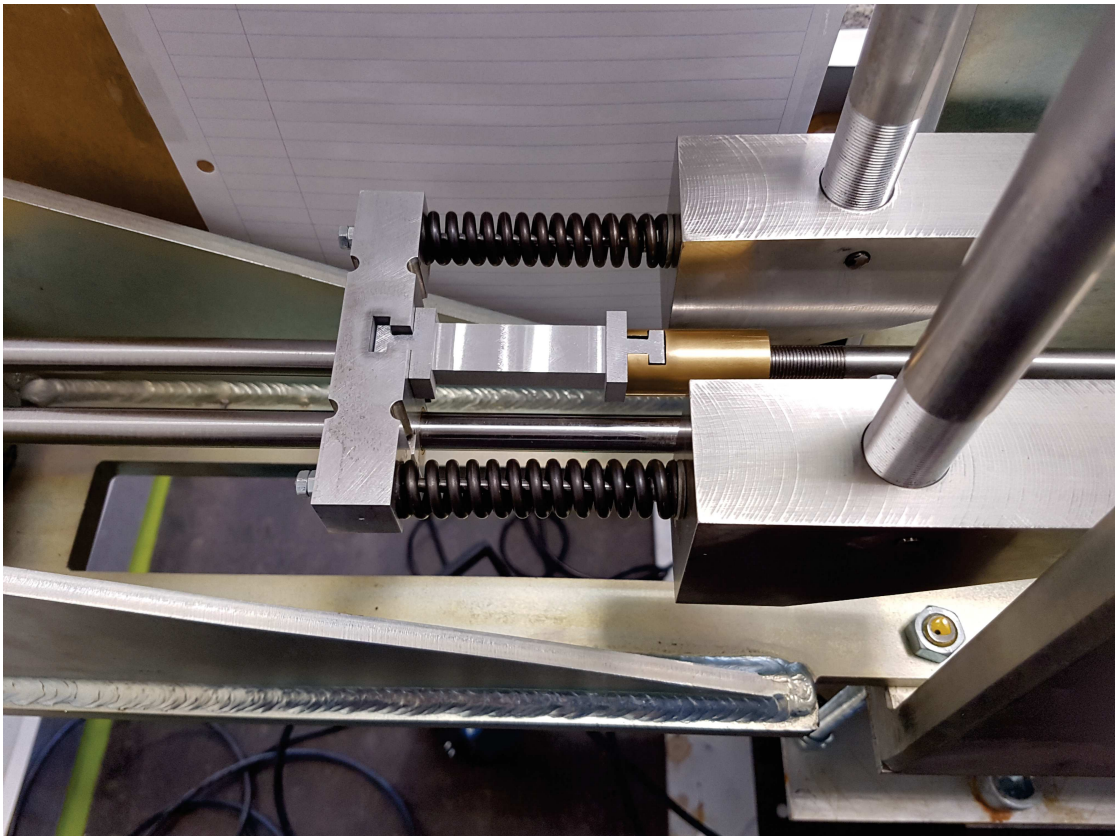


FIGURE 3.12 – Photographie du montage expérimental de traction uniaxiale dynamique. Il s'agit de l'environnement proche de l'échantillon. Le reste du montage étant la barre de Hopkinson de 5,6 m de long.

de l'environnement proche de l'échantillon. Nous y voyons :

- les marteaux, en position point-mors bas, au repos au point d'impact. Il s'agit d'une position de réglage très importante pour la durée de vie du montage expérimental.
- le montage des ressorts : il s'agit de ressorts guidés par glissières réalisées grâce à des tiges d'acier en liaison glissière dans la pièce mors mobile.
- le mors mobile, auquel nous avons attelé une éprouvette étalon en aluminium instrumentée.
- une partie de la barre de Hopkinson.

3.2.2.3 Validation du montage

Après montage et instrumentation de la barre de mesures, un essai de validation du banc de traction a pu être effectué. Dans cette optique, un essai a été réalisé sur MRP. Cette validation a pu être réalisée grâce à la mesure de déplacement du mors mobile par deux moyens de mesures indépendants : une caméra rapide et une interférométrie laser.

Grâce à une caméra rapide (Miro Phantom, 10 *kfps*, Résolution 640×400), le déplacement du mors a pu être enregistré en fonction du temps. D'autre part, un moyen d'interférométrie laser (vibromètre laser Polytec[®], sensibilité 1 m/s/V , bande passante $1,5 \text{ MHz}$ et de longueur d'onde 200 nm) a été mis en place devant le mors mobile, à une distance de 20 cm , pour mesurer sa vitesse. La figure 3.13 montre que les deux mesures de déplacement sont superposées, ce qui implique que les deux méthodes peuvent être utilisées pour le dépouillement des essais ultérieurs. Grâce à cette épreuve de validation, il est possible de conclure que la rigidité du montage expérimental n'influence pas les résultats et que les mesures réalisées reflètent les propriétés mécaniques du matériau testé.

3.2.3 Essais de traction rapide sur matériau d'étude

Une campagne d'essais a été menée avec pour objectif une vitesse de chargement de l'ordre de 100 s^{-1} . Trois hauteurs de lâché de marteau ont été choisies permettant d'obtenir des vitesses d'impact respectivement de 2, 2.7 et 3.7 m/s en supposant les frottements nuls ($v = \sqrt{2gh}$, avec h la hauteur de chute et g la constante de gravité).

La procédure suivie pour la réalisation d'un essai est la suivante :

- Réalisation d'un mouchetis à la surface de l'échantillon grâce à une bombe de peinture noire et mise en place de l'échantillon
- Mise en place des moyens de mesures : caméra rapide, interférométrie laser, éclairages

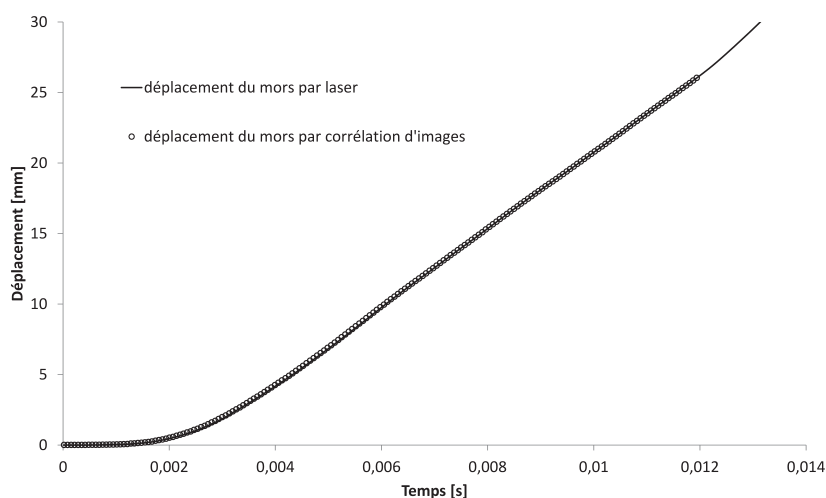


FIGURE 3.13 – Mesures du déplacement du mors mobile grâce à deux moyens différents et indépendants. On montre ainsi que les deux moyens de mesures indépendants donnent les mêmes résultats, ce qui valide la conception du banc de traction rapide.

- Réglage du point d’aplomb du mors mobile. Le contact entre les marteaux et les ressorts doit se faire à l’aplomb de l’axe de rotation des marteaux (voir figure 3.7) pour avoir un contact plan.
- Démarrage du logiciel de la caméra pour le réglage et la mise au point de l’optique de caméra utilisée ainsi que l’éclairage.
- Mise en acquisition du logiciel de la caméra rapide (Phantom Camera Control PCC)
- Les marteaux peuvent être lâchés suite au réglage de la hauteur de chute.
- La mesure de jauges se déclenche sur un front montant de déformation dans la première jauge. La caméra se déclenche manuellement après l’essai en prenant soin de bien enregistrer les images avant le déclenchement.

La réalisation des essais donne donc des signaux de vitesses et des signaux de force à l’interface échantillon-barre grâce à l’utilisation du logiciel *Emilie* [Bussac et al. 2002] en plus du signal de l’interféromètre laser.

La figure 3.14 montre un signal de force issu du signal de déformation acquis durant l’essai grâce aux jauges de déformation collées sur la barre de Hopkinson. On remarque une montée très linéaire de 2 à 4 ms ; la force décroît ensuite. Le point de rupture est facilement détectable

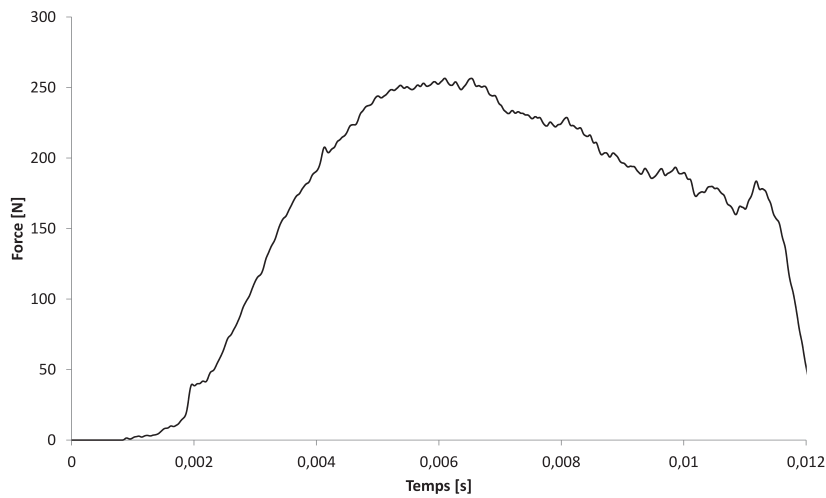


FIGURE 3.14 – Force en fonction du temps obtenu pour un essai de TUD à 375 mm de chute libre, soit une vitesse d’impact de 2.7 m/s.

puisque la force décroît anormalement aux alentours de 11 ms. La figure 3.15 montre trois courbes différentes de vitesse : la vitesse du mors mobile mesurée par le laser, la vitesse du mors côté barre obtenue via Emilie et la différence des deux (delta v). L’allongement tracé sur cette même courbe est obtenu par intégration temporelle de delta v ($u(t) = \int_0^t \Delta v(t) dt$) obtenu lors d’un essai mené avec une hauteur de chute de 375 mm, soit une vitesse d’impact de 2.7 m/s.

L’analyse par corrélation d’images numériques donne accès aux champs de déformation dans l’échantillon étudié. La mesure des déformations se fait donc dans la section utile là où la localisation de la déformation puis la rupture apparaît. Nous mesurons alors la déformation longitudinale ainsi que la déformation transversale de cette section utile. La figure 3.16 montre le résultat d’une analyse CIN menée sur un essai de traction rapide à 2.7 m/s. Une vitesse de déformation corrigée peut donc être identifiée. La contrainte vraie (voir figures 3.17 et 3.18) se calcule par le rapport entre la force mesurée et la section mesurée par corrélation d’images numériques.

L’emploi de la CIN est aussi intéressant, dans ce cas, pour valider le calcul de la contrainte obtenue par l’hypothèse de déformation à volume constant (nous reparlerons de cette validation plus tard dans ce chapitre). Pour vérifier l’homogénéité de la contrainte sur la longueur utile de l’éprouvette, cette méthode est appliquée à toutes les sections représentées par les différentes

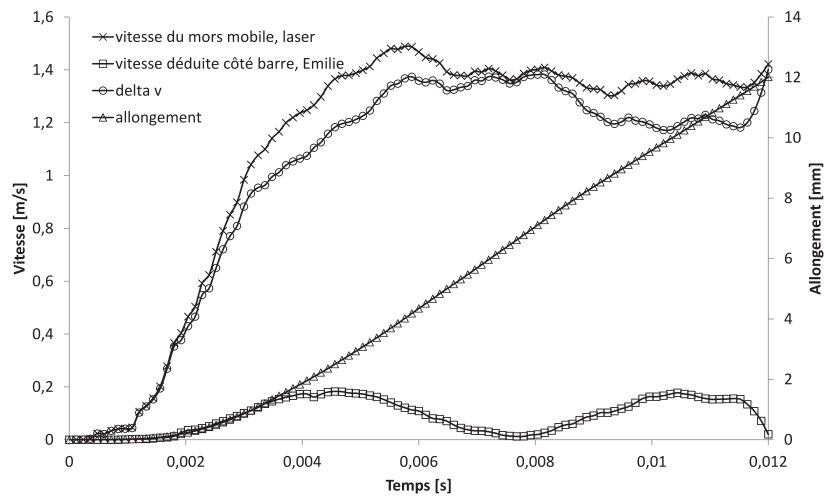


FIGURE 3.15 – Graphique des déplacements et vitesses en fonction du temps obtenu pour un essai de TUD à 375 mm de chute libre, soit une vitesse d'impact de 2.7 m/s. Delta v est la différence des signaux de vitesses obtenus par le laser et par la barre de Hopkinson.

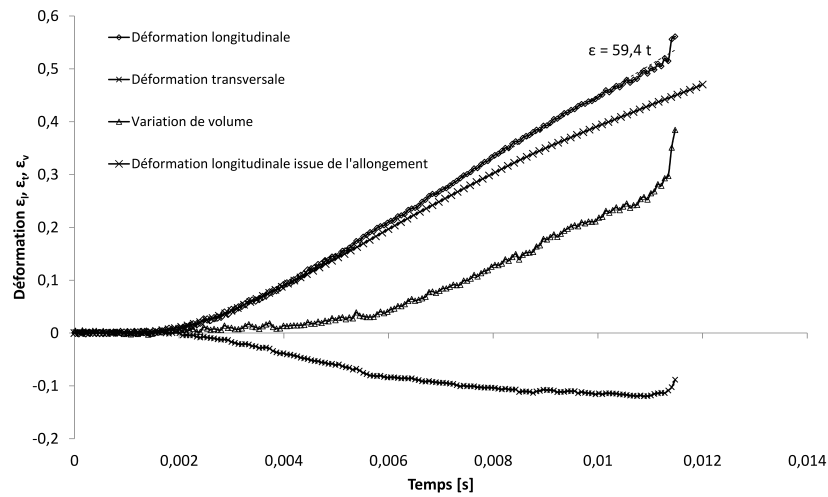


FIGURE 3.16 – Résultat d'analyse CIN menée sur un essai de TUD à 2.7 m/s. Les déformations sont tracées à la section où la rupture apparaît.

3.2. Caractérisation en traction rapide

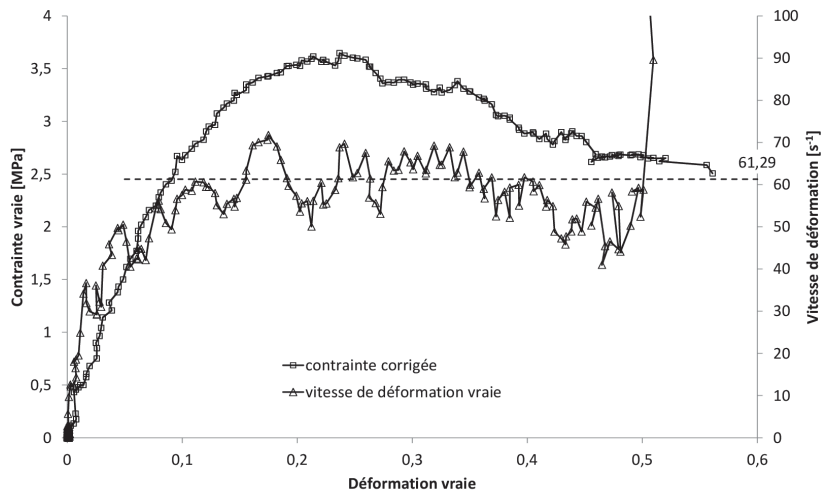


FIGURE 3.17 – Courbe contrainte vraie-déformation vraie (mesurée par CIN) issue d'un essai de TUD à 2.7 m/s.

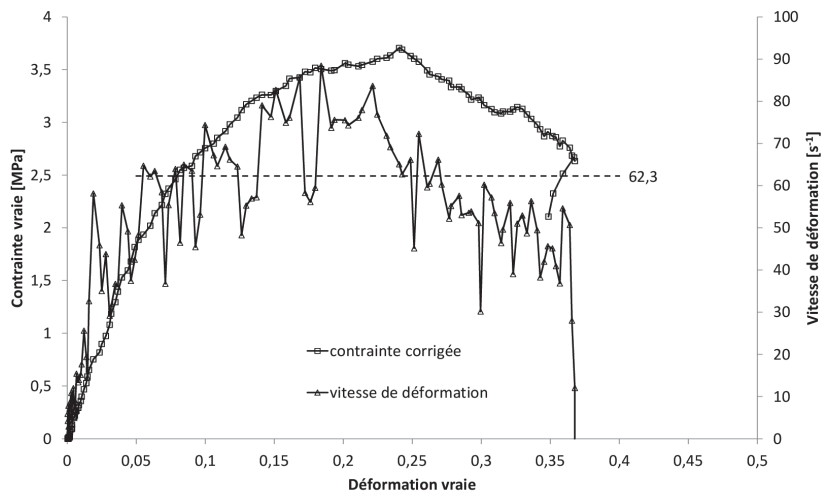


FIGURE 3.18 – Courbe contrainte vraie-déformation vraie (mesurée par CIN) issue d'un essai de TUD à 3.7 m/s.

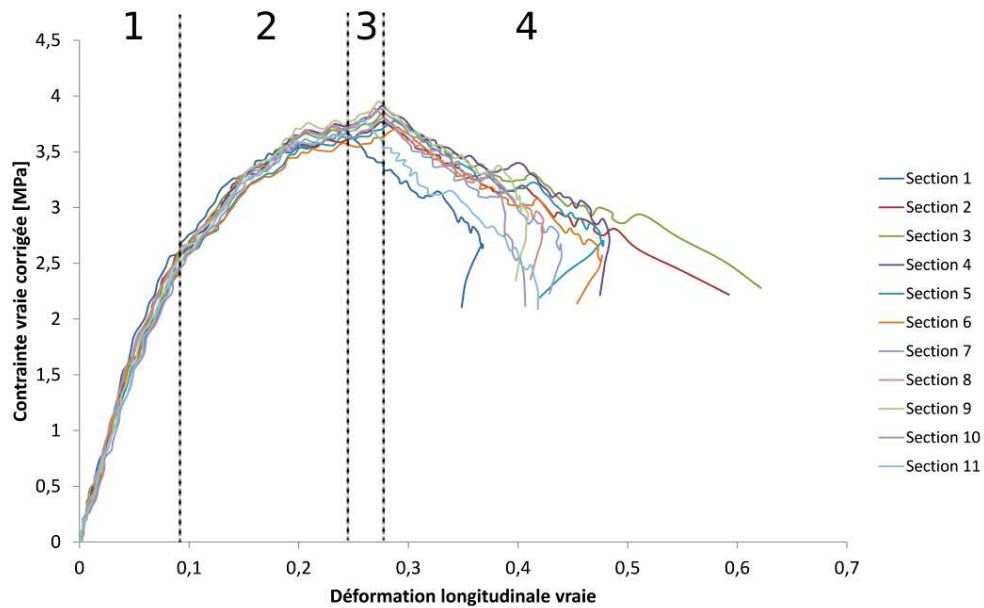


FIGURE 3.19 – Courbes de la contrainte corrigée en fonction de la déformation locale vraie issues d'un essai de traction rapide mené à une vitesse d'impact de $3,7 \text{ m/s}$. La contrainte est corrigée par la variation de section mesurée par CIN et la déformation longitudinale locale est directement mesurée par CIN.

zones d'intérêts de la corrélation d'images. La figure 3.19 montre les courbes de contraintes corrigées en fonction de la déformation locale longitudinale (voir figure 3.20). On remarque que les courbes sont très rapprochées les unes des autres. On distingue 4 phases (voir figure 3.19) :

1. La contrainte évolue dans un premier temps linéairement. La contrainte est homogène sur toutes les sections montrées.
2. Le comportement devient non-linéaire mais la déformation transversale reste homogène sur la longueur utile de l'éprouvette.
3. Les courbes de la contrainte au niveau des section 1 et 11 divergent un peu avant le pic de contrainte. On montre que la déformation dans les têtes d'éprouvette est non négligeable (voir section 1 et 11), ce qui implique qu'il est nécessaire d'appliquer de la corrélation d'image sur ce type de matériau pour corriger l'allongement (ou la déformation) comme le montre la figure 3.16.
4. Après le pic de contrainte, elle est toujours homogène sur les sections numérotées de 2 à 10. La contrainte n'est plus homogène lorsque la localisation de déformation (striction)

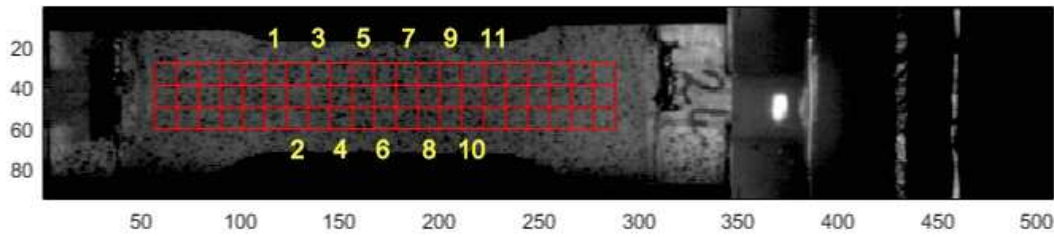


FIGURE 3.20 – Photographie d’une éprouvette de traction rapide. Les différentes sections numérotées font référence aux courbes de contrainte-déformation de la figure 3.19.

Vitesse d’impact [m/s]	Temps caractéristique [s]	Module tangent [MPa]	Contrainte vraie maximale [MPa]	Vitesse de déformation mesurée [s^{-1}]
2	0.0134	31.5	3.5	41
2	0.0160	28	3.25	40
3.7	0.0078	23.7	3.57	92
2.7	0.0098	30.7	3.18	51
3.7	0.0082	37.2	3.69	77
2	0.0157	24.5	3.3	34
2.7	0.0104	26	3.4	61
3.7	0.0083	25.4	3.62	90
2.7	0.0102	27.9	3.65	61

TABLEAU 3.1 – Récapitulatif des essais de traction uniaxiale rapide de la campagne de caractérisation. Le temps caractéristique des essais nous permet d’inclure les points de TUD aux courbes maîtresses.

apparaît sur les sections 2 et 3. On constate aussi qu’en fin de courbe, ces deux sections montrent une forte augmentation de la déformation (voir figure 3.19) : la rupture a lieu.

Le tableau 3.1 donne les paramètres expérimentaux, la vitesse d’impact théorique ($\sqrt{2gh}$), le temps de sollicitation (défini par le temps jusqu’à la contrainte maximale tel qu’introduit dans l’étude bibliographique), le module tangent mesuré à l’origine et sur les premiers 5% de déformation, la contrainte vraie maximale mesurée ainsi que la vitesse de déformation calculée par les signaux de déformation obtenus par corrélation d’images numériques.

Les fréquences d’acquisition de mesures des jauges et de la caméra sont différentes et les enregistrements sont indépendamment réalisés (par deux matériels différents). Celle de la caméra est réglée au plus haut possible, selon un compromis entre résolution et fréquence d’acquisition, à 10 kfps . Celle des jauges est réglée à 1 MHz . La synchronisation des deux signaux de déplacement se fait ensuite par une translation horizontale d’un des deux signaux (généralement celui issu de la caméra), connaissant la fréquence d’acquisition caméra. Cette opération permet de recalibrer la base de temps.

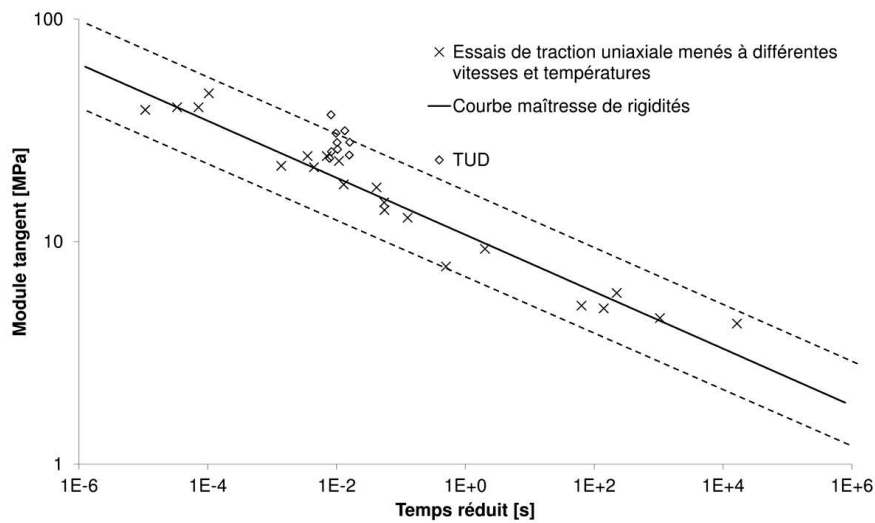


FIGURE 3.21 – Courbe maîtresse de rigidités alimentée par les essais de traction quasi-statiques, à laquelle ont été ajoutés les résultats de traction uniaxiale rapide.

Au vu de la figure 3.17, la vitesse de déformation peut être considérée constante. Grâce à la mesure du temps caractéristique de l'essai, il est possible de comparer ces essais aux différentes courbes maîtresses. La figure 3.21 montre la courbe maîtresse du module tangent à laquelle les points de traction rapide ont été ajoutés. Grâce à l'ajout de barres d'erreur, il est possible de conclure que les modules mesurés en traction rapide correspondaient, une fois exprimés en fonction du temps réduit, aux modules mesurés en traction uniaxiale quasi-statique. En effet, les points de mesures sont trop proches de la courbe maîtresse, dans un gabarit englobant les résultats d'essais, et il faudrait considérablement alimenter cette courbe maîtresse pour identifier si la vitesse de déformation agit, de façon supplémentaire à la viscoélasticité, sur le module tangent du matériau. La figure 3.22 montre la courbe maîtresse de capacités (contraintes maximales) du matériau d'étude. On montre ainsi qu'un facteur d'augmentation dynamique est visible à ces temps caractéristiques qui correspondent à un régime dynamique modéré. Grâce à la très faible dispersion des points obtenus lors des essais de traction rapide, on note que ce facteur est de 1.55 pour un temps caractéristique de 10 ms. Pour rappel, tous les essais de traction uniaxiale utilisés pour l'élaboration de la courbe maîtresse de capacités ont été dépouillés de la même manière : la contrainte calculée est toujours une contrainte corrigée par analyses CIN, la déformation longitudinale ainsi que transversale étant toujours issues d'analyses CIN.

Pour finir, il est apparu lors de ces essais de traction rapide, que l'éprouvette rompait non plus en 2 morceaux, mais en trois (voir figure 3.23). Ce phénomène peut s'expliquer par :

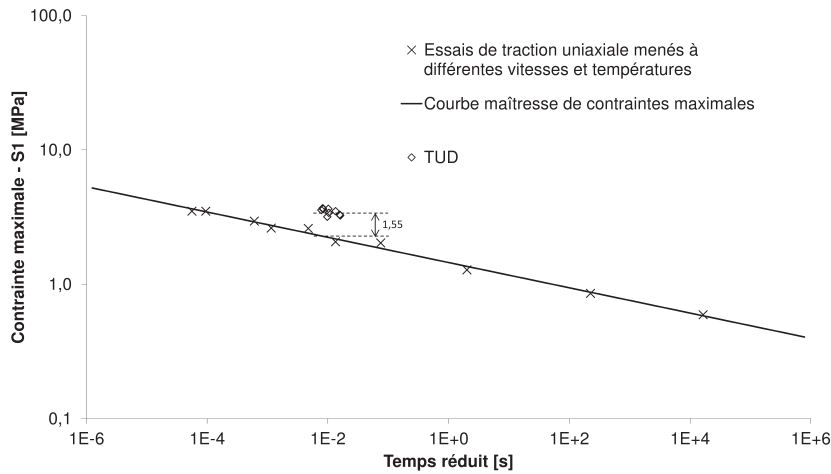


FIGURE 3.22 – Courbe maîtresse de capacités du matériau alimentée par les essais expérimentaux de traction quasi-statiques à laquelle ont été ajoutés les résultats de traction rapide. On note que les points acquis lors d’essais de TUD ne sont plus dans le bruit de mesures. Donc l’équivalence temps-température ne fonctionne pas jusqu’à cette gamme de temps.

- l’amorce de défaut en plusieurs endroits simultanément : multi-fissuration (ou fragmentation).
- la génération d’une onde plastique qui parcourt l’échantillon à une vitesse inférieure à la vitesse des ondes longitudinales, pouvant causer ce phénomène de plans de rupture multiples.

Cependant, ce résultat est à prendre avec un certain recul puisqu’il est vrai qu’une fois l’éprouvette fragilisée par une fissure, l’état de contrainte vu par le reste de l’éprouvette n’est plus uni-axial. Toutefois, il serait maintenant utile d’approfondir ces pistes dans un but d’amélioration du modèle numérique. Dans le but d’étudier le développement d’un réseau de microfissure sous impact, il a été proposé par le *Laboratoire 3SR* d’adapter un essai existant nommé impact sur la tranche.

3.3 Conclusion

Des essais de compression quasi-cédométrique dynamique aux barres de Hopkinson ont été réalisés pour l’étude du comportement déviatorique du matériau. Dans cet essai de compression, une cellule de confinement est employée pour exercer un confinement passif sur le matériau. Grâce à l’emploi de jauges de déformation, collées sur la cellule de manière à mesurer la déformation or-

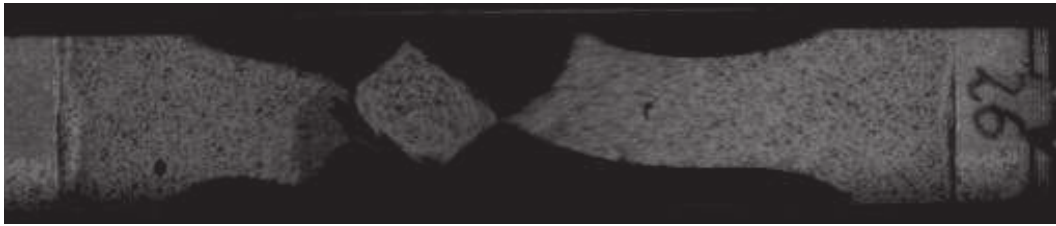


FIGURE 3.23 – Image issue d’un essai de traction rapide. Illustration de l’amorçage de rupture en plusieurs endroits.

thoradiale durant l’essai, la contrainte radiale dans l’échantillon peut être identifié par les niveaux de déformation dans les barres couplés aux niveaux de déformations orthoradiales externes de la cellule. Grâce à la simulation numérique, la contrainte radiale ainsi que la déformation radiale de l’échantillon peuvent être connues. La contrainte déviatorique étant définie par la différence de la contrainte axiale et radiale, il est alors possible de tracer l’évolution du déviateur en fonction de la déformation axiale de l’échantillon. Il s’est avéré que le déviateur, trop faible devant les contraintes axiales et radiales, permettait de déduire que le matériau se comporte vraisemblablement comme un fluide (incompressibilité). Ces essais ont donc permis l’identification d’une valeur de module de compressibilité en traçant la fonction $p = f(\varepsilon_{volumique})$. En d’autres termes, l’essai a permis l’étude du module de compressibilité à de très hautes vitesses de déformation. Cependant, cette valeur de module étant éloignée de la valeur identifiée en quasi-statique, il n’est pas possible de conclure sur la constance du module de compressibilité avec la vitesse de déformation.

Un nouveau moyen de traction rapide adapté à l’étude du comportement mécanique du matériau d’étude a été développé durant cette thèse. Ce montage expérimental consiste en la mise en traction d’un échantillon grâce à l’énergie cinétique d’un marteau soumis à une chute libre. L’échantillon étant tenu, à une extrémité par un mors mobile sur glissière et à l’autre extrémité par une barre de Hopkinson de grande longueur, il est possible de remonter au comportement mécanique par la mesure de vitesses à la tête et au pied de l’échantillon ainsi que grâce à la mesure de la force axiale dans la barre de Hopkinson. Ces données sont accessibles par la mise en place de jauges de déformation sur la barre de Hopkinson ainsi que par la mesure de vitesse matérielle du mors mobile par interférométrie laser. Ces essais expérimentaux de traction rapide ont permis de montrer que la contrainte maximale était plus élevée que celle extrapolée par l’équivalence temps-température. Pour cette raison, le modèle HRVM pourra être modifié en conséquence.

Chapitre 4

Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

Sommaire

4.1 Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles	91
4.2 Tomographie RX et reconstruction 3D	100
4.3 Analyses quantitatives post-mortem	104
4.4 Analyses par microscopie électronique à balayage	108
4.5 Conclusion	108

L'étude et la caractérisation de l'endommagement d'un matériau peut se faire par plusieurs moyens expérimentaux. Il existe plusieurs manières de transmettre suffisamment d'énergie à un échantillon pour que les champs de contraintes excèdent localement les propriétés à rupture du matériau. Afin d'étudier les phénomènes se produisant sous impact et de quantifier l'endommagement d'un échantillon soumis à de forts niveaux de déformation, un montage expérimental original a été proposé et développé.

L'étude de l'endommagement des propergols solides est déterminante dans la conception des engins propulsés. En effet, il est important de garantir l'intégrité physique du chargement pour un fonctionnement dans un régime nominal [Herder et al. 2003]. Nous avons abordé, dans l'in-

Chapitre 4. Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

roduction, les risques encourus lors de l'utilisation d'engins endommagés. C'est pourquoi les étapes de conception doivent tenir compte du comportement mécanique du matériau. Donc il est nécessaire de comprendre l'évolution de l'endommagement lorsque le matériau est soumis à une sollicitation de cisaillement dynamique.

Pour l'étude de l'endommagement des matériaux plus généralement, [Kendall et Siviour \[2015\]](#) ont utilisé un dispositif expérimental de barres de Hopkinson pour la réalisation d'essais de compression diamétrale. Dans cette configuration, un échantillon cylindrique est positionné tel que son axe est orthogonal à l'axe des barres de Hopkinson pour permettre la visualisation des champs de déformation par imagerie rapide durant l'essai. Le dépouillement de cet essai requiert l'utilisation de caméra rapide ou ultra-rapide et la lecture de la force et des vitesses aux interfaces barres-échantillon se fait via la mesure de déformation dans les barres. Bien que très variable suivant les dimensions du montage expérimental et de l'échantillon, la vitesse de déformation accessible lors de cet essai est d'environ 1000 à 4000 s^{-1} . Une limitation de ce montage est que la surface de l'échantillon en contact avec les barres n'est pas constante pendant l'essai et n'est pas précisément connue pendant l'étape de compression. Pour des matériaux qui admettent de grands niveaux de déformation, le dépouillement de cet essai devient donc difficile. Malgré le manque de données sur le comportement dynamique des matériaux énergétiques, la majorité des travaux sont réalisés grâce à ce montage expérimental de compression dynamique diamétrale [[Kendall et Siviour 2015](#)].

Pour tester le comportement à rupture des matériaux à plus hautes vitesses de déformation, d'autres auteurs ont utilisé des bancs d'expansion sphérique divergente [[Larson 1982](#)], d'impact de plaque [[Meyers et Aimone 1983](#), [Davidson et al. 1996](#), [Antoun et al. 2003](#), [Zinszner 2014](#)] ou encore d'impact laser [[Eliezer et al. 1990](#), [Boustie et Cottet 1991](#), [Fortov et al. 1991](#), [de Rességuier et al. 1997](#)]. Avec de telles techniques expérimentales les vitesses de déformation peuvent atteindre 10^6 voire $10^7 s^{-1}$ mais l'observation *in-situ* devient difficile, même si des vitesses peuvent être enregistrées via interférométrie laser et des images prise via caméra ultra-rapide, et les vitesses de déformation deviennent non représentatives d'un chargement d'impact modéré comme lors d'une chute par exemple.

Le *Laboratoire 3SR* a proposé un essai de poinçonnement dynamique par impact sur la tranche afin de se positionner dans le cadre fixé par *Ariane Group* :

- un cisaillement sévère localisé dans l'échantillon
- de grand niveaux de déformation atteignant plusieurs centaines de pourcents localement
- des vitesses de déformation représentatives des conditions d'une sollicitation dynamique

4.1. Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

modérée

— la possibilité de visualiser l'essai par imagerie rapide ou ultra-rapide

Dans ce chapitre, nous allons présenter un moyen expérimental développé et adapté pour caractériser l'endommagement des matériaux admettant de larges niveaux de déformation comme les propergols solides. Le principe de cet essai est schématisé sur la figure 4.1. En se basant sur le montage d'impact sur la tranche utilisé par Hornemann et al. [1984], Riou et al. [1998], Denoual et Hild [2000 2002], Straßburger [2004], Forquin et Hild [2010], Forquin et Erzar [2010], Forquin et Ando [2017], une configuration originale de l'essai d'impact sur la tranche a été développée pour permettre un chargement mécanique intense de type poinçonnement. D'autre part, Forquin et al. [2003] ont employé un système de sarcophage dans le but de maîtriser la déformation hors-plan de l'échantillon et aussi de maintenir en place les fragments créés lors de la sollicitation d'impact. Grange et al. [2008] ont employé un système de confinement dit *wave-trap* pour limiter l'endommagement dû aux perturbations d'ondes générées par la recombinaison d'ondes transversales lors de l'essai.

4.1 Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

Un dimensionnement numérique des conditions d'essai et de la géométrie de la cible en MRP a montré qu'il était possible d'atteindre localement de très grands niveaux de déformation (de l'ordre de 180%). La modélisation de chacune des pièces du modèle ainsi que le modèle numérique lui même sont montrés à la figure 4.2 et au tableau 4.1.

Pour ce faire, un impacteur réalisé dans un acier à haute limite d'élasticité est lancé à une vitesse de 20 m/s . L'impacteur est de 30 cm de long pour un diamètre de 10 mm . De plus, des sabots en téflon ont été usinés pour minimiser le frottement entre le projectile et l'intérieur du canon et pour ramener le diamètre du projectile à celui du canon (20 mm). Des cibles de forme parallélépipédique (quasi-2D) d'épaisseur 10 mm et de côtés $100 \times 50\text{ mm}^2$ ont donc été usinées en MRP pour permettre la mise en œuvre d'un moyen d'imagerie ultra-rapide et pour mener des analyses par corrélation d'images.

Le principe du montage expérimental d'impact sur la tranche (EOI pour *Edge-On Impact*) est montré sur la figure 4.1. Le *Laboratoire 3SR* dispose d'un montage de ce type muni d'un canon à

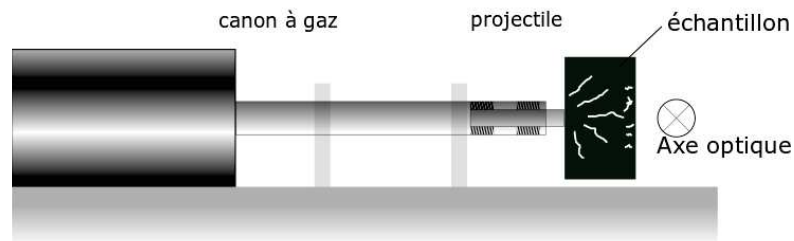


FIGURE 4.1 – Schématisation du principe de l'essai d'impact sur la tranche. L'échantillon est positionné de sorte à être impacté sur sa tranche. La profondeur de pénétration est alors une mesure intéressante pour une validation de loi de comportement endommageable utilisée dans la simulation numérique.

gaz et d'un caisson de récupération. Un impacteur de longueur dimensionnée par simulation numérique, impacte un échantillon pour produire une quantité d'endommagement non négligeable, que l'on peut visualiser par caméra rapide, c'est à dire en imposant que l'endommagement soit dans le plan.

Le matériau est quasi-incompressible à l'état sain. De ce fait, lorsqu'il est impacté par un projectile rigide, le matériau cible aura tendance à se déformer latéralement, ce qu'il faut absolument éviter pour l'acquisition d'une séquence d'images en déformation plane. Pour pallier ce problème, un sarcophage a été dimensionné et réalisé suivant deux principales règles :

- le confinement doit être transparent pour permettre la visualisation par caméra ultra-rapide,
- il doit être suffisamment robuste et rigide pour éviter les déplacements hors-plan.

Une série de simulations numériques a donc été menée pour identifier l'épaisseur de confinement latéral nécessaire. Le modèle numérique utilisé pour cette étape de dimensionnement est montré sur la figure 4.2. Le modèle numérique est muni de deux symétries pour diminuer le temps de calcul. Pour faciliter la simulation ultérieure de cet essai, une plaque intermédiaire d'impact a été intercalée entre l'impacteur cylindrique et l'éprouvette dans le but de limiter les discontinuités de déformation dans l'éprouvette au cours de la pénétration de l'impacteur. Les

4.1. Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

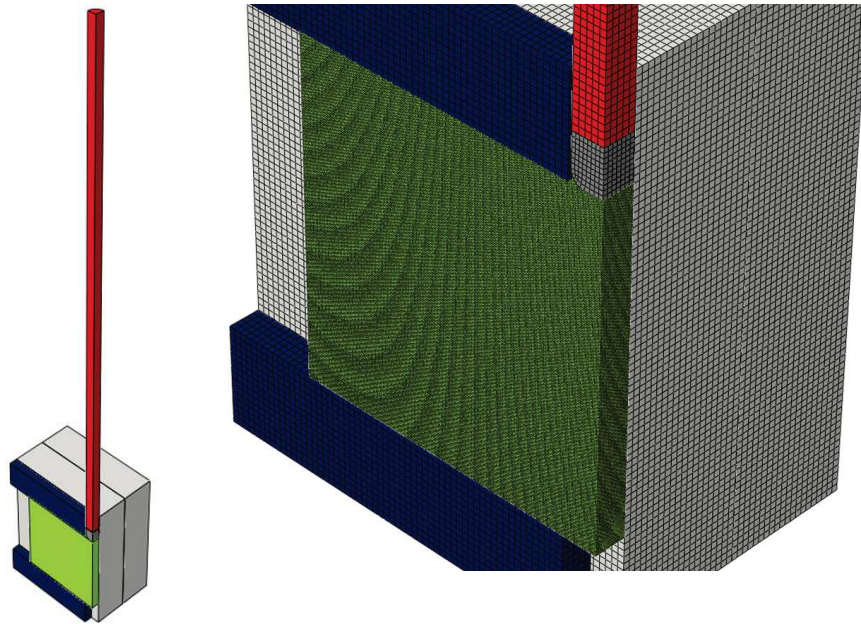


FIGURE 4.2 – Modèle numérique employé pour effectuer l'étape de dimensionnement. Deux conditions limites de symétries sont employées. Eléments de type C3D8R. Le rayon de l'impacteur est de 5 mm , l'épaisseur totale de confinement est de 40 mm et la hauteur de l'échantillon est de 50 mm .

lois de comportement employées sont des modèles élasto-plastiques parfaits dont les paramètres sont récapitulés dans le tableau 4.1. Les valeurs qui y sont mentionnées sont issues des catalogues matériaux des fournisseurs et les propriétés mécaniques du MRP sont issues des retours d'expériences acquis par *Ariane Group* et de travaux non publiés. On note que les contraintes de Mises, pour les différentes simulations où une seule épaisseur de confinement est employée, sont très élevées devant les capacités maximales des matériaux ; il a donc fallu réitérer les calculs en augmentant l'épaisseur du confinement.

Pour limiter les déplacements hors-plan et minimiser la contrainte dans les plaques de confinement, une simulation numérique a été menée pour montrer le comportement du dispositif lorsque deux épaisseurs de confinement latéral sont utilisées. La simulation numérique montre que les niveaux de déformation sont concentrés sur la zone impactée et que les déplacements hors-plan restent inférieurs à 0.25 mm . La figure 4.4 montre une coupe transversale du modèle numérique et confirme l'utilisation de deux épaisseurs de confinements (la contrainte sur le confinement est inférieure à 20 MPa).

Chapitre 4. Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

Composant	Couleur	Module d'Young [MPa]	Contrainte d'écoulement plastique [MPa]
MRP	vert	30	30
Polyéthylène	bleu	3×10^3	3
Polycarbonate-choc	blanc	5×10^3	20
Aluminium	gris	70×10^3	275
Acier	rouge	210×10^3	780

TABLEAU 4.1 – Récapitulatif des propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans les simulations numériques grâce à des modèles élasto-plastiques parfaits. Voir figure 4.2.

Numéro de simulation	Vitesse d'impact [m/s]	Épaisseur de confinement [mm]	Déplacement hors-plan obtenu [mm]	Contrainte de Mises sur le confinement [MPa]
1	20	5	1.2	35
2	20	10	0.46	20
3	20	20	0.23	13
4	30	5	1.28	35
5	30	10	0.66	25
6	30	20	0.33	20

TABLEAU 4.2 – Liste des simulations numériques réalisées grâce à Abaqus/*Explicit* pour le dimensionnement du confinement en polycarbonate-choc (PC-choc). On note que les contraintes de Mises données sont très élevées devant la contrainte maximale du polycarbonate choc, une contre-mesure doit être prise, par exemple l'emploi de 2 épaisseurs de confinement. Les mesures sont faites au temps où la force de l'impacteur sur la cible est maximale (voir figure 4.3).

4.1. Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

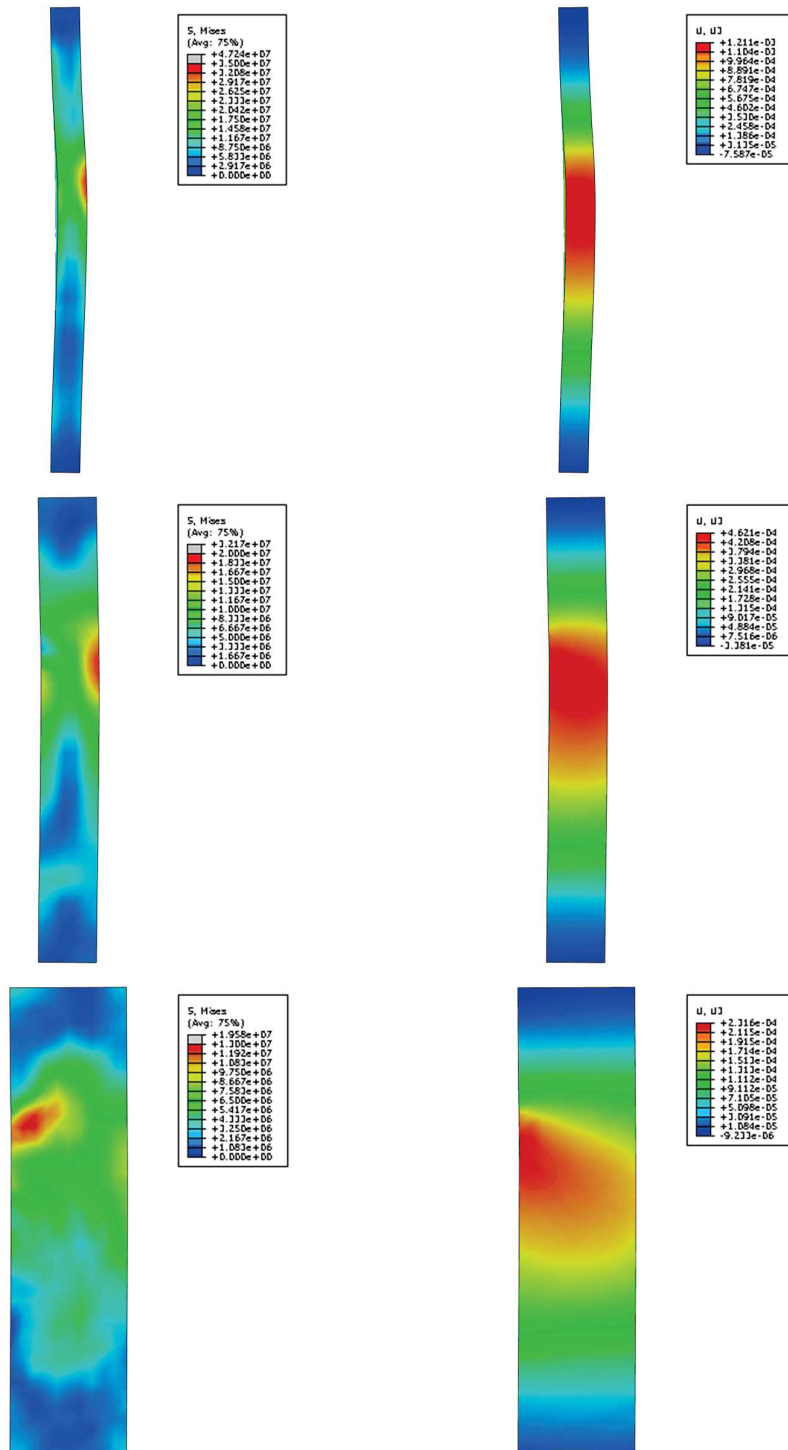


FIGURE 4.3 – Coupes transverses des plaques de confinement. Résultats de simulations numériques pour le dimensionnement de l'épaisseur de confinement. Le confinement est isolé, le point d'impact est en haut. Pour des épaisseurs de confinement de haut en bas de 5, 10 et 20 mm impact à 20 m/s. A gauche, cartographie de contrainte de Mises et à droite, cartographie du déplacement hors plan.

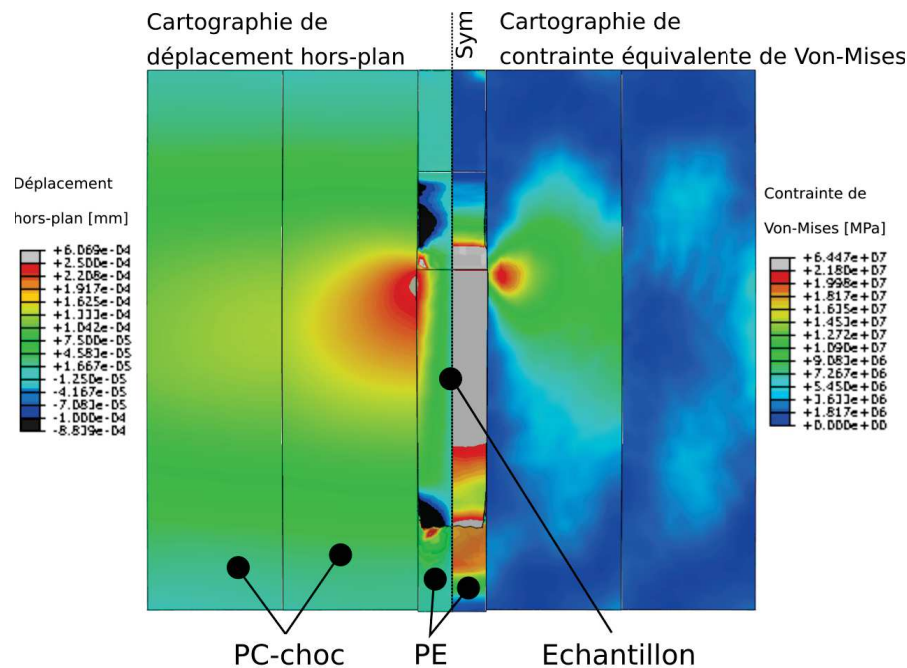


FIGURE 4.4 – Coupe transverse du modèle numérique lors du poignonnement de l'échantillon lorsque confiné par deux épaisseurs de 20 mm en polycarbonate-choc. Au maximum de la force de l'impacteur sur l'échantillon, les déplacements hors-plan de l'échantillon restent inférieurs à 0.25 mm. La contrainte équivalente de Mises dans les épaisseurs de confinement est inférieure à 20 MPa.

Comme il s'agit de simulations de dimensionnement du montage expérimental, il n'est pas prévu de valider ces simulations par des données expérimentales ni d'étude de sensibilité au maillage qui ne serait pas adapté à notre besoin dans ce cas de figure. Cependant, il peut être envisagé d'employer ces essais expérimentaux pour la validation d'un loi de comportement endommageable.

Le dessin d'ensemble du dispositif retenu est montré à la figure 4.5. Le dispositif sert au maintien de l'échantillon pendant la phase d'impact. Ainsi l'enregistrement vidéo pourra être réalisé dans les conditions optimales et permettra aussi la récupération des échantillons impactés en vue de réaliser des analyses post-mortem des échantillons.

Des essais préliminaires ont été réalisés pour identifier la pression du canon à air comprimé permettant d'atteindre la vitesse d'impact souhaitée. Cette vitesse est mesurée par des barrières

4.1. Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

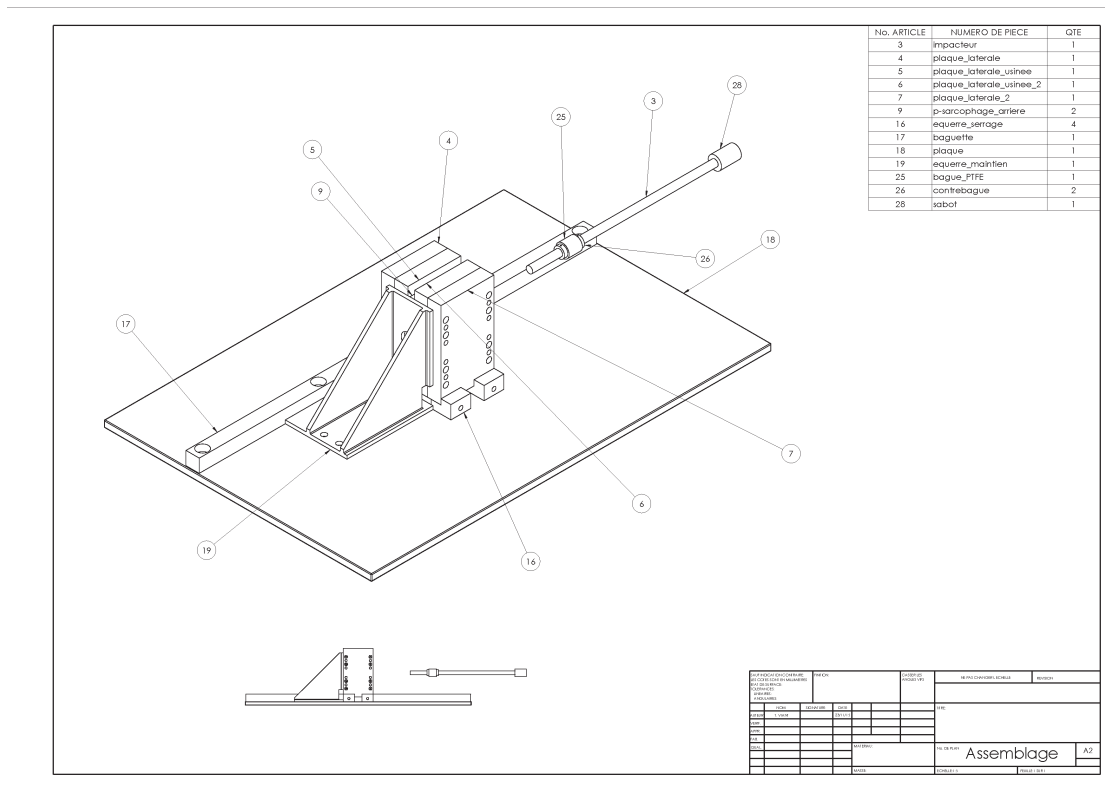


FIGURE 4.5 – Plan d'ensemble du dispositif d'impact sur la tranche. L'échantillon est maintenu rigidement par des liens pour éviter tous déplacements dans le repère spatio-temporel. Les déplacements de corps rigides peuvent être annulés par post-traitement des images, par contre les déplacements hors-plan doivent à tout prix être évités afin d'enregistrer des images de bonne qualité.

optiques positionnées à la sortie du canon. Des essais d'impact sur la tranche ont donc été réalisés à 20 et 30 m/s en réglant respectivement la pression dans la chambre à air du canon à 0.4 et 1 bar avec le même impacteur, d'une masse de 183 g .

Plusieurs mesures sont réalisées pendant les essais. La vitesse en face arrière de l'échantillon est acquise par interférométrie laser afin de déclencher la caméra ultra-rapide positionnée à 400 mm de la face $50 \times 100 \text{ mm}^2$ de l'échantillon ; ces informations peuvent aussi être comparées à la simulation numérique lors de la validation d'un modèle. Comme le temps d'essais est très long (typiquement 2 ms) par rapport au temps d'essai mené sur matériau fragile (quelques μs), le temps inter-image est réglé sur 100 $kfps$. En effet, la caméra ultra-rapide Kirana dispose d'une mémoire ne pouvant enregistrer que 180 $images$ au total. D'autre part, le déclenchement de la caméra est réalisé en front montant lorsque la vitesse en face arrière atteint 1 m/s après enregistrement de 40 $images$, ce qui se traduit par l'obtention de 40 images avant le déclenchement et

Chapitre 4. Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

N° d'essai	Vitesse d'impact [m/s]	Profondeur de pénétration [mm]	Vitesse en face arrière maximale [m/s]
1	20.45	10.9	5.09
2	30.8	20.4	7.22
3	30.48	23	7.22
4	31.17	24.6	7.04
5	31.17	19.4	6.97

TABLEAU 4.3 – Essais expérimentaux réalisés, conditions d'essai et résultats.

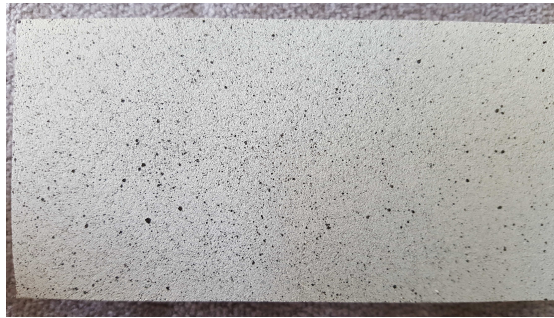


FIGURE 4.6 – Photographie d'un échantillon revêtu d'un mouchetis réalisé à la bombe de peinture. Une très fine sous-couche blanche est appliquée pour maximiser le contraste.

140 après.

Le tableau 4.3 montre les différents essais réalisés, la vitesse d'impact correspondante ainsi que la profondeur de pénétration observée par traitement des images obtenues et la vitesse en face arrière maximale acquise par interférométrie laser. Ces résultats pourront servir à valider un modèle numérique.

Un mouchetis a été imprimé sur une face de l'échantillon pour pouvoir mener des analyses de corrélation d'images et remonter aux champs de déformations. La photographie d'un échantillon est visible sur la figure 4.6.

Les images enregistrées par caméra nous permettent de remonter à plusieurs informations. Premièrement, le suivi de l'impacteur nous donne accès à la profondeur de pénétration, puis par dérivation la vitesse puis l'accélération sont accessibles. Comme la masse de l'impacteur est connue (183 g), la force de l'impacteur sur l'échantillon peut être estimée en supposant que l'impacteur se comporte en solide rigide. En effet, le temps d'aller-retour d'onde dans l'impacteur est suffisamment faible devant le temps de chargement ($t_{\text{chargement}} \approx 1\text{ms}$ et $t_{\text{aller-retour d'onde}} = \frac{2L_{\text{projectile}}}{c_0} \approx \frac{2 \times 300}{5} = 120\mu\text{s}$). La figure 4.8 montre l'avancée du projectile

4.1. Montage expérimental d'impact sur la tranche adapté aux matériaux ductiles

en fonction du temps ainsi que la force de l'impacteur appliquée sur la cible. Deuxièmement, les analyses par corrélation d'images menées grâce au logiciel *Correli* nous permettent de remonter aux champs de déformation à la surface de la zone observée.

Le matériau, étant quasi-incompressible, va avoir tendance à s'écouler dans la direction perpendiculaire à la direction d'impact, cette direction étant la seule direction possible d'écoulement car l'échantillon est non-confiné dans cette direction. Mais les déplacements hors plan du matériau, même minimes, entraînent du frottement contre les plaques de confinement latéral, ce qui entraîne la création de fines rayures sur le PC-choc, le MRP étant abrasif. Ces rayures (voir figure 4.7), bien que non souhaitées, permettent de suivre qualitativement les déplacements de la matière pendant l'essai.

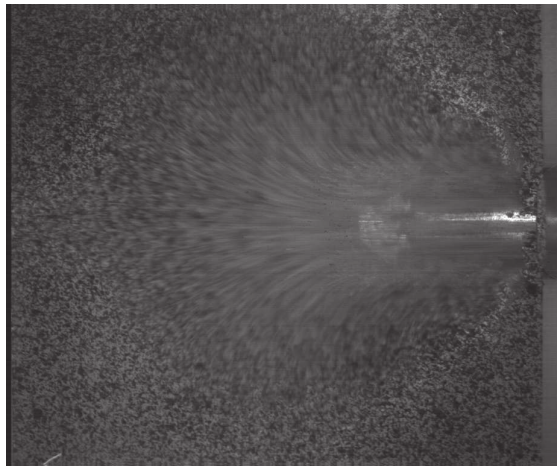


FIGURE 4.7 – Essai d'impact sur la tranche réalisé sur MRP à 30 m/s , 1.2 ms après impact. Image brute tirée de l'enregistrement par caméra ultra-rapide. le point d'impact est situé au milieu à droite de l'image.

La corrélation d'images ne fonctionne pas en traitant les images entières, les niveaux de déformation sont trop importants. Un algorithme de reconstruction a donc été écrit pour traiter les images zone par zone ; chaque zone étant une zone d'intérêt différente à chaque itération. Cet algorithme fait appel au logiciel *Correli* de manière itérative et à chaque fois, la zone d'intérêt peut être modifiée ainsi que les paramètres de corrélation. Par ce moyen, il est possible de reconstruire les champs de déformation sur l'échantillon complet et de suivre les niveaux de déformation au cours de l'essai dans les zones reconstruite (voir figure 4.9). En observant la déformation des zones d'intérêts (voir figure 4.10), on constate que les niveaux de déformation transversale (verticalement sur les images) sont très faibles et que la sollicitation vue par le matériau engendrant sa ruine correspond du cisaillement.

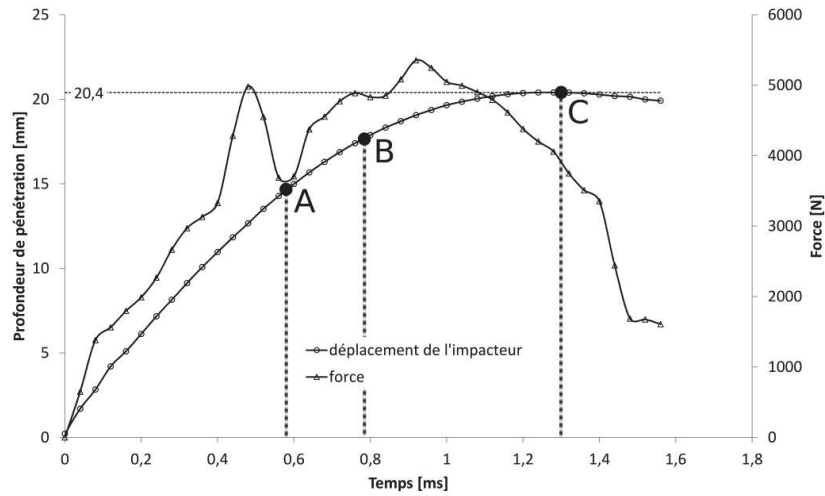


FIGURE 4.8 – Graphique de la profondeur de pénétration de l'impacteur dans le matériau cible ainsi que la force recalculée ($F = m\gamma$) pendant un essai EOI réalisé à 30 m/s .

4.2 Tomographie RX et reconstruction 3D

Les analyses post-mortem des échantillons ont été réalisées par microtomographie RX au *Laboratoire 3SR*. Pour ce faire, les échantillons ont été retirés de leur sarcophage pour relaxer les contraintes résiduelles et ainsi ouvrir les fissures créées. Le tomographe est constitué d'un générateur de RX polychromatique fixe, une table tournante par laquelle on peut exercer une rotation d'un tour complet sur l'échantillon ainsi que d'un détecteur rectangulaire muni de 1536×1920 pixels mesurant chacun $0,127\text{ mm}$ de côté.

Les échantillons sont positionnés au centre de la table tournante à une distance optimale pour obtenir la résolution désirée. Approximativement, 600 radiographies sont prises sur chaque échantillon par pas de $0,6^\circ$. A chaque pas de rotation, 8 images sont prises puis moyennées pour minimiser le bruit. Une fenêtre en laiton est positionnée devant le générateur de RX pour filtrer les rayons de faible énergie, connus pour produire du beam-hardening (vignettage en français) non souhaitable pour les analyses quantitatives.

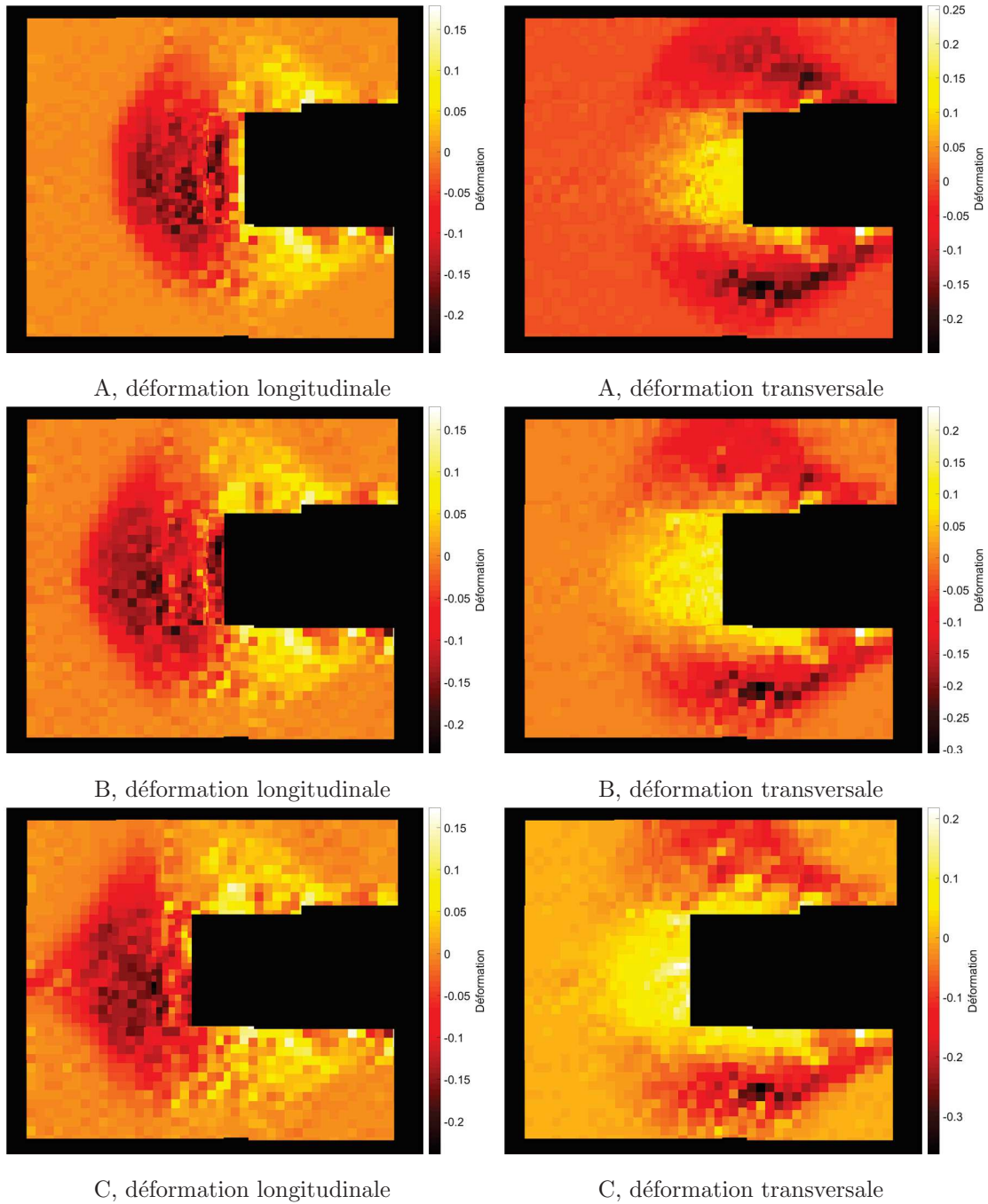


FIGURE 4.9 – Champs de déformation obtenus par corrélation d’images numérique grâce à un algorithme de reconstruction zone par zone à (de haut en bas) $t = 0.57\text{ ms}$, $t = 0.78\text{ ms}$ et $t = 1.28\text{ ms}$ (voir respectivement les points A, B et C sur la figure 4.8). A gauche, déformation dans la direction horizontale, longitudinale et à droite, déformation dans la direction verticale, transversale.

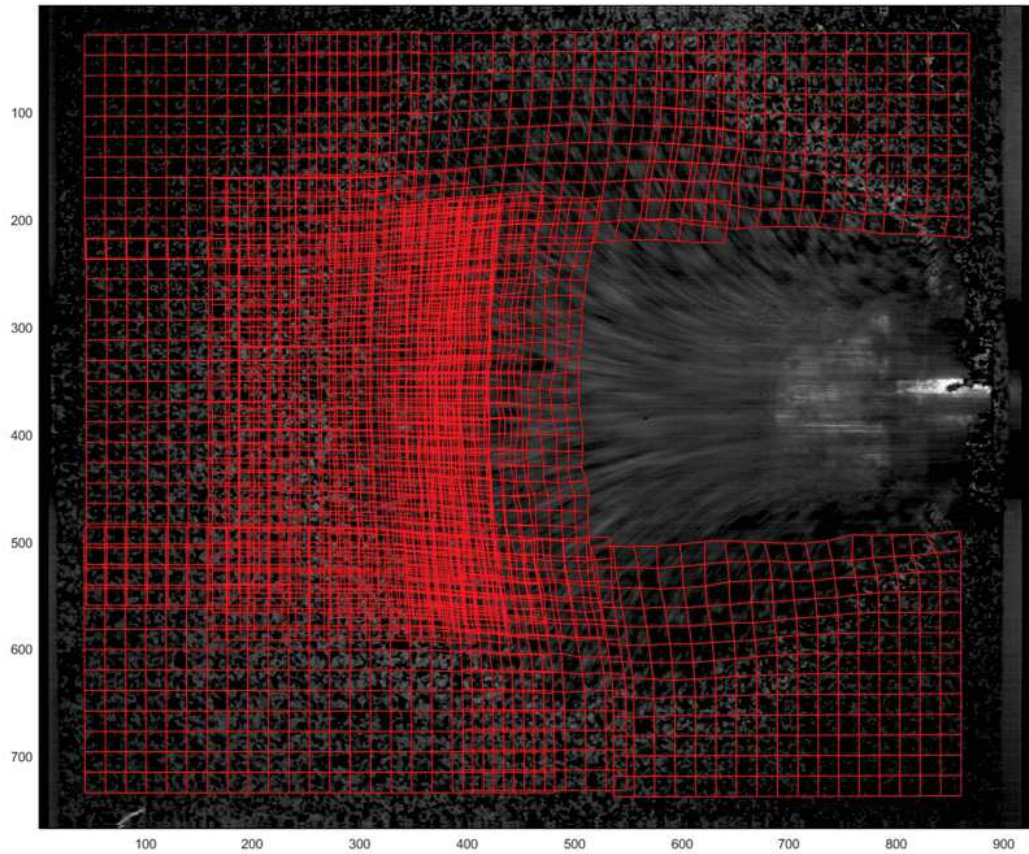


FIGURE 4.10 – Tracé des régions d'intérêt pour plusieurs zones. On constate que la déformation correspond à un champ de cisaillement dans la cible



FIGURE 4.11 – Identification de chaque fragment pour les isoler et pouvoir les analyser séparément [Forquin et Ando 2017].

Une reconstruction 3D est réalisée pour assembler toutes les radiographies dans le but de reformer le volume de l'échantillon. L'utilisation du logiciel Fiji¹ permet de visualiser ce volume en perspective ou dans n'importe quelle direction de coupe.

Cependant, il est très difficile d'analyser quantitativement la microstructure du MRP par rapport aux matériaux classiquement caractérisés par cette méthode. En effet, les travaux de Forquin et Ando [2017] ont permis de révéler les fragments laissés par la sollicitation et ainsi, ils ont pu identifier et analyser les fragments pris séparément pour, par exemple, réaliser une étude statistique de la distribution de taille des fragments. La figure 4.11 montre un résultat de leurs travaux menés sur céramique.

Le MRP n'est pas réellement adapté à ce type d'analyse. En effet, le contraste rendu par les analyses tomographie RX est très faible entre les différentes phases, il est difficile d'observer la limite entre les charges et la matrice polymère voire même plusieurs endroits de la matrice elle-même. De plus, si la résolution spatiale de la tomographie est supérieure à la taille des particules (notamment les particules d'aluminium), il n'est pas possible de mener une quelconque analyse sur ces particules. Pour parvenir à réaliser des analyses quantitatives, il a fallu mener des analyses statistiques sur les niveaux de gris de chacune des phases présentes, à savoir la matrice polymère, les charges ainsi que les pores ou vides. La figure 4.12 montre une analyse statistique sur un échantillon impacté à 30 m/s.

Grâce à cette analyse statistique, il est possible de post-traiter les images issues des analyses par tomographie RX des échantillons impactés ainsi que les échantillons vierges ; la figure 4.13 montre une image "trinarisée". La figure 4.14 montre une image réalisée en confondant les phases denses de la phase vide : une image binaire est créée puis un filtre de couleur est appliqué.

1. <https://fiji.sc/>

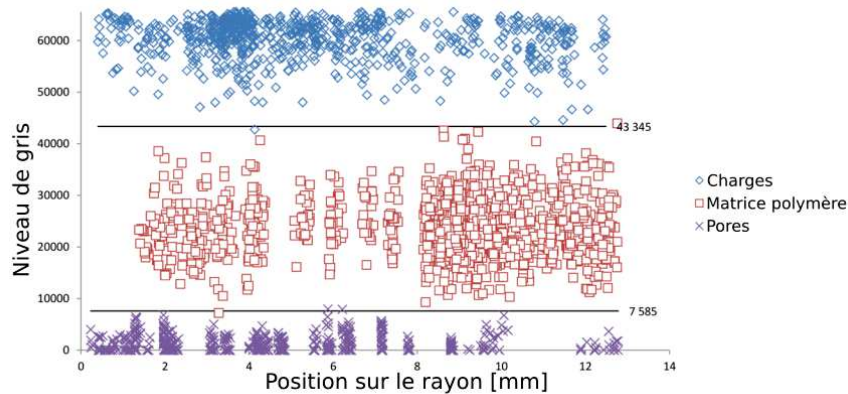


FIGURE 4.12 – Niveaux de gris échantillonnés sur les charges, la matrice polymère et les pores observés sur une reconstruction 3D. Si l'échantillonnage est suffisamment conséquent, il est possible de distinguer une limite entre les niveaux de gris de chacune des phases présentes.

Par ailleurs, on observe que le réseau de fissuration détecté par la tomographie présente une densité de fissures d'autant plus grande que les éléments de matière concernés sont à la surface de l'échantillon et sur le bord de la plaque intermédiaire d'impact (voir pièce grise sur figure 4.2). Ce résultat est évidemment cohérent puisque le niveau et l'intensité du cisaillement imposé à la matière est d'autant plus grand que l'on se situe sur le bords de la plaque intermédiaire d'impact.

4.3 Analyses quantitatives post-mortem

Comme il a été indiqué dès l'introduction de cette thèse, l'analyse mécanique proposée a pour objectif d'identifier les modes de sollicitation impliquant la fragmentation du matériau, cette fragmentation étant un facteur de modification des conditions de combustion des propergols solides.

Un algorithme de quantification de surface a été écrit pour élaborer un nouveau moyen d'estimation de la *survitesse* de combustion dont il a été question dans l'introduction de ce manuscrit. Pour rappel, le chargement (la masse de propergol solide embarquée) est dimensionnée pour que l'ensemble tuyère/propergol soit adapté. Ainsi, si la quantité de surface offerte à la combustion est supérieure à celle dimensionnée, la pression dans la chambre de combustion du moteur sera supérieure à la pression dimensionnée entraînant une déformation orthoradiale (un gonflement) du moteur plus élevée que prévue. Ainsi, le propergol collé à l'intérieur de l'enveloppe, se voit plus contraint entraînant son endommagement. L'endommagement du propergol est inaccep-

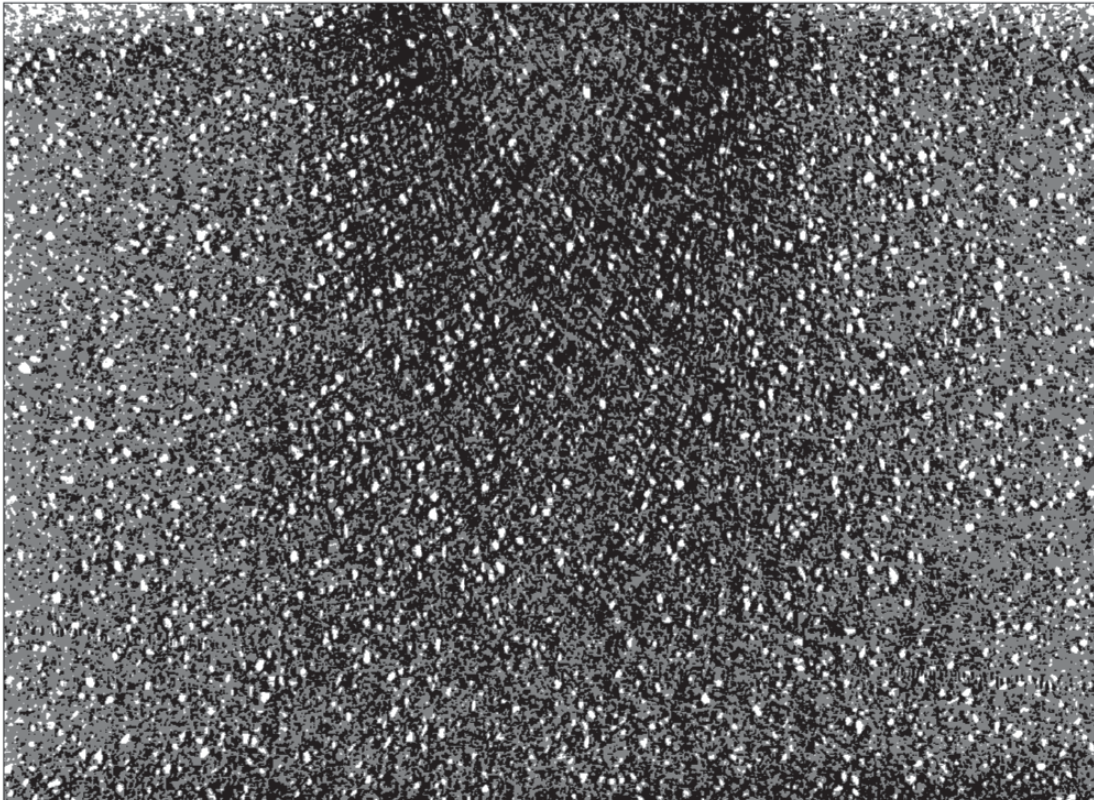


FIGURE 4.13 – Illustration d'une image trinarisée. Distinction des trois phases : les charges en blanc, la matrice polymère en gris et les pores en noir. L'impact se situe au milieu en haut de l'image. La largeur de l'image représente $28mm$.

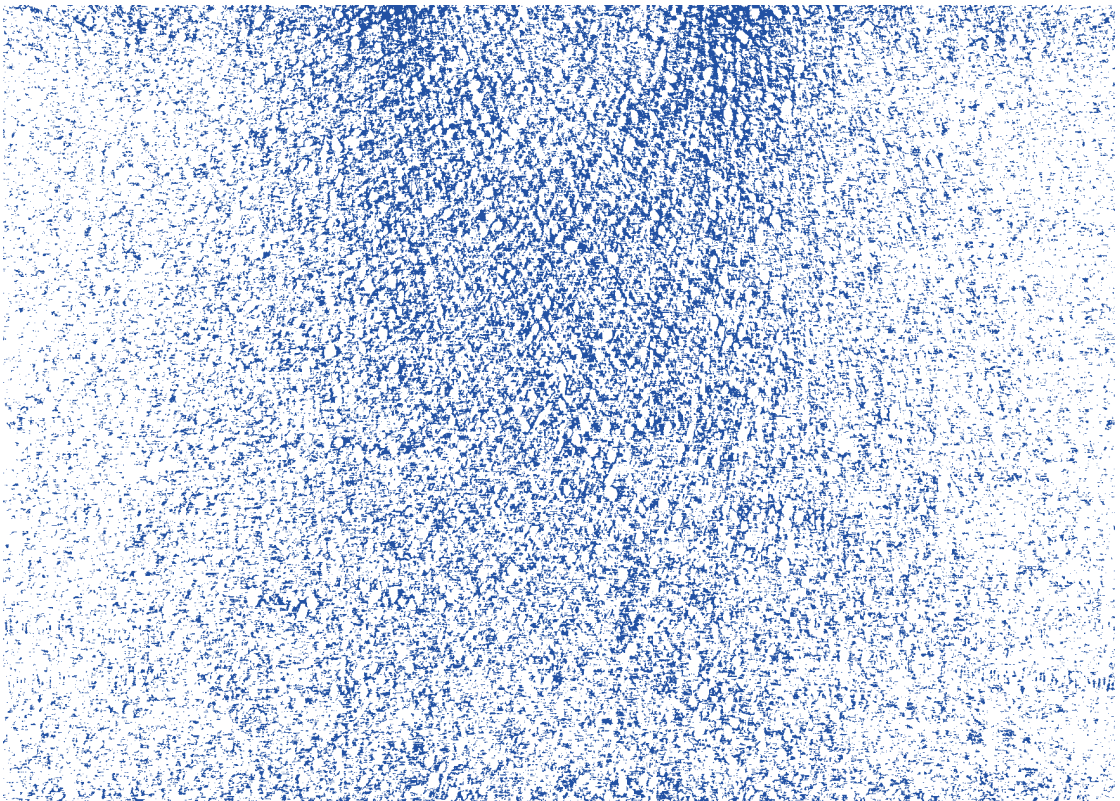


FIGURE 4.14 – Image traitée par binarisation puis application d'un filtre bleu aux régions vides.

4.3. Analyses quantitatives post-mortem

N° de l'essai EOI	Estimation de surface par la méthode Crofton [cm^2/cm^3]	Estimation du volume vide dans l'échantillon compct [cm^3/cm^3]
Sain	0.08	3.78×10^{-5}
1	17.04	2.76×10^{-2}
2	19.23	3.9×10^{-2}
5	21.77	4.32×10^{-2}

TABLEAU 4.4 – Résultats d'estimations de surface menés sur un échantillon vierge et des échantillons impactés à 20m/s pour le N°1 et à 30m/s pour les N°2 et 5. La surface créée lors de l'impact est de l'ordre de $20 cm^2/cm^3$. Par exemple, cette surface supplémentaire offerte lors d'une réaction de combustion potentielle ultérieure pourraient entrainer une *survitesse* de combustion de 3.4. Une cartographie de vide tirée de la reconstruction de l'échantillon N°2 prise au hasard à l'intérieur du volume est visible à la figure 4.14.

table pour le fonctionnement nominal du moteur. Dans le cas où une porosité est présente dans le chargement, la surface offerte à la combustion est localement plus élevée : donc la combustion accélère. La survitesse et le ratio entre la vitesse mesurée dans le cas de porosité et la vitesse nominale (ou dimensionnée). C'est un coefficient positif et supérieur à 1 qui évolue donc avec le caractère poreux du matériau.

Pour ce faire, des travaux réalisés par Legland et al. [2011] sur l'analyse quantitative de microstructures ont été appliqués aux reconstructions 3D des échantillons de MRP. Selon ces travaux, la surface présente dans l'échantillon est calculée, par la méthode Crofton, selon l'équation :

$$S(x) = 4 \sum_k \frac{c_k}{\lambda(L_k)} \sum_{c \in K_{r,k}(x)} (-1)^{dim(c)} \frac{\alpha(C, x)}{4\pi} \quad (4.1)$$

où c_k sont les poids donnés aux directions de l'espace, $\lambda(L_k)$ est la densité de lignes dans la k^{eme} direction. Il s'agit de travaux basés sur la mesure du nombre d'intercepts entre la matière et le vide présents dans les images. Selon Legland et al. [2011], 13 directions sont nécessaires, au minimum, pour approximer suffisamment la surface présente dans l'échantillon. Tous les paramètres de calculs sont identifiés dans ces travaux. Néanmoins, des essais réalisés grâce à des sphères et cubes idéalisés montrent que l'erreur commise est inférieure à 5% dans le cas le plus pessimiste. Les résultats obtenus sont énoncés dans le tableau 4.4. On note que l'ordre de grandeur de la surface créée par l'impact est de $20 cm^2/cm^3$ et le taux de porosité créé est d'environ 2 à 5 %. En ce qui concerne l'échantillon sain, la porosité mesurée est d'environ 0.004 % et la surface présente dans l'échantillon est d'environ $0.08 cm^2/cm^3$ ce qui est quasiment négligeable.

Le réseau de fragmentation identifié par la mise en œuvre de l'algorithme développé sur Matlab, algorithme appliqué aux images de tomographie, a permis de synthétiser les résultats proposés

Chapitre 4. Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

dans le tableau ci-dessus. De sorte à vérifier et valider que les espaces vides détectés par le traitement d'images puissent être, de manière fiable, attribués à un effet d'endommagement, il a été envisagé de mener une campagne d'analyses post-mortem des échantillons sous microscope électronique à balayage. L'objectif de cette campagne d'observation était, au travers des morphologies observées, de bien confirmer que les espaces vides observés pouvaient être associés à de la fissuration, et non pas, par exemple, à de la porosité.

4.4 Analyses par microscopie électronique à balayage

Des visualisations au microscope électronique à balayage (MEB) ont été faites sur un échantillon sain et un échantillon impacté à 30 m/s .

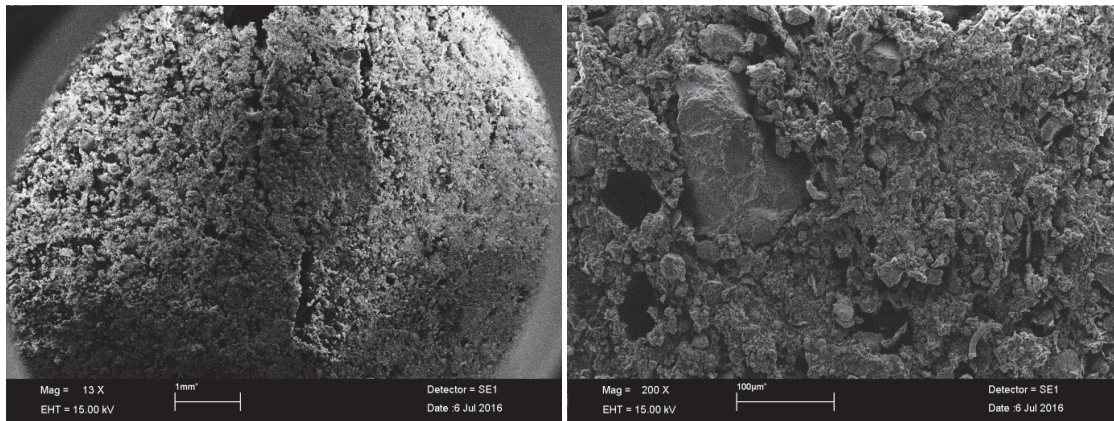
L'analyse MEB de l'échantillon sain a permis de valider la présence de pores lors de l'analyse menée grâce à l'algorithme de quantification de surface précédemment évoqué. Plus généralement, les observations MEB montrent que les défauts identifiés par les analyses quantitatives de microstructures sont bien des défauts de volume.

Par définition, ces analyses montrent la structure microscopique surfacique du matériau. On constate que plusieurs morphologies peuvent apparaître. En effet, la matrice polymère, théoriquement tridimensionnelle peut se trouver sous la forme de filaments, ce qui montre que, soit celle-ci est non réticulée, soit elle a changé de phase pendant l'impact (voir image (d) de la figure 4.15). De plus, on note que la charge de $CaCO_3$ présente sur l'image (c) est particulièrement déchaussée de la matrice polymère, ce qui montre un endommagement local du matériau.

Ces analyses, qualitatives permettent de comprendre les mécanismes d'endommagement survenus lors de la sollicitation d'impact.

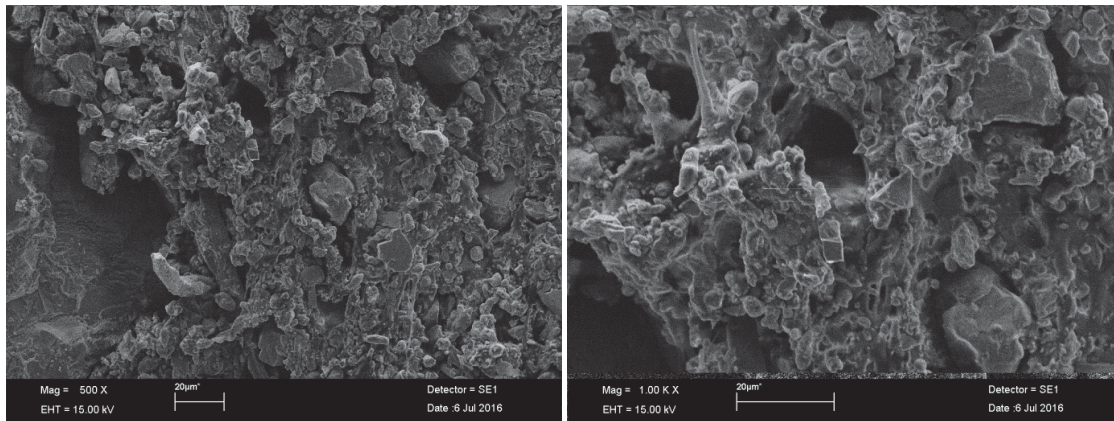
4.5 Conclusion

Des essais d'impact sur tranche confinée ont été menés sur le matériau d'étude pour élaborer une méthode de quantification de surface créée lors d'une sollicitation d'impact. Nous avons rappelé que la surface offerte à la combustion était dimensionnante dans le fonctionnement d'un moteur. Lors de cet essai, un poinçon impacte la tranche d'un échantillon dimensionné spécialement pour cet essai. L'échantillon permet la visualisation des champs de déformation dans un état de déformation plane. Des essais d'impact ont été réalisés à 20 et 30 m/s . Les enregistrements vidéos ont permis de remonter aux champs de déformation grâce à l'analyse CIN (par le logiciel *Cor-*



(a) grossissement X13, plusieurs fissures sont repérées

(b) grossissement X200, zoom sur une partie de la fissure, une charge est complètement déchaussée



(c) grossissement X600, d'autres charges, plus petites, sont elles aussi, déchaussées.

(d) grossissement X1000, il semblerait que la sollicitation mécanique ait eu un effet de changement de phase au sein de la matrice viscoélastique. Des filaments se sont formés.

FIGURE 4.15 – Micrographie au microscope électronique à balayage en électrons secondaires. Visualisation d'une charge et de défauts à plusieurs niveaux de grossissement.

reli) zone par zone de la surface de l'échantillon. Ces analyses ont montré qu'un morceau de matériau résiste en compression et "pousse" le reste du matériau axialement et latéralement ; de plus ces analyses tendent à montrer de hauts niveaux de cisaillement. Le matériau est poinçonné par l'impacteur. D'autre part, les analyses post-mortem des échantillons par microtomographie RX ont permis d'élaborer une méthodologie originale de quantification de la surface créée par la sollicitation. Cet algorithme a révélé une surface de l'ordre de $20 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$, ce qui correspondrait, si le matériau n'était pas inerte, à une survitesse globale d'environ 3.4, c'est à dire une vitesse

Chapitre 4. Essai de caractérisation expérimentale de l'endommagement par impact sur la tranche

de combustion 3,4 fois supérieure à la vitesse de combustion nominale.

L'essai d'impact sur tranche fournit des résultats expérimentaux sur le comportement en cisaillement du matériau et permettant d'apprécier les qualités des modèles numériques dans le cas d'un essai de laboratoire correspondant à un chargement simplifié mais représentatif d'un impact en situation réelle. Ainsi cet essai d'impact sur tranche permet potentiellement d'évaluer les qualités des modèles numériques. Parallèlement à l'étude de l'endommagement, les essais de sollicitation homogène décrits aux précédents chapitres fournissent de manière quantitative les caractéristiques matériau qui viendront directement construire le modèle numérique. Le prochain chapitre abordera le thème de la modélisation et de la simulation numérique du comportement du matériau modèle.

Chapitre 5

Modélisation du comportement mécanique des élastomères fortement chargés

Sommaire

5.1	Introduction et rappels sur l'observation expérimentale	111
5.2	Proposition d'une loi de comportement dynamique	113
5.3	Validation du modèle : simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale dynamique	116
5.4	Conclusion	121

5.1 Introduction et rappels sur l'observation expérimentale

La conception des engins propulsés passe par plusieurs étapes de simulation numérique. Il est primordial de restituer correctement la réponse mécanique du matériau pour garantir la bonne tenue mécanique lors des sollicitations typiquement observées dans le cycle de vie du matériau, y compris les chargements mécaniques dynamiques. Nous avons vu, dans les chapitres précédents, que les propergols solides étaient des matériaux de type élastomères hautement chargés en particules énergétiques, viscoélastiques, qu'il était possible d'utiliser une équivalence temps-température pour décrire toute sollicitation grâce à un temps réduit, que la contrainte maximale admissible était fonction de la pression et que la variation de volume observable était lié aux

processus de cavitation et de décohésion.

Un modèle a été développé au *Centre de Recherches du Bouchet* pour prévoir la réponse mécanique du matériau. Ce modèle, HRVM est alimenté par des essais expérimentaux de traction dans plusieurs trajets de chargements : traction uniaxiale, traction sous pression ou encore en dépression hydrostatique. Les paramètres du modèles HRVM sont identifiées grâce à ces données expérimentales. La courbe maîtresse de rigidité est identifiée, pour chaque essai de traction, par le module tangent à l'origine ; l'effet de la pression hydrostatique est identifié par le tracer des enveloppes de rupture hyperbolique correspondant à l'*effet pression* tel que nous l'avons vu auparavant. Le tenseur de contrainte totale est calculé comme la somme du tenseur des contraintes hydrostatiques, régi par le module de compressibilité du matériau, et du tenseur des contraintes déviatoriques, régi par le modèle de Maxwell généralisé (ou modèle de Weichert). A cela vient s'ajouter une variable d'endommagement calquée sur l'évolution de la contrainte équivalente de Traissac [1995]. Bien que ce critère prenne en compte une dépendance à la vitesse de déformation, elle est insuffisante pour restituer des cas de chargement dynamiques. La courbe maîtresse de contrainte maximale est identifiée sur les essais de traction uniaxiale puis une fonction d'endommagement est identifiée pour valoir 1 lorsque la contrainte atteint l'enveloppe de rupture. De même, le module de relaxation est calculé par un produit de convolution. Il en est de même pour l'endommagement (voir équation 5.1).

$$d(t) = \int_{\tau=0}^t C_i \dot{\sigma}_{eq}(\tau) d\tau \quad (5.1)$$

où $d(t)$ est l'endommagement au temps t , C_i sont des constantes intrinsèques du matériau qui reflètent l'inverse de la courbe maîtresse de contrainte maximale identifiée de manière à ce que l'endommagement vaille 1 lorsque la contrainte atteint l'enveloppe de rupture de l'*effet pression* ; $\dot{\sigma}_{eq}$ est la vitesse de contrainte équivalente (voir équation 1.12). La figure 5.1 montre les capacités du modèle. On note que les modules tangents à l'origine sont convenablement reproduits ainsi que les contraintes maximales.

Les simulations numériques de chutes et impacts ont montré qu'il était nécessaire de recalibrer les paramètres du modèle pour être en mesure de restituer correctement la réponse mécanique du matériau. L'objectif du présent travail est d'identifier une loi constitutive permettant d'éviter ce travail de recalage.

Les observations expérimentales montrent un probable effet de la vitesse de déformation différent de celui extrapolé par l'équivalence temps-température. En effet, Kendall et Siviour [2015]

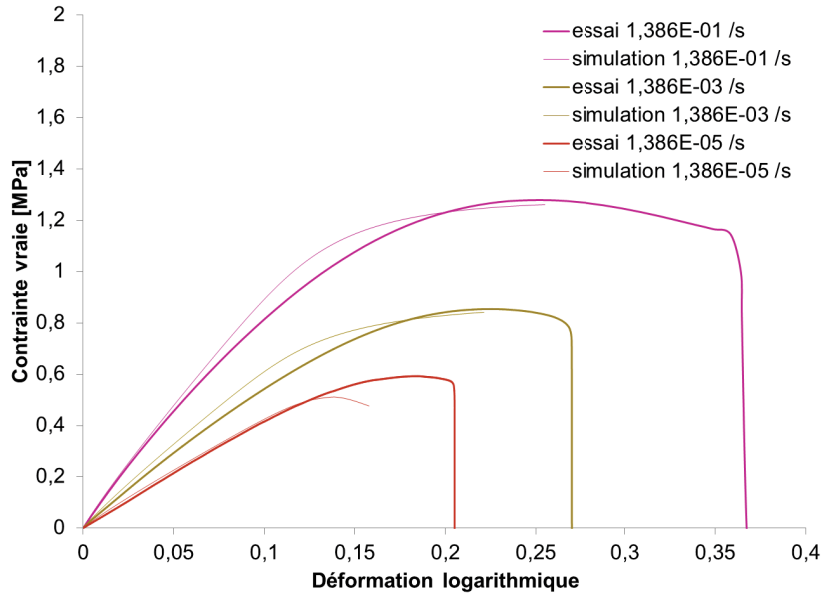


FIGURE 5.1 – Comparaison numérique-expérimental pour différents essais de traction. Les essais de traction uniaxial ont été réalisés au *Laboratoire 3SR* durant la thèse. Les simulations numériques ont été réalisées au *Centre de Recherches du Bouchet*.

montrent que la contrainte d'écoulement ne suit pas une évolution linéaire avec le logarithme de la vitesse de déformation (voir figure 5.2) pour un matériau énergétique à matrice p -BHT. Cette courbe montre que l'équivalence temps-température peut sous-estimer la contrainte maximale du matériau de cette étude puisqu'il s'agit d'une droite dans l'espace contrainte-temps réduit. L'étude de Kendall et Siviour [2015] montre bien que lorsque la vitesse de déformation dépasse les 100 s^{-1} environ, la contrainte seuil d'écoulement évolue bien plus rapidement que l'équivalence temps-température n'annonce.

Le but de cette étude numérique concernera donc les capacités du modèle numérique à restituer les données expérimentales obtenues sous sollicitations quasi-statiques mais aussi dynamiques par la comparaison d'essais de traction uniaxiale.

5.2 Proposition d'une loi de comportement dynamique

En se basant sur le modèle HRVM déjà en place au *Centre de Recherches du Bouchet* et en modifiant l'équation de l'évolution de l'endommagement, il a été possible de prendre en compte une sensibilité à la vitesse de déformation d'un autre ordre que celle donnée par l'équivalence temps-température. Tel que Kendall et Siviour [2015] l'ont montré, une sensibilité à la vitesse de

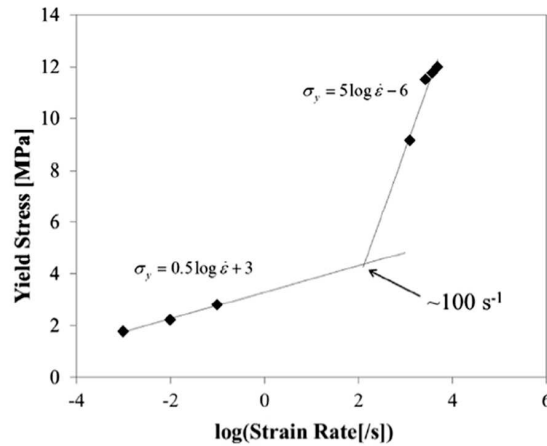


FIGURE 5.2 – Mise en évidence de l'évolution du comportement d'un matériau composite à matrice p -BHT [Kendall et Siviour 2015]. La contrainte d'écoulement suit une droite dans le repère contrainte d'écoulement-logarithme de la vitesse de déformation. Lorsque la vitesse de déformation dépasse 100 s^{-1} , la contrainte seuil d'écoulement augmente beaucoup plus rapidement. Il s'agit de l'effet de la vitesse de déformation décelée durant ces travaux de thèse. Les propriétés matériaux ne sont donc pas extrapolables du domaine quasi-statique vers le domaine dynamique.

déformation peut exister au delà des mesures faites en quasi-statique.

Pour ce faire, rappelons que l'évolution de l'endommagement actuelle est calculée en faisant l'hypothèse que l'enveloppe de rupture est variable avec la pression et que le temps de chargement pris en compte dans le calcul de la contrainte équivalente σ_{eq} définie au paragraphe 1.

La prise en compte des contraintes maximales identifiées dans le domaine quasi-statique (et récapitulées dans une courbe maîtresse) dans les simulations d'impact se révèle inappropriée pour restituer les observations expérimentales. Lors de la simulation numérique d'un impact de Taylor, après le rebond de l'échantillon, son volume est totalement endommagé alors que les échantillons peuvent être récupérés lors d'essais expérimentaux. L'échantillon se comporte comme un fluide, ce qui entre en contradiction avec l'expérience. Il a donc été choisi de modifier le facteur d'homothétie de l'enveloppe de rupture *effet pression* en prenant en compte la non-linéarité qui apparaît avec la vitesse de chargement (courbe en "coude" montrée à la figure 5.2. Finalement, le modèle actuel décrit le comportement à rupture du matériau par l'enveloppe *effet pression* et la courbe maîtresse de contraintes maximales agit sur l'enveloppe comme un facteur d'homothétie. La figure 5.3 montre le gonflement de l'enveloppe de rupture lorsque le matériau est sollicité à 3 vitesses de chargement arbitrairement différentes.

La proposition réalisée pour finaliser ces travaux de thèses est de rendre la courbe maîtresse

5.2. Proposition d'une loi de comportement dynamique

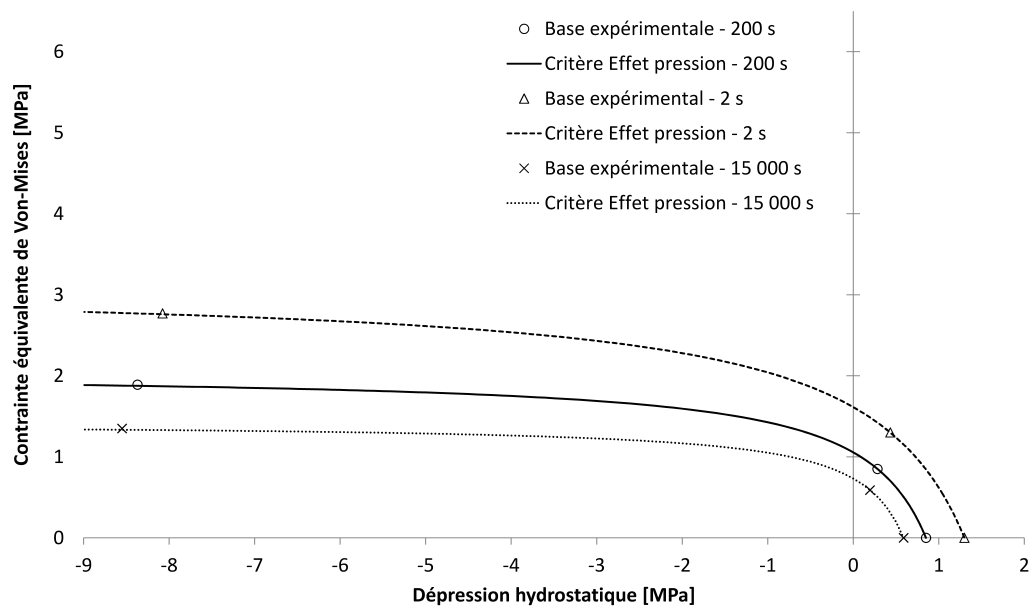


FIGURE 5.3 – Visualisation de l'enveloppe de rupture *Effet pression* pour différentes conditions d'essais. Les temps mentionnés en légende sont les temps réduits des essais.

de contraintes maximales dépendante à la vitesse de chargement comme ce qui est montré sur la figure 5.2; autrement dit, dès que la vitesse de déformation dépasse environ 100 s^{-1} , la pente régissant l'évolution de la contrainte maximale change. L'endommagement est maintenant défini par la relation :

$$d(t) = \int_{\tau=0}^t C_i(\dot{\sigma}) \dot{\sigma}_{eq}(\tau) d\tau \quad (5.2)$$

où les paramètres C_i sont fonction de la vitesse de chargement contrairement à l'équation 5.1 où les C_i étaient constants.

Le modèle ainsi modifié va être éprouvé, grâce à une simulation de traction uniaxiale dynamique, dans la prochain paragraphe.

5.3 Validation du modèle : simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale dynamique

Afin de montrer les capacités du modèle ainsi proposé, des épreuves numériques de traction uniaxiale dynamique (TUD) ont été réalisées. Tel qu'évoqué dans le chapitre 1, le modèle actuel sous-estime largement les contraintes maximales du matériau sous sollicitation dynamique. La courbe maîtresse de contrainte maximales tient compte de l'augmentation de contrainte maximale avec le temps et la température dans le domaine quasi-statique; l'augmentation supplémentaire n'intervient que dans le domaine dynamique.

Une simulation numérique a donc été préparée en modélisation une éprouvette de TUD. Les conditions aux limites sont directement issues des vitesses mesurées lors d'un essai de TUD. Plusieurs configurations ont été employées pour montrer l'influence de la vitesse de chargement. En effet, tous les essais de TUD réaslisés ont des temps de sollicitation compris entre 5 et 16 ms. La figure 5.4 montre une comparaison entre l'expérience et la modélisation de l'essais de TUD.

Nous constatons que la courbe obtenue grâce au modèle proposé est très proche de la courbe obtenue expérimentalement. Avant la modification du modèle réalisée durant ces travaux de thèse, la réponse du modèle, face à la sollicitation dynamique, aurait été la réponse donnée par la courbe bleue, c'est-à-dire l'unique réponse du matériau à ce t/a_T . Dorénavant. La réponse mécanique du matériau peut être multiple en fonction des conditions de température et de vitesse.

D'après cette expérience, il est retenu qu'*Ariane Group* est maintenant en possession d'un modèle numérique alimenté par des essais de caractérisation homogène dans un domaine suffi-

5.3. Validation du modèle : simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale dynamique

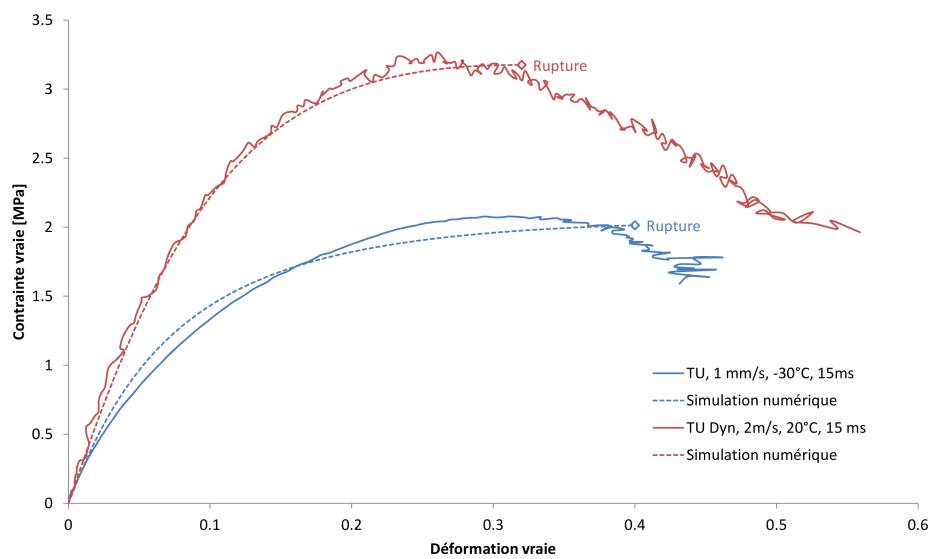


FIGURE 5.4 – Comparaison entre l'expérience de traction uniaxiale dynamique et de la simulation numérique grâce au modèle mis à jour. Le comportement pré-pic est très bien reproduit. Le comportement post-pic n'est pas simulé : la volonté est de rester conservateur lors de sollicitation dynamique.

samment représentatif des sollicitations de type chute. Cependant, les épreuves où les vitesses de sollicitation sont encore plus rapides (typiquement les impacts) ne seront pas restituées convenablement du fait d'un manque de données expérimentales dans ce domaine.

En guise de prospective modélisation, un essai de Taylor est simulé. Nous savons qu'il y a une dépendance à la vitesse de déformation différentes en quasi-statique et en dynamique, cependant nous n'avons qu'un seul point de TUD dans ce domaine et nous ne pouvons donc pas estimer la pente "dynamique" (voir figure 5.2). En effet, la plage de vitesses de déformation correspondant aux différents essais de traction uniaxiale est trop restreinte pour identifier correctement cette pente dans le domaine dynamique. C'est pourquoi, dans un premier temps, cette sensibilité à la vitesse de déformation a été identifiée par approche inverse en simulant numériquement l'essai de Taylor et en comparant les résultats expérimentaux et numériques sur le faciès d'endommagement final. Le critère de callage a consisté en une comparaison qualitative de la morphologie finale de l'échantillon. La perspective de cette approche est d'identifier la résistance dynamique à haute vitesse de chargement pour valider les paramètres identifiés par approche inverse.

Lors d'un essai de Taylor sur matériau composite à matrice viscoélastique, plusieurs faciès de rupture peuvent être observés selon la vitesse d'impact. Des essais ont été réalisés au *Centre de Recherches du Bouchet* et les échantillons ont ensuite été récupérés et photographiés. La figure 5.5 montre les échantillons impactés.

Des simulations numériques d'impact de Taylor ont été réalisées à 80, 114, 167 et 200 m/s grâce au modèle modifié cité dans le paragraphe précédant. Dans ces simulations, un échantillon standardisé de diamètre 20 mm et de masse 9 g est projeté contre un corps rigide. La figure 5.6 montre les faciès d'endommagement obtenus par simulations numériques après le rebond de l'échantillon.

Ces images ont été prises après le rebond de l'échantillon sur le mur rigide. En comparant les images une à une respectivement avec les images de la figure 5.5, on remarque que les faciès présentent des caractéristiques semblables. A savoir, pour la simulation (a), seules quelques fissures en pied de l'échantillon et une zone écaillée apparaissent, ce qui est aussi observé sur l'échantillon de la figure 5.5(a). Dans la simulation de la figure 5.5(b), la zone endommagée est plus grosse au cœur de l'échantillon ; on aperçoit sur la figure 5.5(b) qu'un morceau s'est complètement détaché de l'échantillon et quelques poussières accompagnent le deux gros morceaux créés. La simulation (c) montre une zone fortement endommagée en son centre, seule une calotte demeure telle qu'on le remarque aussi sur l'image 5.5(c). Dans la simulation (d), l'échantillon est lancé à 200 m/s

5.3. Validation du modèle : simulation numérique d'un essai de traction uniaxiale dynamique

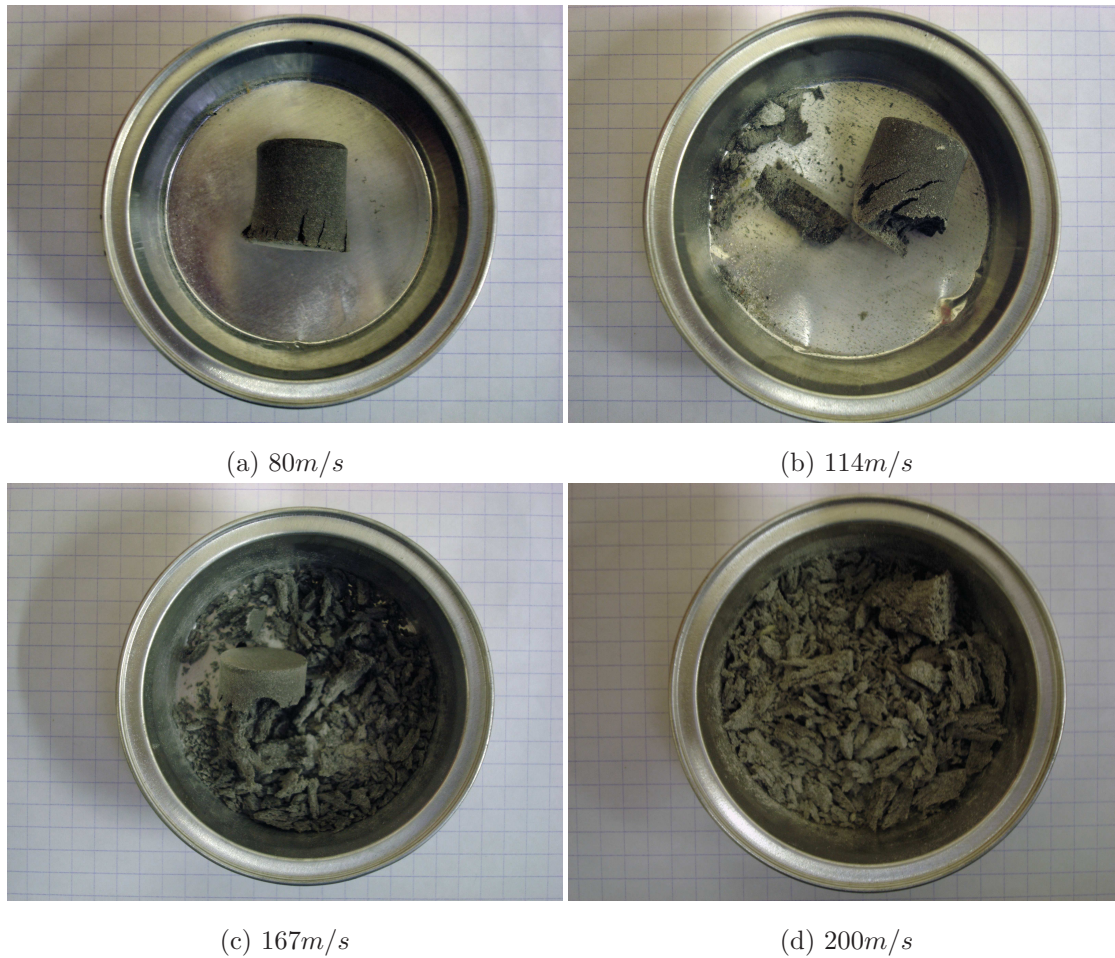


FIGURE 5.5 – Photographies de 4 échantillons impactés à différentes vitesses. Plus la vitesse d'impact est élevée, plus le nombre de morceaux créés est élevé et plus la taille des fragments est faible.

contre le mur rigide, il ne reste plus qu'une écaille ainsi que quelques petits morceaux qui se détachent du contour de l'échantillon. L'image 5.5(d) montre un ensemble de morceaux fins qui semble montrer que la matière a été cisailée pour donner une sorte d'épluchures.

La fonction de correction de l'effet de vitesse introduite dans la loi d'endommagement a montré, au travers des simulations numériques réalisées, un effet bénéfique concernant l'apparition d'un réseau de fragmentation de l'échantillon. L'effet de cette fonction de correction sur les résultats numériques montre le grand intérêt d'améliorer de la loi d'endommagement en tenant compte, notamment, des effets de vitesses de déformation. En effet, la modification proposée sur la loi d'endommagement dans le cadre de cette thèse est une première tentative qui mérite l'approfon-

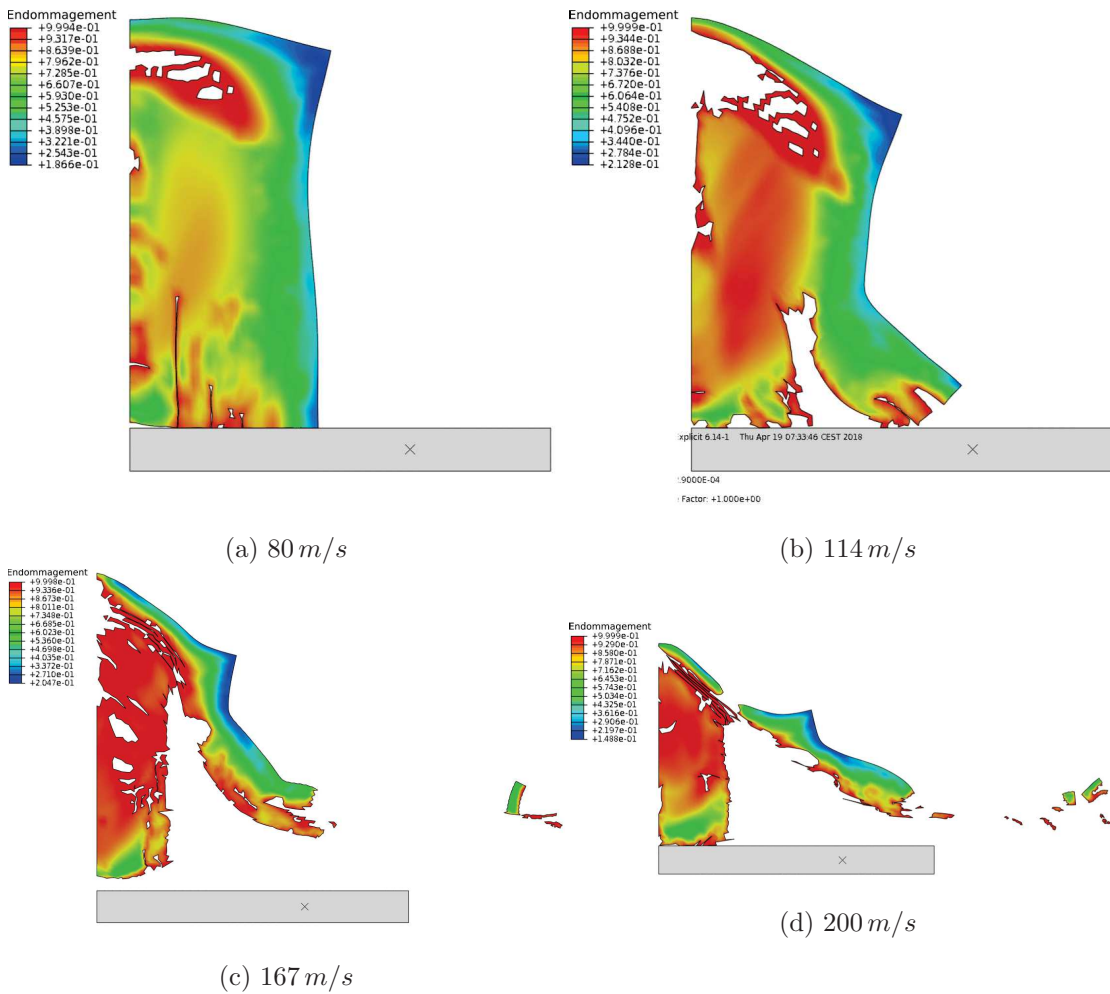


FIGURE 5.6 – Résultats de simulations numériques. Cartographie de variable d'endommagement après le rebond de l'échantillon lors d'épreuves numériques d'impacts de Taylor menés à différentes vitesse d'impact : (a) 80 m/s, (b) 114 m/s, (c) 167 m/s et (d) 200 m/s. En comparant avec les faciès obtenus expérimentalement (voir figure 5.5), on note que les faciès obtenus numériquement sont relativement proches de ceux obtenus lors des essais expérimentaux bien que la méthode d'identification soit limitée.

dissement suivant : la caractérisation à plus hautes vitesses de déformation. Cette caractrisation permettrait d'être en mesure d'estimer la pente que prend l'évolution de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de chargement (voir figure 5.2).

5.4 Conclusion

Le modèle ainsi proposé est basé sur une loi de comportement viscoélastique non linéaire. La loi d'endommagement agit sur les modules de cisaillement et de compressibilité. Cette loi est identifiée grâce à la mesure de variation de volume et de contrainte maximales lors d'essais de traction. Les travaux de [Traissac \[1995\]](#) ont permis de mettre en évidence une enveloppe de rupture correspondante aux observations expérimentales et pour laquelle la sensibilité à la pression agit sur la contrainte maximale. Une fois de plus, la modification de la loi de comportement agit sur cette contrainte maximale comme décrit par [Kendall et Siviour \[2015\]](#). Ainsi, une extension phénoménologique du modèle satisfaisant en régime quasi-statique a été réalisée vers le domaine dynamique.

La validation du modèle proposé a été réalisée grâce à une épreuve numérique de traction uniaxiale dynamique. Les résultats sont en adéquation avec les observations expérimentales réalisées au *Laboratoire 3SR*. La bonne reproduction au travers d'une loi de comportement, sans surprise, montre la future capacité du modèle à restituer le comportement sur des géométries plus complexes, dans la gamme de vitesse de déformation correspondante aux caractérisations réalisées dans cette thèse.

D'autre part, une prospective modélisation a été réalisée pour montrer que les paramètres du modèle peuvent être identifiés jusqu'à de plus hautes vitesses de chargement. En effet, l'approche inverse réalisée qui visait à identifier les paramètres du modèle pour simuler un impact de Taylor correctement a montré les bonnes capacités du modèle. Ainsi la pente "dynamique" a pu être identifiée de manière inverse. Cependant, il reste à confirmer ces résultats par une caractérisation mécanique dans un régime dynamique plus violent.

Conclusion générale et perspectives

Le dimensionnement par simulations numériques des moteurs à propergol solide est un enjeu majeur pour le bon fonctionnement des systèmes propulsés. Dans ce cadre, le service *Calcul* du *Centre de Recherches du Bouchet* souhaite modéliser le comportement mécanique de ses matériaux par la simulation numérique. La méthodologie usuellement employée consiste en la caractérisation des matériaux en traction uniaxiale, en traction sous pression et en DMA pour l'identification des paramètres du modèle *HRVM* (*High Reaction Violence Model*). La loi de comportement codée dans *HRVM* est un modèle viscoélastique linéaire couplé à une loi d'endommagement. Des essais de traction uniaxiale permettent de tracer des courbes maîtresses de rigidité et de contraintes maximales en fonction d'un temps réduit (il s'agit d'une grandeur qui prend en compte la vitesse de traction et la température par l'utilisation d'une équivalence temps-température). Des essais de DMA servent à caractériser la rigidité du matériau à différentes températures et fréquences. On en déduit une courbe maîtresse de rigidité (et qui corrobore celle obtenue en traction uniaxiale). Des essais de traction sous pression permettent d'identifier un paramètre d'endommagement du matériau : la contrainte équivalente de [Traissac \[1995\]](#) permet à la variable d'endommagement de valoir 1 lorsque la contrainte atteint l'enveloppe de rupture *effet pression*.

Les matériaux énergétiques sont des composites à matrice polymère chargée de grains énergétiques, par exemple de perchlorate d'ammonium (oxydant) et d'aluminium (réducteur). Le matériau d'étude est un matériau représentatif d'une composition usuellement utilisée. Il s'agit d'un matériau composite à matrice *p*-BHT chargée de $CaCO_3$ et d'aluminium. Ce matériau est viscoélastique et admet globalement des niveaux de déformation pouvant aisément atteindre 20%. L'hypothèse de représentativité en termes de comportement mécanique est basée sur une analogie morphologique de la microstructure du matériau inerte étudié. Ces travaux de thèse sont réalisés sur un matériau inerte permettant de le caractériser au *Laboratoire 3SR* de Grenoble.

Conclusions et perspectives

La caractérisation mécanique usuellement faite au *Centre de Recherches du Bouchet* montre que le modèle numérique est défaillant dans une certaine gamme de vitesses de déformation. Lorsque celle-ci dépasse environ $100 s^{-1}$, le modèle diverge et les résultats donnés ne sont plus satisfaisants. Le manque de données expérimentales dans le régime dynamique entraîne la nécessité de recalibrer des paramètres du modèle HRVM (*High Reaction Violence Model*). Un enjeu majeur de ces travaux de thèse est d'éviter cette étape de recalage des paramètres du modèle en apportant de nouveaux éléments de compréhension au sujet du comportement dynamique du matériau.

Pour ce faire, il faut déjà définir la sollicitation *impact*. Lors d'un impact, plusieurs trajets typiques de chargements mécaniques sont imposés au matériau : compression confinée, traction, cisaillement au voisinage de la zone d'impact. Ces trajets de chargement sont observables à différents instants et dans différentes régions du volume de matériau impacté. L'analyse de simulations numériques relatives à des situations de service des propergols solides a guidé et orienté les travaux de cette thèse vers le développement de trois dispositifs expérimentaux reproduisant ces chargements typiques.

Premièrement, des essais de compression dynamique quasi-océométrique, développés pour tester le matériau sous forte pression de confinement, ont montré que le déviateur du tenseur des contraintes était très faible en comparaison du niveau de pression hydrostatique. Ces essais ont permis d'identifier le module de compressibilité du matériau aux vitesses de déformation considérées.

Deuxièmement, un nouveau banc de traction uniaxiale rapide a été conçu, fabriqué, éprouvé pour répondre à la problématique principale de la thèse. Les résultats d'expériences ont montré qu'un effet de la vitesse de déformation était observé à partir d'environ $100 s^{-1}$. Il existe un effet de la vitesse de déformation autre que celui extrapolé par l'équivalence temps-température sur le comportement mécanique des propergols solides. Ainsi, suite à ces résultats de thèse, il apparaît utile que *Ariane Group* envisage, dans le futur, l'acquisition d'un banc de traction rapide adapté aux spécifications des matériaux énergétiques. De plus, le montage expérimental développé peut faire l'objet d'autres modifications pour permettre de couvrir une gamme de vitesses de déformation plus importante. Aussi, ces essais ont montré que l'éprouvette tendait à se rompre en plusieurs endroits simultanément lors d'essais de TUD, contrairement aux essais de traction quasi-statique. Ces résultats suggèrent l'existence d'une transition vers un régime de multi-fissuration pour le cas de la traction dynamique.

Troisièmement, des essais d'impact sur tranche ont été réalisés pour caractériser des niveaux d'endommagement du matériau inerte pour le cas d'un poinçonnement impliquant un cisaillement. Basé sur un montage développé pour la caractérisation des matériaux élastiques fragiles, il a fallu adapter le montage expérimental pour permettre la caractérisation de matériaux plus ductiles, viscoélastiques et à fort coefficient de Poisson. Des analyses par tomographie RX ainsi que le développement d'un algorithme d'analyses quantitatives de microstructure ont été menées. Ces analyses ont permis de proposer, au travers du comptage des vides présents dans la microstructure, des valeurs pour la surface du réseau tridimensionnel des fissures et pour le taux de vide. Des analyses par MEB sont venues étayer le fait que les vides détectés par les analyses précédentes étaient bien des défauts créés par la sollicitation.

Concernant la modélisation numérique, ces travaux de thèse ont permis la modification de la loi de comportement *HRVM* pour prendre en compte l'influence de la vitesse de déformation. Il s'agit d'un modèle viscoélastique endommageable; les paramètres du modèle sont identifiés grâce à des essais de traction uni-axiale, sous pression ainsi que des essais de DMA. Les essais de traction rapide ont montré que la contrainte maximale était supérieure à celle extrapolée par l'équivalence temps-température classiquement mise en œuvre. Pour la simulation d'un impact de Taylor, il a fallu mettre en œuvre une approche inverse qui visait à identifier la résistance mécanique du matériau à plus haute vitesse de chargement dans le but de restituer correctement la sollicitation d'impact de Taylor. Le critère de recalage des paramètres de comportement simulé a été déterminé par comparaison qualitative au faciès de rupture issu d'essais expérimentaux d'impact de Taylor réalisés au *Centre de Recherches du Bouchet* à différentes vitesses d'impact sur un matériau modèle. Ces simulations ont montré que le modèle proposé peut couvrir une très large plage de vitesses de chargement (allant des sollicitations lentes aux sollicitations les plus rapides comme celle imposée par l'essai de Taylor).

L'ensemble des travaux menés au cours de cette thèse ont permis de satisfaire à des objectifs globaux dédiés au développement de protocoles expérimentaux permettant de compléter l'étude du comportement des matériaux énergétiques dans une gamme de sollicitation qui n'avait pas encore été prospectée.

Les essais d'impact sur tranche ont permis de caractériser l'état de fissuration et d'endomma-

Conclusions et perspectives

gement dans une zone fortement cisailée sous fort confinement. Ces travaux devraient permettre d'affiner le modèle *HRVM* dans le but de prévoir les volumes et surfaces endommagés pour des conditions de manutention particulières d'engins, ceci permettant alors d'étudier la réaction, ou non, du matériau pyrotechnique ainsi que la violence de la réaction.

D'autre part, il semble indispensable de poursuivre ces travaux par une caractérisation à plus hautes vitesses de chargement : typiquement, la caractérisation des matériaux par impact de plaque pourrait compléter ces travaux de thèse pour identifier l'évolution de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de chargement. Dans ces travaux de thèse, nous avons dû l'approcher par méthode inverse. Un autre montage expérimental, très intéressant, présenté par [Forquin et Zinszner \[2017\]](#) vise à caractériser les matériaux par impact de plaque sans choc par l'emploi de *pulse-shaper*.

Pour terminer ces perspectives, et comme il s'agit du cœur du métier, nous proposons d'appliquer ces méthodes à des matériaux énergétiques.

Références

- Aerospatium. triomphant-tire-premier-m51, mai 2016. [En ligne ; Page disponible le 11-mai-2019].
- C. Albertini et M. Montagnani. Testing techniques in dynamic biaxial loadings. *Institute of physics conference series*, 47 :21–34, 1979.
- R. Amiable. *Les matériaux énergétiques*. Que sais-je ? PUF, Presse Universitaire de France, 1998. ISBN 2–13–048922–2.
- T. Antoun, L. Seaman, D. R. Curran, G. I. Kanel, S. V. Razorenov, et A. V. Utkin. *Spall fracture*. Springer-Verlag New York, 2003. ISBN 0–387–95500–3.
- A. Azoug. *Micromécanismes et comportement macroscopique d'un élastomère fortement chargé*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2010.
- G. Besnard, F. Hild, et S. Roux. "finite element" displacement fields analysis from digital images : application to portevin-lechâtelier bands. *Applied optics, Experimental Mechanics*, 46(6) : 789–804, 2006.
- V. Bouchart. *Etude expérimentale et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement des élastomères renforcés*. Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2007.
- M. Boustie et F. Cottet. Experimental and numerical study of laser induced spallation into aluminum and copper targets. *Journal of applied physics*, 69 :7533–7538, 1991.
- H. F. Brinson et L. C. Brinson. *Polymer engineering science and viscoelasticity, an introduction*. Springer, 2010. ISBN 978–0–387–73860–4.
- M. N. Bussac, P. Collet, G. Gary, et R. Othman. An optimisation method for separating and rebuilding one-dimensional dispersive waves from multi-point measurements. application to elastic or viscoelastic bars. *Journal of the mechanics and physics of solids*, 50 :321–349, 2002.
- J. P. Canselier. *Energie et formulation*. EDP Sciences, 2005.
- X. Chen, J. Lai, X. L. Chang, Y. Zhang, L. Zhang, et C. Wang. Compressive mechanical properties of htpb propellant at low temperatures and high strain rates. *Results in Physics*, 7 : 4079–4084, 2017.
- C. C. Chu et A. Needleman. Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. *Journal of engineering materials and technology*, 102 :249–256, 1980.
- A. Davenas. *Technologies des propergols solides*. Masson Editores, 1989. ISBN 2–225–81493–8.
- L. Davidson, D. E. Grady, et M. Shahinpoor. *High-pressure shock compression of solids II - Dynamic fracture and fragmentation*. Springer, 1996. ISBN 0–387–94402–8.
- L. T. De Luca, L. Galfetti, F. Maggi, G. Colombo, L. Merotto, M. Boiocchi, C. Paravan, A. Reina, P. Tadini, et L. Fanton. Characterization of htpb-based solid fuel formulation : performance, mechanical properties, and pollution. *Acta astronautica*, 92 :150–162, 2013.

RÉFÉRENCES

- T. de Ressaiguier, S. Couturier, J. David, et G. Niérat. Spallation of metal targets subjected to intense laser shocks. *Journal of applied physics*, 82(5) :2617–2623, 1997.
- C. Denoual et F. Hild. A damage model for the dynamic fragmentation of brittle solids. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 183 :247–258, 2000.
- C. Denoual et F. Hild. Dynamic fragmentation of brittle solids : a multi-scale model. *European Journal of Mechanics A*, 21 :105–120, 2002.
- S. Eliezer, I. Gilath, et T. Bar-Noy. Laser-induced spall in metals : experimentas and simulation. *Journal of applied physics*, 67 :715–724, 1990.
- B. Erice, C. Roth, G. Gary, et D. Mohr. On loading velocity oscillations during tensile testing with flying wheel systems. volume 94. Elsevier procedia, september 2015.
- R. J. Farris. Dilatation of granular filled elastomers under high rates of strain. *Journal of applied polymer science*, 8 :25–35, 1964.
- P. Forquin et E. Ando. Application of microtomography ans image analysis to the quantification of fragmentation in ceramics after impact loading. *Philosophical Transaction of the Royal Society of London A*, 375(2085), 2017.
- P. Forquin et B. Erzar. Dynamic fragmentation process in concrete under impact and spalling tests. *International Journal of Fracture*, 163 :193–215, 2010.
- P. Forquin et F. Hild. A probabilistic damage model of the dynamic fragmentation process in brittle materials. *Advances in Applied Mechanics*, 44 :1–72, 2010.
- P. Forquin et J.L. Zinszner. A pulse-shaping technique to investigate the behaviour of brittle materials subjected to plate-impact tests. *Philosophical Transaction of the Royal Society of London A*, 2017. doi : 10.1098/rsta.2016.0333.
- P. Forquin, L. Tran, P-F. Louvigné, L. Rota, et F. Hild. Effects of aluminum reinforcment on the dynamic fragmentation of sic ceramics. *International Journal of Impact Engineering*, 28 (10) :1061–1076, 2003.
- P. Forquin, A. Arias, et R. Zaera. An experimental method of measuring the confined compression strength of geomaterials. *International Journal of Solids and Structures*, 44 :4291–4317, 2007.
- P. Forquin, M. Nasraoui, A. Rusinek, et L. Siad. Experimental study of th confined behavior of pmma under quasi-static and dynamic loadings. *International journal of impact engineering*, 40–41 :46–57, 2012.
- P. Forquin, D. Imbault, et D. Saletti. Caractérisation expérimentale et modélisation numérique du comportement dynamique d'un matériau modèle, avril 2015. Réunion de préparation chez Ariane Group.
- V. E. Fortov, V. V. Kostin, et S. Eliezer. Spallation of metals under laser irradiation. *Journal of applied physics*, 70(8) :4524–4531, 1991.
- M. B. Franckel, L. R. Grant, et J. E. Flanagan. Historical development of glycidyl azide polymer. *Journal of propulsion and power*, 8(3) :560–563, 1992.
- C. Froustey, M. Lambert, J. L. Charles, et J. L. Lataillade. Design of an impact loading machine based on a flywheel device : application to the fatigue resistance of the high rate pre-straining sensitivity of aluminum alloys. *Experimental mechanics*, 6(47) :709–721, 2007.
- S. Gallier et F. Hiernard. Microstructure of composite propellants using simulated packings and x-ray tomography. *Journal of energetic materials and technology*, 114 :111–115, 2008.
- S. Grange, P. Forquin, S. Mencacci, et F. Hild. On the dynamic fragmentation of two limestones using edge-on impact tests. *International Journal of Impact Engineering*, 35 :957–991, 2008.

RÉFÉRENCES

- B. Halphen et Q. Son Nguyen. Sur les matériaux standard généralisés. *Journal de mécanique*, 14 :39–63, 1975.
- G. Herder, F. P. Weterings, et W. P. C. De Klerk. Mechanical analysis on rocket propellants. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 72 :921–929, 2003.
- U. Hornemann, H. Rothenhäusler, H. Senf, J. F. Kalthoff, et S. Winkler. Experimental investigation of wave and fracture propagation in glass slabs loaded by steel cylinders at high impact velocities. volume 3. Insitute of Physics Bristol and London, avril 1984. ISBN 0–854–98161–6.
- J. Hur, J. B. Park, G. D. Jung, et Youn S. K. Enhancements on a micromechanical constitutive model of solid propellant. *International journal of solids and structures*, 87 :110–119, 2016.
- D. Jalocha. *Modélisation du comportement viscoélastique d'un élastomère fortement chargé sous sollicitations multiaxiales*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, 2015.
- M. J. Kendall et C. R. Siviour. Experimentally simulating high rate composite deformation in tension and compression : polymer bonded explosive simulat. *Journal of Dynamic Behavior of Materials*, 1(2) :114–123, 2015.
- C. S. Kim, P. N. Noble, C. H. Zoun, D. Tarrant, et A. Gao. The mechanism of filler reinforcement from addition of neutral polymeric bonding agents to energetic polar propellants. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, (17) :51–58, 1985.
- R. Lakes. *Viscoelastic materials*. Cambridge university, 2009. ISBN 0–521–88568–X.
- PARIS : Larousse, editor. *Grand Larousse de la langue française*. 1986.
- D. B. Larson. Explosive energy coupling in geologic materials. *International journal of rock mechanics and mining sciences & Geomechanics abstracts*, 19 :157–166, 1982.
- D. Legland, K. Kiêu, et M. F. Devaux. Computation of minkowski measures on 2d and 3d binary images. *Image Analysis & Stereology*, 2(26) :83–92, 2011.
- J. Lemaître et J. L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 2001. ISBN 2–100–05662–X.
- L. B. Li, X. Chen, O. Musa, C. S. Zhou, et M. Zhu. The effect of pressure and oxygen concentration on the ignition and combustion of aluminum-magnesium fuel-rich propellant. *Aerospace science and technology*, 76 :394–401, 2018.
- D. Mateos. *Transformation de matériaux énergétique par oxydation hydrothermal : etude cinétique globale et simulation du procédé en régime permanent sur les composés modèles*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 2003.
- D. R. Mears, K. D. Pae, et J. A. Sauer. Effects of hydrostatic pressure on the mechanical behavior of polyethylene and polypropylene. *Journal of applied physics*, 11(40) :4229–4237, 1969.
- S. J. Mehilal, S. Nandagopal, P. P. Singh, K. K. Radhakrishnan, et B. Bhattacharya. Size and shape of ammonium perchlorate and their influence on properties of composite propellant. *Defense science journal*, 140 :294–299, 2009.
- L. W. Meyers et S. Abdel-Malek. Deformation and ductile fracture of a low alloy steel under high strain rate loading. mars 2006.
- M. A. Meyers et C. T. Aimone. Dynamic failure(spalling) of metals. *Progress in materials sciences*, 28(1) :1–96, 1983.
- C. Moreau. *Etude expérimentale et numérique de l'hyperélasticité avec prise en compte de la compressibilité*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2000.
- J. Moriceau et G. Poirey. Hrvn : a numerical tool to enhance the reaction violence prediction of ammunition under mechanical threat. september 2016.

RÉFÉRENCES

- M. Muhammad, G. Lu, et K. Ren. Techniques to assess aging of propellant grain. *Chinese journal of aeronautics*, 19(1) :59–64, 2006.
- C. Nadot-Martin. *Vers une modélisation micromécanique directe du comportement non linéaire d'élastomère fortement chargés (composites énergétiques et propergols solides)*. Habilitation à diriger des recherches en mathématiques et en informatique, ENSAM Poitiers, 2009.
- R. Nevière. An extension of the time–temperature superposition principle to non-linear viscoelastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 43 :5295–5306, 2006.
- NF T70-314. Matériaux énergétiques de défense - propriétés et analyses physico-chimiques - caractéristiques en compression. février 2004.
- NF T70-315. Matériaux énergétiques de défense - propriétés et analyses physico-chimiques - caractéristiques en traction. avril 2004.
- A.E. Oberth et R.S. Brunner. Tear phenomena around solid inclusions in castable elastomers. *Transactions of the Society of Rheology*, 9(2) :165–185, 1965.
- M. Rachline. *La saga des poudres*. Albin Michel, Communication SNPE, 1991. ISBN 2-226-05397-2.
- G. Ravichandran et C. T. Liu. Enhancements on a micromechanical constitutive model of solid propellant. *International journal of solids and structures*, 32 :979–990, 1995.
- P. Riou, C. Denoual, et C. E. Cottenot. Visualization of the damage evolution in impacted silicon carbide ceramics. *International Journal of Impact Engineering*, 21 :225–235, 1998.
- J. Salençon. *Viscoélasticité pour le Calcul des structures*. Edition École Polytechnique, 2009. ISBN 978-2-730-21557-2.
- D. Saletti. *Mesures de champs hétérogènes dans un alliage à mémoire de forme de Nickel Titane sous sollicitations dynamiques*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, 2013.
- D. Saletti, S. Pattofatto, et H. Zhao. Measurement of phase transformation properties under moderate impact tensile loading in a Niti alloy. *Mechanics of materials*, 65 :1–11, 2013.
- H. Staab, G. et A. Gilat. A direct-tension split hopkinson bar for high strain-rate testing. *Experimental mechanics*, 31 :232–235, 1991.
- E. Straßburger. Visualization of impact damage in ceramics using the edge-on impact technique. *International Journal of Applied Ceramics Technology*, 1 :235–242, 2004.
- P. Sun, X. Liao, et Z. Wang. Construction and effect of new mechanical structure in traditional nitroguanidine propellants. *Journal of energetic materials*, 35 :321–330, 2017.
- S. R. Swanson et L. W. Christensen. A constitutive formulation for high-elongation propellants. *Journal of spacecraft and rockets*, 20(6) :559–566, 1983.
- S. Torquato. *Random heterogeneous materials*. Springer, 2002. ISBN 1-475-76357-3.
- P. A. Toutlemonde. *Etude de la relation microstructure/propriétés mécaniques jusqu'à rupture des propergols composites : caractérisation expérimentale et modélisation micromécanique par éléments finis*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Art et Métiers – ParisTech, 2016.
- Y. Traissac. *Comportement en grandes déformations d'un propergol solide. Application au dimensionnement mécanique sous pression d'un tir de chargement*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1995.
- A. Vandenbroucke. *Etude du comportement mécanique pour différentes températures d'un élastomère : caractérisation expérimentale et numérique*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, 2010.

RÉFÉRENCES

- L. A. Vratsanos et R. J Farris. A predictive model for the mechanical behavior of particulate composite. part ii : comparison of model to litterature data. *Polymer engineering and science*, 33 :1466–1474, 1993.
- Wikipédia. Polybutadiène hydroxytélechélique, 2017. [En ligne ; Page disponible le 25-décembre-2018].
- Wikipédia. Ordre d’interférence, 2019a. [En ligne ; Page disponible le 29-septembre-2019].
- Wikipédia. Interféromètre de mach zehnder, 2019b. [En ligne ; Page disponible le 29-septembre-2019].
- M. L. Williams, R. F. Landel, et J. D. Ferry. The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. *Journal of American Chemical Society*, 77 :3701–3707, 1955.
- H. C. Yildirim et S. Özüpek. Structural assessment of a solid propellant rocket motor : effects of aging and damage. *Aerospace Sciences and Technology*, 15 :625–641, 2011.
- D. Zhou, X. Lui, X. Sui, Z. Wei, et N. Wang. Effect of pre-strain during ageing on the maximum elongation of composite solid propellants and its modelling. *Polymer testing*, 50 :200–207, 2016.
- A. Zine. *Fatigue multiaxiale des elastomères : vers un critère de dimensionnement unifié*. Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille, 2006.
- J. L. Zinsner. *Identification des paramètres matériau gouvernant les performances de céramiques à blindages*. Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2014.

RÉFÉRENCES

Annexe A

Interférométrie laser

L'interférométrie est une discipline de l'optique arithmétique, elle consiste en la superposition d'ondes, souvent électromagnétiques, cohérentes pour donner un sens physique à leur combinaison. Il s'agit d'une méthode de mesure de distances ou de vitesses sans contact utilisée dans beaucoup de disciplines scientifiques (par exemple l'astronomie, la physique quantique, la métrologie ou l'océanographie).

Dans le cas présent, les mesures de vitesse ont été menées par un vibromètre laser à effet Doppler. Il s'agit d'un matériel muni d'un interféromètre de Mach-Zehnder, dont le principe est montré à la figure A.1 et par lequel un laser monochromatique émet de la lumière qui va être divisée en deux. De ces deux faisceaux, l'un est dirigé vers l'éprouvette, l'autre est le faisceau de référence. Il existe donc entre les deux faisceaux une différence de phase, qui est liée à la différence de marche entre les deux faisceaux (celle-ci pourrait aussi être due à une différence d'indice de refraction du milieu).

La recombinaison des deux faisceaux intègre l'identité de la différence de marche, c'est-à-dire du chemin optique supplémentaire que le faisceau a parcouru par rapport au faisceau de référence. La mesure de distance est réalisée via une figure d'interférence et dans laquelle des franges apparaissent (voir figure A.2). On définit le quotient $\delta(M)/\lambda$. Si ce quotient est un nombre entier, on a une interférence constructive et l'intensité lumineuse de la frange est maximale. Ce nombre entier est nommé *ordre d'interférence*. Si on a $\delta(M)/\lambda = p + 1/2$, alors l'interférence est destructive. L'ordre d'interférence dérive de la relation de l'intensité de deux ondes cohérentes selon l'équation :

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos\left(\frac{2\pi\Delta l}{\lambda}\right)^2 \quad (\text{A.1})$$

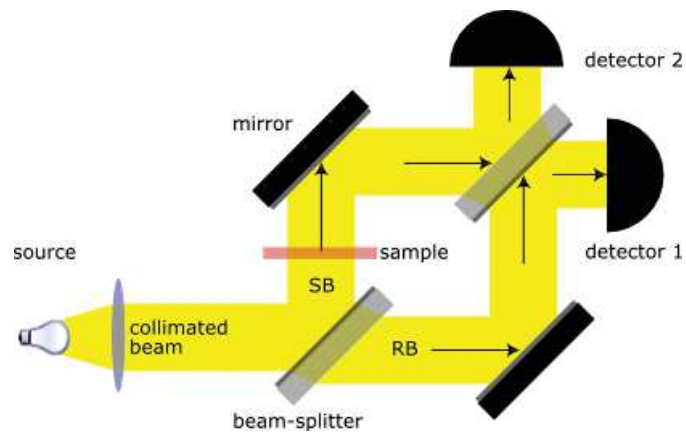


FIGURE A.1 – Principe de l'interféromètre de Mach-Zehnder. Deux jeux de miroirs et deux détecteurs [Wikipédia 2019b]

De ces franges d'interférences, on peut déduire l'ordre d'interférence permettant d'identifier le chemin optique supplémentaire parcouru par le faisceau nous intéressant, qui est exactement le double de la distance mesurée dans le cas présent.

L'interféromètre laser à effet Doppler utilisé dans ces travaux de thèse est un vibromètre laser de marque Polytec. Il a une bande passante de $1,5\text{GHz}$. La longueur d'onde de la lumière émise est de 200nm . La chaîne de mesure employée est composée aussi d'un boîtier d'acquisition de fréquence maximale de 1MHz . Pour ces travaux, cette fréquence est largement acceptable pour permettre l'observation de phénomènes se produisant sur une gamme de temps de l'ordre de la ms .



FIGURE A.2 – Illustration du phénomène d'interférence. Des franges plus au moins illuminées apparaissent lorsqu'une différence de phase existe entre deux faisceaux cohérents. Il s'agit ici d'une figure d'interférence obtenue par un interféromètre de Fabry-Pérot. Ici, les cercles lumineux sont les ordres d'interférences $p = 1$ et $p = 2$ [Wikipédia 2019a].

Résumé

La conception et la réalisation des tests de qualification des engins propulsés nécessitent une connaissance du comportement mécanique des matériaux utilisés pour leur fabrication. Dans ce cadre, une large gamme de vitesses de sollicitation doit être considérée pour intégrer les nombreuses situations de service des propergols solides. La connaissance de leur comportement doit permettre de prédire les risques associés à une sollicitation imprévue (conditions de transport difficiles, chute). La méthodologie usuelle consiste en la caractérisation des matériaux par un ensemble d'essais de traction uniaxiale, d'essais de DMA et d'essais de traction sous pression pour identifier les paramètres du modèle numérique (*HRVM*). Cependant, il a été indiqué que la méthodologie usuelle ne permettait pas la réalisation de simulations numériques satisfaisantes lorsque la vitesse de déformation est supérieure à 50 s^{-1} . Ce travail de thèse propose des nouvelles techniques de caractérisation expérimentale permettant de compléter les résultats existants pour une gamme de vitesses de l'ordre de quelques dizaines à quelques de s^{-1} . Des essais originaux assurant des modes de sollicitations dynamiques et homogènes ont été mis au point et validés. Par exemple, un montage expérimental de traction uni-axiale rapide a été conçu pour la caractérisation d'un élastomère composite à matrice *p-BHT* hautement chargé de particules rigides (une distribution de CaCO_3 et une autre d'aluminium). Parmi les autres essais développés, un essai de cisaillement hétérogène d'impact sur tranche a été développé, cet essai permet d'apprécier l'état d'endommagement dans le matériau pendant et suite à l'impact. Les paramètres de comportement quantifiés dans la gamme de vitesse de déformation prospectée ont été intégrés à la bibliothèque des paramètres existante permettant d'étendre l'utilisation du modèle *HRVM* dans des simulations numériques de nouveaux cas de chargement impliquant des vitesses de déformation plus élevées qu'auparavant.

Mots clés : propergols solides, comportement dynamique, essais dynamiques, approche expérimentale, mécanique des matériaux, traction rapide, endommagement, loi de comportement

Abstract

The design and qualification tests of rocket motors require knowledge of the mechanical behavior of the materials used to manufacture them. In this aim, a large range of strain rates have to be considered, this range integrate many solid propellant service situations. Knowledge of their behaviour should make it possible to predict the risks associated with unexpected stress on propelled vehicles (difficult transport conditions, falls). The usual methodology uses both numerical and experimental approaches. This methodology is based on several uniaxial tensile tests, DMA and tensile tests under pressure to identify the parameters of the constitutive law (*HRVM*). However, it was indicated that the usual method did not allow satisfying numerical predictions being performed when the strain rate is greater than 50 s^{-1} . This PhD work proposes new experimental characterization techniques to complete existing results for a range of strain rates of about 100 s^{-1} . Original tests ensuring dynamic and homogeneous loadings have been developed. A dynamic tensile test has been designed to characterize composites elastomers highly filled (CaCO_3 and aluminum). An edge-on impact has been also adapted, making possible to assess the state of damage in the material during and after the impact. The material parameters quantified with new mechanical tests have been incorporated into the existing parameter library. It allows the *HRVM* model being used into numerical simulations of new loading cases involving higher strain rate than before.

Keywords : propelled systems, dynamic behavior, dynamic experimental setup, experimental approach, mechanic of materials, dynamic tensile testing, damage, constitutive law