



**HAL**  
open science

# Développement et implémentation dans le cadre éléments finis de modèles de comportement adaptés aux matériaux thermoplastiques élastomères en vue de la fatigue des structures

Pierre Robard

► **To cite this version:**

Pierre Robard. Développement et implémentation dans le cadre éléments finis de modèles de comportement adaptés aux matériaux thermoplastiques élastomères en vue de la fatigue des structures. Mécanique des solides [physics.class-ph]. École centrale de Nantes, 2019. Français. NNT : 2019ECDN0051 . tel-02513120

**HAL Id: tel-02513120**

**<https://theses.hal.science/tel-02513120v1>**

Submitted on 20 Mar 2020

**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.

# THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES  
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602  
*Sciences pour l'Ingénieur*  
Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et  
des surfaces

Par

**Pierre ROBARD**

**Développement et implémentation dans le cadre éléments finis de  
modèles de comportement adaptés aux matériaux  
thermoplastiques élastomères en vue de la fatigue des structures**

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 28/11/2019

Unité de recherche : Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique – UMR CNRS 6183

## Rapporteurs avant soutenance :

Alexander Lion Professeur des universités, Universität der Bundeswehr München

Stéphane Méo Professeur des universités, LaMé, Université de Tours

## Composition du Jury :

Président :	Julie Diani	Directeur de recherche, LMS, Ecole Polytechnique
Dir. de thèse :	Laurent Gornet	Maître de conférences HDR, GeM, École Centrale de Nantes
Co-dir. de thèse :	Patrick Rozycki	Maître de conférences HDR, GeM, École Centrale de Nantes
Co-encadrant :	Gilles Marckmann	Docteur, GeM, École Centrale de Nantes

## Invité

Philippe Pilvin Professeur des universités, Université Bretagne Sud





# THÈSE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES

COMUE Université Bretagne Loire

ÉCOLE DOCTORALE N°602

Sciences pour l'ingénieur

Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

présentée par :

**Pierre ROBARD**

---

## Développement et implémentation dans le cadre éléments finis de modèles de comportement adaptés aux matériaux thermoplastiques élastomères en vue de la fatigue des structures

---

Unité de recherche : Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique – UMR CNRS 6183

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 28/11/2019 devant un jury composé de :

Président :	Julie Diani	Directeur de recherche, LMS, Ecole Polytechnique
Rapporteur :	Alexander Lion	Professeur des universités, Universität der Bundeswehr München
Rapporteur :	Stéphane Méo	Professeur des universités, LaMé, Université de Tours
Dir. de thèse :	Laurent Gornet	Maître de conférences HDR, GeM, École Centrale de Nantes
Co-dir. de thèse :	Patrick Rozycki	Maître de conférences HDR, GeM, École Centrale de Nantes
Co-encadrant :	Gilles Marckmann	Docteur, GeM, École Centrale de Nantes
Invité :	Philippe Pilvin	Professeur des universités, Université Bretagne Sud



Ces travaux de recherche ont été financés par la business unit Trelleborg Boots dans le cadre d'une convention Cifre.

# Remerciements

Ce travail de thèse est le résultat d'une collaboration entre la société Trelleborg boots, le laboratoire GeM de l'école Centrale de Nantes ainsi que l'ANRT autour d'une convention CIFRE.

Pour commencer, je tenais à remercier Stéphane Méo et Alexander Lion d'avoir accepté de reporter ma thèse, du temps qu'ils y ont consacré et de leurs retours, aussi bien dans les rapports que lors des discussions. Je souhaite également remercier Julie Diani d'avoir présidé le jury de soutenance et Philippe Pilvin de m'avoir suivi tout au long de ma thèse. Plus généralement, je remercie chaleureusement tous les membres du jury d'avoir étudié mes travaux et de m'avoir fait part de leurs questions et leurs idées, me permettant d'envisager mes travaux sous un jour différent.

Je souhaite de plus remercier l'ensemble de la société Trelleborg Boots et plus précisément mes encadrants : Frédéric Maitay et Jean-Charles Guldner. Merci d'avoir répondu patiemment à toutes mes interrogations, de m'avoir accompagné et de m'avoir donné assez de liberté pour étudier une grande variété de sujets tout en sachant me remettre sur les rails lorsqu'il le fallait. Je tenais, de plus, à remercier Vincent pour son aide précieuse tout au long de ces trois ans.

Mes remerciements vont ensuite à mes tuteurs au laboratoire GeM : Laurent Gornet, Patrick Rozycki et Gilles Marckmann. Merci de m'avoir suivi et d'avoir participé à faire de moi la personne que je suis aujourd'hui. Je remercie de plus Pierrick Guegan et Franck Pasco pour leur appui lors des (nombreuses) campagnes d'essai. Plus généralement, je tenais à remercier l'ensemble des équipes MS et PMM (doctorants et permanents) pour les nombreuses discussions enrichissantes et tous ces bons moments partagés. J'aimerai de plus remercier les différents étudiants qui ont contribué à ma thèse par leurs projets et leurs stages : Philippe, Elias, Jules, Nicolas, Etienne, Guilherme et Nizar.

Pour finir, je remercie Mylène pour son aide tout au long de la dernière année de thèse. Je tenais à remercier du fond du cœur tous mes amis, dont la présence indéfectible m'est extrêmement précieuse. Finalement, je remercie mes parents et ma famille pour leur soutien sans faille depuis toujours.



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>10</b>
<b>I Description des conditions d'utilisation des soufflets et caractérisation du comportement des matériaux thermoplastiques élastomères copolyester-ether</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 : Présentation des soufflets de joints homocinétiques et des matériaux TPE-E</b>	<b>15</b>
1.1 Objet d'étude . . . . .	16
1.1.1 Introduction générale . . . . .	16
1.1.2 Présentation du soufflet . . . . .	17
1.1.3 Sollicitations d'un soufflet . . . . .	19
1.1.4 Comportement mécanique du soufflet . . . . .	20
1.1.5 Choix du matériau de soufflet . . . . .	21
1.1.6 Conclusion . . . . .	22
1.2 Présentation du matériau de l'étude . . . . .	23
1.2.1 Description générale . . . . .	23
1.2.2 Morphologie du matériau . . . . .	24
1.2.3 Comportement des polymères semi-cristallins sous contrainte . . . . .	26
1.2.4 Comportement des thermoplastiques élastomères sous contrainte . . . . .	32
1.2.5 Comportement macroscopique des thermoplastiques élastomères . . . . .	32
1.2.6 Conclusion sur le matériau . . . . .	34
<b>Chapitre 2 : Caractérisation expérimentale du matériau</b>	<b>37</b>
2.1 Introduction . . . . .	38
2.2 Méthodes . . . . .	38
2.2.1 Eprouvettes . . . . .	38
2.2.2 Machines d'essai . . . . .	40
2.2.3 Autre matériel utilisé . . . . .	41
2.2.4 Hypothèses, notations et définitions . . . . .	42
2.3 Caractérisation physique . . . . .	43
2.3.1 Analyse par DSC . . . . .	43
2.3.2 Analyse par DMA . . . . .	44
2.3.3 Conclusion . . . . .	45
2.4 Caractérisation mécanique dans le cas de chargements de traction . . . . .	46

2.4.1	Essais à rupture . . . . .	46
2.4.2	Etude de l'anisotropie du matériau . . . . .	48
2.4.3	Etude de la variation de volume du matériau au cours d'un essai . . . . .	49
2.4.4	Influence du type d'éprouvettes . . . . .	51
2.4.5	Essais cyclés : mise en évidence de la plasticité et de l'endommagement . . . . .	52
2.4.6	Essais cyclés à amplitude de charge constante . . . . .	54
2.4.7	Essais cyclés : influence du cyclage sur le comportement . . . . .	56
2.4.8	Essais cyclés interrompus . . . . .	59
2.4.9	Essais cyclés interrompus : influence de la vitesse de chargement . . . . .	62
2.4.10	Comparaison des différents types d'essais . . . . .	65
2.4.11	Essais de relaxation aux temps longs . . . . .	67
2.5	Essais multiaxiaux . . . . .	69
2.5.1	Comparaison traction-compression . . . . .	69
2.5.2	Etude de chargement alterné traction-compression . . . . .	70
2.5.3	Evolution du cycle stabilisé lors d'essais alternés . . . . .	72
2.5.4	Essai de torsion . . . . .	73
2.6	Effet de l'environnement . . . . .	74
2.6.1	Effet de la graisse . . . . .	74
2.6.2	Effet de la température . . . . .	75
2.7	Conclusion . . . . .	76

## II Modélisation du comportement mécanique des thermoplastiques élastomères 79

<b>Chapitre 3 : Modèles adaptés aux élastomères et aux thermoplastiques</b>	<b>81</b>	
3.1	Introduction . . . . .	82
3.2	Modèles rhéologiques . . . . .	82
3.2.1	Introduction des éléments rhéologiques . . . . .	82
3.2.2	Assemblage d'éléments rhéologiques . . . . .	83
3.3	Bibliographie sur les modèles existants . . . . .	84
3.3.1	Introduction . . . . .	84
3.3.2	Modèles dédiés aux caoutchoucs . . . . .	84
3.3.3	Introduction sur les modèles dédiés aux thermoplastiques . . . . .	85
3.3.4	Présentation des modèles dédiés aux thermoplastiques . . . . .	87
3.3.5	Conclusion . . . . .	91
3.4	Approche proposée . . . . .	91
3.5	Présentation du formalisme et des notions utilisées . . . . .	93
3.5.1	Présentation du cadre thermodynamique . . . . .	93
3.5.2	Hyperélasticité dans le cas de solides incompressibles . . . . .	95
3.5.3	Modèles hyperélastiques . . . . .	96
3.5.4	Milieu à plusieurs configurations . . . . .	97
3.6	Conclusion . . . . .	99

<b>Chapitre 4 :</b>	<b>Proposition de modèles de comportement adaptés aux TPE-E</b>	<b>101</b>
4.1	Modèle phénoménologique sans viscosité . . . . .	102
4.1.1	Introduction . . . . .	102
4.1.2	Modélisation de la plasticité à écrouissage isotrope . . . . .	102
4.1.3	Modélisation de l'endommagement isotrope . . . . .	104
4.1.4	Résumé des équations et schéma d'intégration . . . . .	105
4.1.5	Identification . . . . .	106
4.1.6	Résultats . . . . .	108
4.1.7	Conclusion . . . . .	109
4.2	Modèle phénoménologique complet . . . . .	110
4.2.1	Introduction . . . . .	110
4.2.2	Modélisation de la viscosité . . . . .	111
4.2.3	Modélisation de l'écrouissage cinématique . . . . .	113
4.2.4	Théorie endochronique . . . . .	115
4.2.5	Schéma d'intégration temporelle . . . . .	116
4.2.6	Résumé des équations du modèle . . . . .	117
4.2.7	Identification . . . . .	117
4.2.8	Résultats . . . . .	118
4.2.9	Modification du modèle, résumé des équations et des paramètres . . . . .	120
4.2.10	Identification . . . . .	121
4.2.11	Résultats . . . . .	122
4.2.12	Conclusion . . . . .	125
4.3	Résultats obtenus après implémentation dans un logiciel éléments finis . . . . .	126
4.3.1	Validation dans le cas d'un seul élément . . . . .	126
4.3.2	Comparaison avec les résultats en torsion . . . . .	126
4.4	Conclusion . . . . .	128
<b>III</b>	<b>Etude de durabilité : vers la fatigue</b>	<b>133</b>
<b>Chapitre 5 :</b>	<b>Etude de la fatigue à grand nombre de cycle des TPE-E</b>	<b>135</b>
5.1	Introduction . . . . .	136
5.2	Bibliographie sur la fatigue des polymères . . . . .	137
5.2.1	Introduction . . . . .	137
5.2.2	Fatigue des Caoutchoucs . . . . .	137
5.2.3	Bibliographie sur la fatigue des polymères semi-cristallins . . . . .	138
5.2.4	Fatigue des thermoplastiques . . . . .	139
5.2.5	Conclusion . . . . .	139
5.3	Courbe de Wöhler du matériau . . . . .	140
5.3.1	Méthodes . . . . .	140
5.3.2	Choix d'un critère de fin de vie . . . . .	142
5.3.3	Courbe de Wöhler en déplacement . . . . .	142
5.3.4	Conclusion . . . . .	143
5.4	Méthode rapide de détermination de la limite de fatigue . . . . .	143

5.4.1	Bibliographie . . . . .	143
5.4.2	Approche proposée et méthode . . . . .	146
5.4.3	Etude de différents indicateurs . . . . .	148
5.4.4	Conclusion partielle . . . . .	152
5.4.5	Résultats pour des éprouvettes diabolo . . . . .	156
5.4.6	Conclusion . . . . .	160
5.5	Influence du ratio $R_{\varepsilon^v}$ , de la température et du procédé . . . . .	162
5.5.1	Influence du ratio $R_{\varepsilon}$ sur la durée de vie . . . . .	162
5.5.2	Influence de la température ambiante et du procédé . . . . .	163
5.6	Conclusion . . . . .	165
<b>Chapitre 6 : Influence de la graisse sur le comportement du matériau</b>		<b>167</b>
6.1	Introduction . . . . .	168
6.1.1	Problématique . . . . .	168
6.1.2	Bibliographie . . . . .	169
6.2	Etude du phénomène d'absorption . . . . .	171
6.2.1	Objectif . . . . .	171
6.2.2	Méthode . . . . .	171
6.2.3	Résultats bruts . . . . .	172
6.2.4	Modélisation de l'absorption de graisse . . . . .	173
6.2.5	Prédiction du temps de saturation des différents types d'éprouvette . . . . .	175
6.2.6	Conclusion . . . . .	176
6.3	Etude du vieillissement du matériau . . . . .	177
6.3.1	Méthodes . . . . .	177
6.3.2	Résultats des essais mécaniques . . . . .	178
6.3.3	Modification des conditions expérimentale pour la prise en compte de l'oxydation . . . . .	182
6.3.4	Mise en évidence du caractère hétérogène du vieillissement . . . . .	185
6.3.5	Conclusions sur les essais de vieillissement . . . . .	186
6.3.6	Méthodes proposées pour le post-traitement des essais . . . . .	186
6.3.7	Conclusion . . . . .	190
<b>Conclusion et perspectives</b>		<b>193</b>
<b>Annexes</b>		<b>201</b>
<b>Chapitre A : Annexe Définition de l'amplitude transverse d'un cycle</b>		<b>201</b>
<b>Chapitre B : Annexe Comparaison traction-compression</b>		<b>203</b>
<b>Chapitre C : Annexe Assemblage d'éléments rhéologiques dans le cadre des grandes déformations</b>		<b>205</b>
C.1	Idée principale . . . . .	205
C.2	Rappel des notations . . . . .	205
C.3	Assemblage en parallèle . . . . .	206
C.4	Assemblage en série . . . . .	206

<b>Chapitre D :</b>	<b>Annexe Démonstration de la conservation de l'incompressibilité</b>	<b>209</b>
<b>Chapitre E :</b>	<b>Annexe Schémas d'intégration temporelle</b>	<b>211</b>
<b>Chapitre F :</b>	<b>Annexe Influence du rapport de déformation vraie <math>R_\epsilon</math></b>	<b>215</b>
<b>Chapitre G :</b>	<b>Annexe Résultats expérimentaux de vieillissement du matériau</b>	<b>217</b>
G.1	Vieillissement à l'air . . . . .	218
G.1.1	Essais de traction monotone à rupture . . . . .	218
G.1.2	Essai de traction cyclée à rupture . . . . .	219
G.1.3	Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture . . . . .	220
G.2	Vieillissement à la graisse CVS1 . . . . .	221
G.2.1	Essais de traction monotone à rupture . . . . .	221
G.2.2	Essai de traction cyclée à rupture . . . . .	223
G.2.3	Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture . . . . .	226
G.3	Vieillissement à la graisse TP1 . . . . .	229
G.3.1	Essais de traction monotone à rupture . . . . .	229
G.3.2	Essai de traction cyclée à rupture . . . . .	231
G.3.3	Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture . . . . .	234
G.4	Essais d'oxydation . . . . .	236
G.4.1	TP1 . . . . .	236
G.4.2	CVS1 . . . . .	237
<b>Chapitre H :</b>	<b>Annexe Mesures d'échauffement des soufflets sur banc</b>	<b>239</b>

## Introduction

Cette thèse porte sur l'étude du comportement mécanique des joints homocinétiques (aussi connus sous le nom "soufflets de cardan") développés pour des véhicules automobiles par la société Trelleborg Boots. Les joints homocinétiques sont des liaisons mécaniques permettant l'articulation de l'axe de rotation des roues lors d'un changement de direction ou son enfoncement lors d'un choc. Ils permettent de plus de garantir une vitesse uniforme entre les différents arbres en rotation. Cette liaison complexe et fragile est lubrifiée à l'aide de graisse afin de minimiser les frottements entre ses différentes parties. Le soufflet sert donc de protection mais a aussi et surtout une fonction d'étanchéité afin de maintenir la graisse dans le joint homocinétique et d'empêcher l'intrusion de corps étrangers (poussières, graviers, ...). Ainsi la rupture de cette pièce vient perturber fortement le bon fonctionnement des véhicules et implique rapidement une réparation avec un prix de main d'œuvre important.

En bureau d'étude, la durabilité des soufflets est validée à l'aide d'essais sur banc avant leur mise en production. Ces tests sont censés reproduire de manière accélérée l'ensemble des sollicitations que les pièces subissent au cours de leur vie dans des conditions réelles d'utilisation. Dans le but d'améliorer la durabilité de ses produits tout en diminuant la durée de leur conception, l'entreprise Trelleborg Boots a entrepris une collaboration avec l'institut de recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM) situé à l'Ecole Centrale de Nantes. L'objectif de ce partenariat est le développement d'un critère permettant la prédiction de la durée de vie des soufflets de joints homocinétiques à l'aide d'outils numériques tels que la méthode des éléments finis. Le but de ce mémoire est de présenter les premiers travaux entrepris.

Le chapitre 1 portera sur la description précise des sollicitations subies par les soufflets lors de leur fonctionnement. Nous montrerons ensuite que seuls les matériaux de la famille des polymères ThermoPlastiques Élastomères copolyester-ether (TPE-E) sont assez souples et résistants pour être utilisés dans ces conditions de chargement extrêmes. Les propriétés particulières de ces matériaux copolymères à blocs utilisés pour les soufflets sont le résultat de leur structure chimique et microscopique complexe qui sera décrite lors de la fin du premier chapitre. Nous y verrons que les TPE-E sont semi-cristallins à température ambiante et que, comme leur nom l'indique, la réponse mécanique sous contrainte présente des caractéristiques hybrides car empruntées à la fois aux élastomères caoutchoutiques et aux thermoplastiques.

Un matériau TPE-E de référence est choisi pour ces travaux et nous présenterons dans le chapitre 2 une caractérisation expérimentale des propriétés de ce dernier au travers d'essais de DSC, DMA et d'essais mécaniques. L'influence de paramètres tels que la température et le conditionnement du matériau à la graisse sera étudiée. Ainsi à la fin de cette première partie, nous aurons identifié à la fois les conditions d'utilisation des soufflets et les caractéristiques du comportement mécanique des TPE-E. L'ensemble de ces connaissances servira de base à la construction de modèle de comportement et d'un critère de durabilité.

Dans le cas des soufflets, les essais de durabilité réalisés sur banc sont totalement caractérisés par la connaissance du matériau et de la graisse imposés par le client, de la géométrie du soufflet proposée et du cycle de chargement thermo-mécanique effectué. Dans le cadre de ces premiers travaux, nous choisissons de continuer à travailler avec le matériau de référence ayant fait précédemment l'objet d'une caractérisation expérimentale. La démarche d'étude proposée se décompose ensuite en deux

axes.

Le premier axe a pour but de dissocier la géométrie du soufflet des autres paramètres et ainsi pouvoir identifier les propriétés inhérentes au matériau grâce à des éprouvettes avec une géométrie simple. Pour cela nous proposons de construire un modèle de comportement mécanique en grandes déformations, prenant en considération la température et l'influence de la graisse sur le matériau (ou vieillissement). Les premiers travaux effectués font l'objet de la partie II de ce manuscrit. Plus précisément, nous avons choisi dans un premier temps de nous restreindre à la modélisation du comportement mécanique à température ambiante constante et pour un vieillissement donné. Ainsi le chapitre 3 porte sur les modèles utilisés dans la littérature pour les élastomères et des thermoplastiques. Nous en profiterons pour introduire le cadre thermodynamique, les éléments rhéologiques et les notations que nous utiliserons. Aucun modèle à ce jour ne semble pouvoir capturer à la fois le comportement et l'ensemble des effets visqueux (nécessaires pour les calculs thermo-mécanique futurs) des matériaux TPE-E. Nous nous appuyons donc sur les constatations expérimentales de la partie précédente pour la construction de nouveaux modèles phénoménologiques présentés dans le chapitre 4. Plus précisément, deux modèles de comportement mécaniques dédiés au TPE-E ont été proposés. Le premier est de type hyperélastique-plastique endommageable et est nommé PSV (pour modèle Phénoménologique Sans Viscosité). Le second, nommé PC pour Phénoménologique Complet, intègre en plus les effets visqueux ainsi que la prise en compte de l'écroutissage cinématique. Les deux modèles de comportement à variables internes ont été développés dans le cadre des grandes transformations. La mise en œuvre dans le cadre éléments finis est effectuée et présentée sur des exemples d'éprouvettes massives n'ayant pas servi à la base d'identification du modèle de comportement.

En parallèle de la partie modélisation, la partie III porte sur les mécanismes limitant la durée de vie des soufflets. Cette étude de durabilité est restreinte à deux mécanismes identifiés comme ayant la plus forte influence. Ainsi d'une part le chapitre 5 présente nos travaux sur la fatigue à grand nombre de cycles. Une courbe de Wöhler est construite et permet d'identifier une limite de fatigue du matériau. Afin de diminuer le temps de détermination de cette valeur, une méthode de détermination rapide de la limite de fatigue est mise en place. Différents indicateurs sont proposés, étudiés et trois d'entre eux sont validés. Ceux-ci sont immédiatement utilisés pour la détermination de l'influence de rapport de charge sur la valeur de limite de fatigue obtenue. Pour finir, quelques essais sont effectués pour quantifier l'influence de la température et du procédé de fabrication des éprouvettes sur la durée de vie du matériau en fatigue. D'autre part, le chapitre 6 est consacré à l'interaction entre la graisse et le matériau au travers de deux phénomènes. Le vieillissement physique est d'abord caractérisé au travers du phénomène d'absorption de la graisse dont la cinétique est modélisée en fonction de la température. Cette partie permet de valider la procédure de conditionnement des éprouvettes en vigueur dans l'entreprise et mise en place pour déterminer les propriétés mécaniques du matériau dans un état proche de celui du soufflet. Le vieillissement chimique est ensuite étudié au travers de l'évolution des propriétés du matériau au cours du temps pour différentes températures. Plusieurs mécanismes de vieillissement sont identifiés et l'influence de la méthode d'essai sur les résultats obtenus est étudiée. Pour finir, une modélisation du phénomène est effectuée à l'aide de la loi d'Arrhenius.

Enfin, nous concluons ce document par une synthèse générale des travaux qui ont été menés. Nous nous attarderons, par la suite, à exposer l'ensemble des perspectives qui permettront, à

terme, de pouvoir disposer d'une procédure expérimentale fiable et d'outils numériques robustes pour la détermination de la durée de vie des soufflets, et ce quelles que soient les conditions environnementales (température et graisse) dans lesquels ils évoluent.

## Première partie

Description des conditions  
d'utilisation des soufflets et  
caractérisation du comportement des  
matériaux thermoplastiques  
élastomères copolyester-ether



# Chapitre 1

## Présentation des soufflets de joints homocinétiques et des matériaux TPE-E

**Résumé :** Ce chapitre présente les soufflets de joints homocinétiques qui sont l'objet ces travaux. La sévérité des conditions d'utilisation de ces pièces ne permettent d'utiliser qu'un nombre restreint de matériaux, presque tous de la famille des copolymères à blocs thermoplastiques élastomères copolyester-ether ou TPE-E. Les propriétés de résistance à l'environnement (large gamme de température, graisse) et de souplesse de ces matériaux sont hérités de leur structure moléculaire complexe. En particulier, les TPE-E étant semi-cristallins dans la gamme de température étudiée, ce chapitre se clôture sur la description de l'évolution sous-contrainte de la microstructure de ce type de matériau et de l'impact de cette évolution sur le comportement mécanique macroscopique.

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Objet d'étude</b>	<b>16</b>
1.1.1	Introduction générale	16
1.1.2	Présentation du soufflet	17
1.1.3	Sollicitations d'un soufflet	19
1.1.4	Comportement mécanique du soufflet	20
1.1.5	Choix du matériau de soufflet	21
1.1.6	Conclusion	22
<b>1.2</b>	<b>Présentation du matériau de l'étude</b>	<b>23</b>
1.2.1	Description générale	23
1.2.2	Morphologie du matériau	24
1.2.3	Comportement des polymères semi-cristallins sous contrainte	26
1.2.4	Comportement des thermoplastiques élastomères sous contrainte	32
1.2.5	Comportement macroscopique des thermoplastiques élastomères	32
1.2.6	Conclusion sur le matériau	34

---

## 1.1 Objet d'étude

### 1.1.1 Introduction générale

Bien que la roue remonte aux IV<sup>e</sup> millénaire avant J.-C., ce n'est qu'en 1769 qu'apparaît le premier véhicule automobile fonctionnel. Celui-ci se définit par opposition aux voitures à traction animale utilisées jusqu'alors, d'où sa désignation de voiture automobile (du grec *αυτοζ*, soi-même, et du latin "mobilis", mobile). Ce premier modèle est connu sous le nom de "fardier de Cugnot" en hommage à son créateur Nicolas Joseph Cugnot. Elle consiste en l'adaptation d'une machine à vapeur sur un châssis autonome. Toutefois, de nombreux problèmes techniques et sociaux ont restreint le développement de nouvelles générations de voitures automobiles.

Ce n'est qu'un siècle plus tard, lors de la révolution industrielle Européenne, qu'apparaît le moteur à combustion interne. Cette technologie va vite s'imposer devant ses concurrents (le moteur électrique et la machine à vapeur) et venir équiper un nombre grandissant de voitures. A la fin du XIX<sup>e</sup> siècle et malgré une popularité croissante grâce aux premiers records de vitesse, l'automobile reste un produit de luxe inadapté à une utilisation quotidienne par manque d'infrastructures routières.



FIGURE 1.1 – Publicité pour la Ford T, 1910, première voiture produite en grande série

Cette situation change au début du XX<sup>e</sup> siècle grâce à l'industriel Henry Ford. D'une part, celui-ci propose une organisation "scientifique" du travail (connue sous le nom de "fordisme") permettant d'augmenter les cadences de production. D'autre part, il mène une politique d'entreprise sociale illustrée par l'augmentation des salaires de ses ouvriers pour leur travail. En conséquence de l'augmentation du pouvoir d'achat d'une partie grandissante de la population et de la baisse des coûts de production, l'automobile devient accessible à la classe moyenne et se démocratise. La Ford T (figure 1.1), symbole de cette époque, est restée dans l'histoire comme la première voiture produite en grande série. On dénombre environ 16.5 millions d'exemplaires sortis des usines Ford entre 1908 et 1927.

Depuis cette époque, la production de voiture dans le monde, représentée sur la figure 1.2, ne cesse de croître [132]. La demande provenant dans un premier temps des pays ayant été au cœur de la révolution industrielle, les principaux producteurs automobiles sont encore aujourd'hui européens, américains ou japonais. Ainsi, pendant tout le XX<sup>e</sup> siècle, le nombre de voiture roulant sur les routes

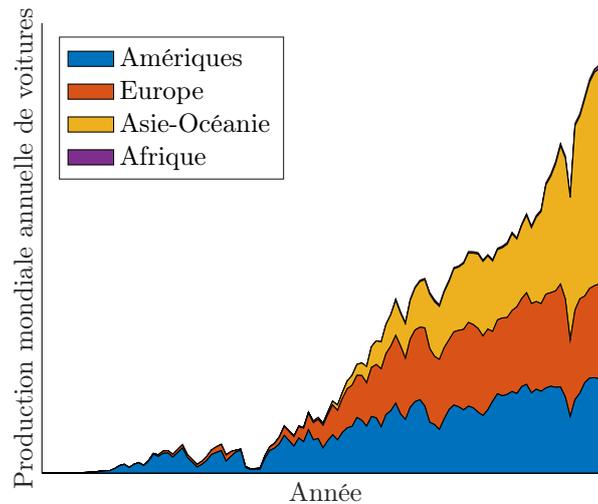


FIGURE 1.2 – Production mondiale d’automobiles de 1900 à 2018 [132]

occidentales n’a cessé de croître. La part des français possédant une voiture a été estimée à 83% en 2014. Ce chiffre est toutefois en stagnation depuis les années 1990. Actuellement, de nouveaux marchés se développent dans les pays émergents (Chine, Inde, Brésil. . .) depuis les années 1960, attirant de nombreux industriels. Cela a pour conséquence, la forte augmentation de la production mondiale de voiture depuis le début de XXI<sup>e</sup> siècle.

L’industrie automobile est aujourd’hui présente dans la plupart des pays du monde et regroupe cinq grandes familles d’acteurs :

- les constructeurs qui assemblent les véhicules à partir des pièces détachées fournies par les équipementiers ;
- les équipementiers qui fabriquent les pièces nécessaires aux véhicules ;
- les designers qui dessinent de nouveaux modèles ;
- les organismes de législation et de contrôle ;
- les concessionnaires ou les revendeurs.

La Business Unit Trelleborg Boots, entité du groupe Trelleborg, fait partie des équipementiers travaillant avec la plupart des constructeurs mondiaux. Elle est en charge de la conception et de la fabrication de soufflets de joints homocinétiques dont la fonctionnalité fait l’objet de la partie suivante.

### 1.1.2 Présentation du soufflet

La fonction principale d’un véhicule est le transport de personne ou de charges. Celle-ci est réalisée grâce à différents organes situés pour la plupart dans le train avant (partiellement représenté figure 1.3).

Plus précisément, le moteur (non représenté) convertit une énergie chimique ou électrique en énergie mécanique sous la forme d’un couple et d’une vitesse de rotation. L’ensemble {couple - vitesse de rotation} est ensuite adapté grâce à la boîte de vitesse et transmis aux roues à l’aide de l’arbre de transmission. Le conducteur impose la direction du véhicule par l’intermédiaire d’un volant. La rotation de celui-ci conduit à celle d’un pignon déplaçant la crémaillère de direction. Ce

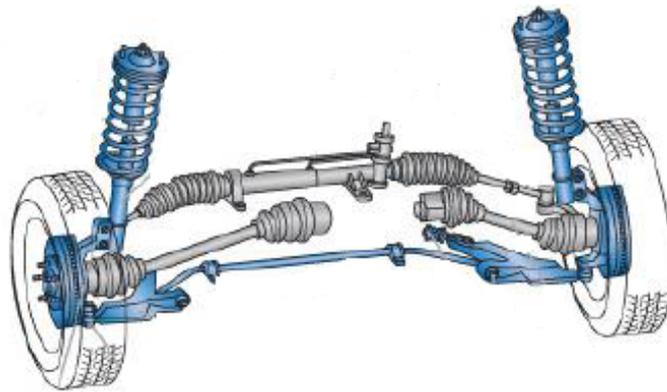


FIGURE 1.3 – Représentation simplifiée du train avant d'une automobile comportant 6 soufflets [88]

mouvement de translation modifie l'angle de braquage des roues par l'intermédiaire des biellettes de direction. Les roues ainsi orientées et soumises au couple du moteur <sup>(1)</sup> viennent entraîner le véhicule dans la direction voulue.

L'arbre de transmission (figure 1.4) possède en pratique deux articulations :

- la première côté roue (outboard) afin de permettre le braquage de la roue ;
- le seconde côté moteur/boîte de vitesse (inboard) afin de compenser les mouvements de translation relatifs entre la roue et le châssis de la voiture.

La transmission de l'énergie du moteur entre les différents segments de l'arbre de transmission est réalisée par des joints homocinétiques (ou plus simplement "cardans"). Plus précisément, la rotation homocinétique de l'ensemble est assurée par des technologies tels que les joints tripodes, cross groove, double offset, ...

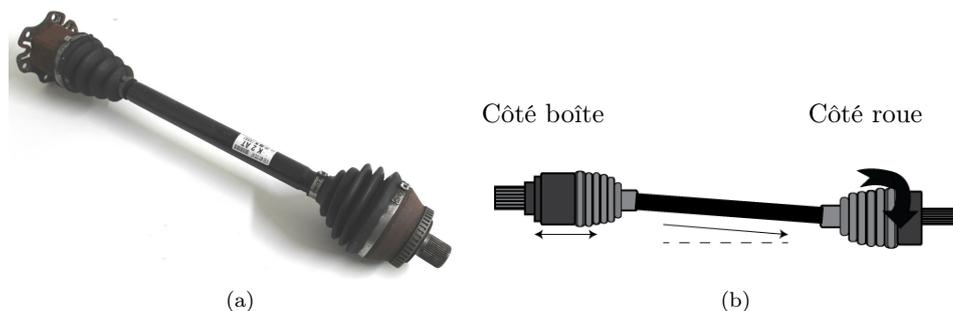


FIGURE 1.4 – Arbre de transmission avec des joints, (a) illustration, (b) schéma de principe)

Afin d'éviter tout échauffement ou usure prématuré des composants, de la graisse lubrifie les joints homocinétiques. L'étanchéité des liaisons mécaniques est assurée à l'aide de soufflets de deux types (figure 1.5) :

- les soufflets de direction ou R&P (Rack and Pinion) pour la crémaillère de direction ;
- les soufflets de joints homocinétiques ou CVJ boots (Constant Velocity Joints boots) pour les joints de homocinétiques.

(1). dans le cas des véhicules à traction avant uniquement



FIGURE 1.5 – (a) Soufflet de joints homocinétiques ou CVJ boots et (b) soufflet de direction ou R&P

Le bon fonctionnement de ces pièces permet à la fois d'éviter la perte de graisse et l'intrusion de corps étrangers dans la liaison. La suite de l'étude portera uniquement sur les soufflets de joints homocinétiques (CVJ boots).

### 1.1.3 Sollicitations d'un soufflet

Pour être mis en production, les soufflets dessinés par Trelleborg Boots doivent répondre à des spécifications fournies par les clients. Afin de démontrer la durabilité des pièces proposées, des essais sont réalisés dans les conditions réelles d'utilisation. Les soufflets, montés sur des arbres de transmission, sont placés dans des bancs d'essais spécifiques. Les tests mécaniques sont caractérisés par les paramètres suivant :

- l'angle entre les différentes parties de l'arbre de transmission ;
- la vitesse de rotation de l'arbre de transmission ;
- l'enfoncement de l'arbre dans les liaisons (écrasement longitudinal du soufflet) ;
- la température de l'essai ;
- le choix de la graisse.

**Angle :** A partir de ce point, nous allons distinguer l'étude des soufflets outboard et inboard. Conformément aux flèches sur la figure 1.4, les premiers seront sollicités uniquement en angle (maximum  $50^\circ$ ). Les seconds pourront de plus être sollicités dans le sens de leur longueur mais avec des amplitudes d'angle plus faibles (maximum  $25^\circ$ ).

**Vitesse de rotation :** Lors des tests de validation, les soufflets sont soumis à des vitesses de rotation comprises entre 0 et 2000 tours par minute, équivalentes à des fréquences de rotation entre 0 et 30 Hz. En faisant l'hypothèse qu'une roue de voiture possède un diamètre de 60 cm, le tableau 1.1 établit l'équivalence entre les grandeurs précédemment citées et la vitesse de la voiture sur route.

D'autre part, pour cause de limitations mécaniques des joints homocinétiques, la vitesse de rotation maximale est fonction de l'angle de braquage désiré. Ces informations sont aussi reportées dans le tableau 1.1.

**Enfoncement (plunge) :** Comme évoqué au paragraphe précédent, cette grandeur ne concerne

Vitesse de rotation (tr/min)	Fréquence (Hz)	Vitesse équivalente sur route (km/h)	Angle de braquage maximal (degrés)
250	4.17	28	40
500	8.33	56	40
750	12.5	84	35
1000	16.66	113	30
1250	20.83	141	25
1500	25	169	20
1750	29.66	198	15
2000	33.33	226	10

TABLEAU 1.1 – Angle maximal de braquage pour différentes vitesses de rotation

que les soufflets inboard. Elle correspond à la plage de déplacement longitudinal admissible.

**Température :** Afin de répondre aux conditions environnementale de l'ensemble des zones géographiques où les voitures peuvent être utilisées, la température minimale des spécifications est  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . D'autre part, le confinement des pièces à proximité du moteur et la possibilité d'un auto-échauffement lors d'une utilisation prolongée justifient l'étude de températures jusqu'à  $+130\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Graisse :** La graisse est choisie par le constructeur en fonction de l'application. Les soufflets servant à la maintenir dans le joint homocinétique, ceux-ci évoluent en permanence dans un milieu graisseux. Cette cohabitation peut modifier le comportement de la matière et la dégrader sur le long terme.

Le tableau 1.2 récapitule les ordres de grandeur des valeurs usuelles de ces spécifications d'essais :

Caractéristique	Inboard Joint	Outboard joint
Vitesse de rotation	0 - 2500 tr/min (0 - 30 Hz)	0 - 2500 tr/min (0 - 30 Hz)
Angle	$\pm 16^{\circ}$	$\pm 40^{\circ}$
Course	$\pm 10\text{ mm}$	0 mm
Température	$-40\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 140\text{ }^{\circ}\text{C}$	$-40\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 130\text{ }^{\circ}\text{C}$

TABLEAU 1.2 – Caractéristiques des essais relatifs aux joints

### 1.1.4 Comportement mécanique du soufflet

Pour finir la présentation du soufflet, nous allons expliciter quelques phénomènes qui apparaissent lors des essais sur banc :

- l'auto-contact résulte du contact entre les différentes spires du soufflet lors de la mise en angle (figure 1.6) ;
- l'abrasion découle du point précédent, le contact entre les spires peut user le matériau par friction ;
- des ruptures en fatigue sont fréquemment constatées au creux des spires ;
- lors de la mise en température, l'air contenu dans le soufflet se dilate, entraînant un gonflement de ce dernier ;



FIGURE 1.6 – Profil du soufflet mis en angle

Nous rappelons ici que la fonction principale des soufflets est de garantir l'étanchéité des joints homocinétiques afin d'éviter les pertes de graisse et l'intrusion d'éléments extérieurs. Toutefois, l'abrasion et la fatigue mènent à la fin de vie de la pièce par la création d'orifices ou de fissures. En pratique, l'intégralité des soufflets de joints homocinétiques remplacés le sont à la suite d'une perte d'étanchéité par l'un des ces phénomènes. Il est donc primordial pour Trelleborg Boots de les connaître et de les maîtriser afin d'améliorer la qualité et la durabilité de ses produits. Le gonflement est de plus un phénomène critique car il modifie la répartition des contraintes dans le soufflet. Il est donc à prendre en compte dans les futures simulations afin d'en améliorer la représentativité.

### 1.1.5 Choix du matériau de soufflet

D'après les éléments des parties précédentes, le matériau admissible pour les soufflets de joints homocinétiques doivent présenter les propriétés suivantes :

- être utilisable pour des températures comprises entre  $-40\text{ °C}$  et  $+140\text{ °C}$  ;
- présenter une bonne résistance aux solvants chimiques (graisses mécaniques) et à l'abrasion ;
- avoir une bonne résistance à la fatigue.

De plus, si plusieurs matériaux sont possibles, on cherchera à minimiser les paramètres suivants :

- la raideur (afin de diminuer l'énergie nécessaire au braquage) ;
- le prix (afin de minimiser le coût de production).

Ces contraintes multiples servent d'entrées pour le logiciel d'aide au choix de matériau *CES selector*<sup>(2)</sup>. Le résultat est représenté figure 1.7. La famille des thermoplastiques élastomères ether-ester, ou TPC, est celle qui répond le mieux aux contraintes présentées précédemment. Ce type de matériau est celui utilisé en pratique par Trelleborg Boots pour les soufflets de joints homocinétiques. Développé depuis des années 1970, il est connu sous les noms commerciaux suivants : Arnitel, Elitel, Heraflex, Hytrel, Pibiflex, ... Cette famille de matériau peut être utilisée pour diverses applications : clavier, écouteur, joint d'étanchéité pour flacon de parfum, tuyau, gaine de tuyau,

(2). logiciel développé par l'entreprise Granta design permettant la comparaison et le filtrage d'un grand nombre de matériau à partir de critères spécifiés par l'utilisateur.

gaine de fil et de câble, etc. Toutefois son prix élevé le réserve pour des utilisations haut de gamme telles que les soufflets de joints homocinétiques ou des tuyaux haute pression.

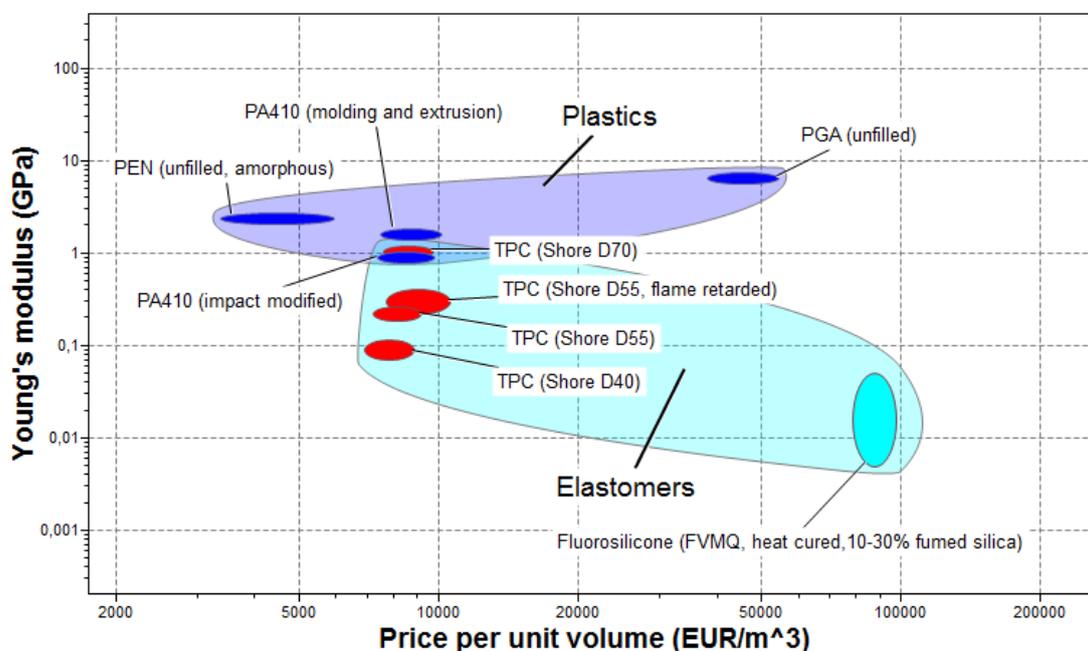


FIGURE 1.7 – Comparaison de la raideur et du prix des différents matériaux répondant aux contraintes spécifiées partie 1.1.5. Résultats obtenus à l'aide du logiciel *CES selector*

### 1.1.6 Conclusion

Nous avons dans un premier temps décrit l'objet industriel sur lequel porte cette étude : les soufflets de joints homocinétiques. Après avoir décrit les conditions d'utilisation de ces pièces, nous avons montré qu'un nombre restreint de matériaux peut être utilisé pour cette application parmi lesquels les copolymères à blocs thermoplastiques élastomères copolyester-ether (ou TPE-E ou TPC). Plus précisément, ils sont les seuls qui possèdent à la fois une résistance importante à des conditions environnementales extrêmes (graisse et grande plage de température d'utilisation) et une souplesse suffisante pour subir de grandes amplitudes de déformation. Nous verrons dans la section suivante que ces propriétés sont le résultat de la structure moléculaire très particulière des copolymères à blocs.

Les TPE-E ne servant que pour des applications très spécifiques, nous étendrons la partie suivante à l'étude d'autres thermoplastiques élastomères comme les TPE-U (TPE de polyuréthane), les TPE-S (TPE styrénique) et les TPE-A (copolyamide thermoplastique).

## 1.2 Présentation du matériau de l'étude

### 1.2.1 Description générale

Les travaux présentés ici seront centrés sur l'étude d'un thermoplastique produit depuis les années 1970. Comme évoqué dans la partie précédente, le matériau choisi fait partie de la famille des thermoplastiques élastomères copolyesters-ether (ou COPE). Nous en présenterons ici les caractéristiques pertinentes pour notre étude, une analyse plus large pouvant être trouvée dans les travaux de Drobny [59].

La figure 1.8 montre que les COPE présentent des propriétés mécaniques intermédiaires entre les "engineering plastics" (traduit en français par "thermoplastiques techniques" contenant par exemple les ABS, PA, PEEK, Nylon, ...) et les caoutchoucs. La diversité de leurs compositions permet d'obtenir une zone élastique entre 7% (dureté shore D70) et 25% (dureté shore D40) et des déformations à rupture jusqu'à 500% de déformation.

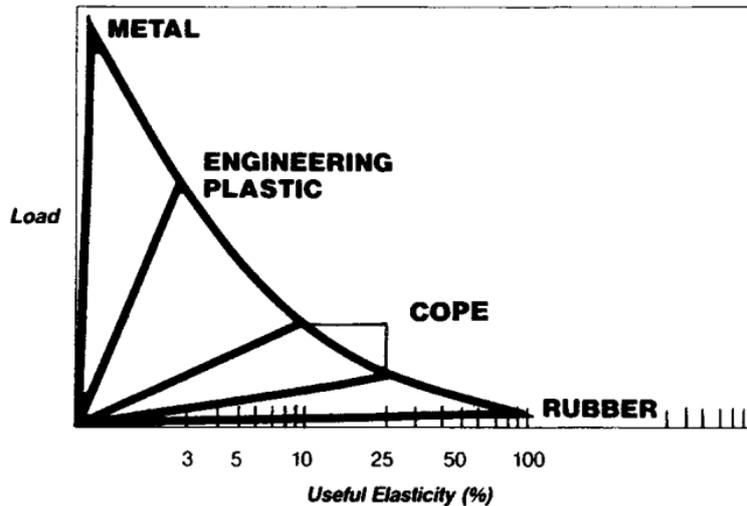


FIGURE 1.8 – Comparaison des propriétés élastiques de plusieurs familles de matériaux, d'après [59]

Lorsqu'ils sont utilisés dans la zone élastique, les COPE montrent une bonne résistance et très peu de perte de raideur pour des essais de fatigue ou de fluage. Leur échauffement sous chargement cyclique est aussi modéré en comparaison des caoutchoucs. Pour finir, ils disposent d'une bonne résistance aux phénomènes d'abrasion et aux solvants chimiques.

Dureté shore D	$T_g$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_C$ ( $^{\circ}\text{C}$ )
35	-40	156	107
40	-37	170	120
47	-45	208	170
55	-35	215	173

TABLEAU 1.3 – Evolution des températures de transition vitreuse ( $T_g$ ), de fusion ( $T_f$ ) et de recristallisation ( $T_C$ ) en fonction de la dureté du matériau

Ce matériau appartenant à la famille des thermoplastiques, il possède la capacité de fondre à haute

température, permettant sa mise en forme et sa recyclabilité. Ses températures caractéristiques sont présentées dans le tableau 1.3. On peut constater que ce type de matériau est semi-cristallin à température ambiante.

Pour finir, ce type de matériau a la particularité de conserver de très importantes déformations résiduelles suite à son étirement. A titre d'exemple, on peut constater des déformations résiduelles de 300% pour une déformation à rupture de 400%.

### 1.2.2 Morphologie du matériau

Les thermoplastiques élastomères copolyester-ether (TPE-E) font partie de la famille des copolymères à blocs. Par opposition aux homopolymères constitués de la répétition du même monomère et pouvant être représentés par la formule suivante :  $[-A-]_n$ , les copolymères sont composés de plusieurs monomères. Un copolymère est donc un mélange de deux polymères différents, ce mélange pouvant être diphasique (résultat de type  $[-A-]_n + [-B-]_n$ ) ou présenter des liaisons covalentes (résultat de type  $[-A_{n_1} - B_{n_2} -]_n$ ). Dans ce dernier cas on parle alors d'un copolymère à blocs [84]. Plus généralement, on trouve dans la littérature différentes architectures : dibloc, tribloc ou des multiblocs d'ordre plus haut [15]. L'influence du choix des différents monomères sur le comportement du matériau a été largement étudié au cours des dernières décennies [159].

Le matériau considéré dans cette étude est un thermoplastique élastomère copolymère à blocs composé :

- d'un copolyester considéré comme une phase rigide, pouvant cristalliser, et choisi pour sa résistance aux solvants chimiques (graisse de lubrification) et aux hautes températures ;
- d'un copolyether considéré comme une phase souple, ne pouvant pas cristalliser et choisi pour apporter de la flexibilité au matériau.

L'alternance de ces blocs permet, par exemple, de former des chaînes linéaires représentées schématiquement sur la figure 1.9 pour différentes fractions de phase souple (S) et rigide (E) [125].

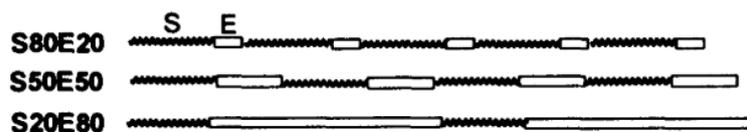


FIGURE 1.9 – Représentation des chaînes des copolymères à blocs en fonction de la fraction de phase souple (S) et rigide (E) [125]

Les copolymères diblocs, comme dans notre cas, représentent l'architecture moléculaire la plus simple des copolymères à blocs. De manière similaire à la majorité des mélanges entre plusieurs polymères, les blocs des copolymères s'organisent généralement de manière diphasique [15]. Toutefois, les liaisons covalentes des molécules permettent d'éviter une séparation macroscopique des phases dans le matériau. La configuration finale dépend principalement des quantités relatives de chaque composant, comme illustré sur la figure 1.10.

En considérant que les différents groupements peuvent cristalliser, la structure microscopique du matériau peut être schématisé de manière générale comme sur la figure 1.11. Ce type de matériau est appelé semi-cristallin. Plusieurs échelles peuvent être utilisées pour l'étudier :

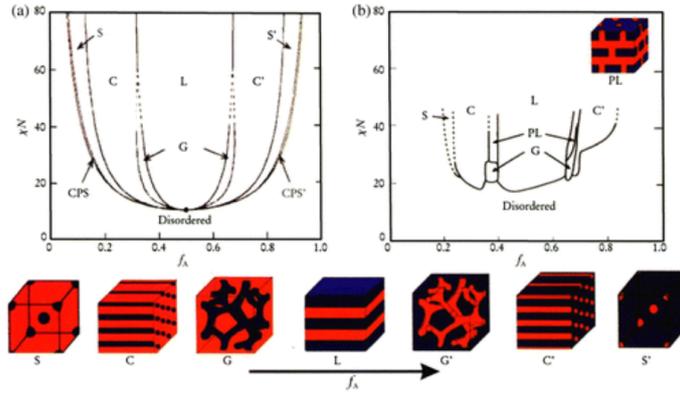


FIGURE 1.10 – Diagramme de phase pour un copolymère diblocs [15]

- l'échelle moléculaire où le comportement des chaînes de polymère et leurs interactions est étudiée;
- l'échelle microscopique où le matériau est considéré comme hétérogène et composé de domaines ayant des propriétés uniformes;
- l'échelle mésoscopique où le matériau est considéré comme homogène.

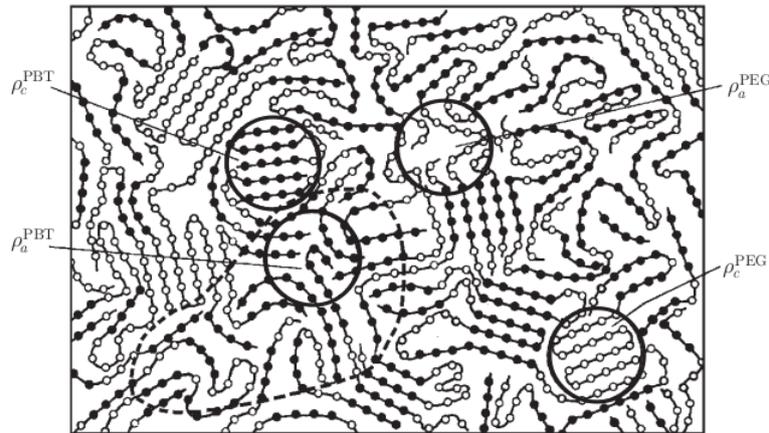


FIGURE 1.11 – Modèle d'un PEE composé de segments durs (PBT, points noirs) et de segments souples (PEG, points blancs) en quantités égales [68]

Plusieurs domaines peuvent être identifiés à l'échelle microscopique, ceux-ci sont indiqués par des cercles. On distingue :

- les cristallites parfaites composées de segments durs ( $\rho_c^{PBT}$ );
- les segments durs faisant partie d'une phase cristalline imparfaite ( $\rho_a^{PBT}$ );
- les cristallites parfaites composées de segments souples ( $\rho_c^{PEG}$ , constatées uniquement à basse températures);
- la phase amorphe composée de segments souples ( $\rho_a^{PEG}$ ).

Une analyse plus poussée du matériau à l'échelle microscopique, développée et référencée dans [68], permet de conclure à l'existence de deux types de phases amorphes. La première, largement majoritaire et que nous appellerons interfibrillaire, fait la liaison entre les phases cristallines. La

seconde est dite intrafibrillaire car emprisonnée à l'intérieur d'un réseau cristallin. Une représentation schématique de ce point est proposée sur la figure 1.12.

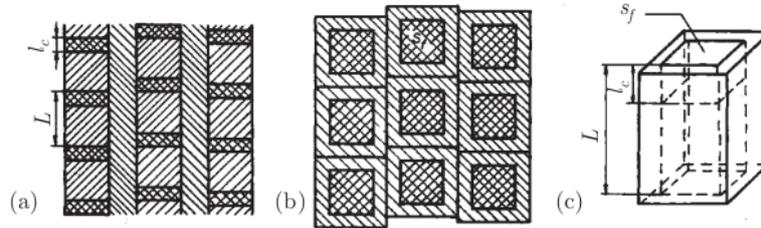


FIGURE 1.12 – Représentation schématique (a) latérale, (b) de la section et (c) vue tridimensionnelle de la structure polymère. Les zones rayées représentent la phase amorphe alors que celles en hachures croisées représentent la phase cristalline.  $L$  représente la périodicité spatiale du réseau cristallin,  $l_c$  l'épaisseur de la phase cristalline et  $s_f$  la section de la phase cristalline.

### 1.2.3 Comportement des polymères semi-cristallins sous contrainte

Il a été vu dans la partie 1.1.3 que les soufflets étaient utilisés à des températures entre  $-40^{\circ}\text{C}$  et  $+140^{\circ}\text{C}$ . Nous avons de plus vu dans la partie 1.2.1 que la température de transition vitreuse des matériaux TPE-E était de l'ordre de  $-40^{\circ}\text{C}$ , ce qui correspond à la plus petite température d'utilisation. On propose donc dans cette partie de développer les différents mécanismes physiques intervenants lors de la déformation de polymères semi-cristallins au-dessus de leur température de transition vitreuse. On fera ici principalement la synthèse de trois documents auxquels les lecteurs sont invités à se référer pour plus de détails :

- [14] (2010) : synthèse sur la plasticité dans les polymères semi-cristallins ;
- [165] (2014) : synthèse sur le phénomène de cavitation dans les polymères semi-cristallins ;
- [68] (2006) : étude centrée autour du comportement des thermoplastiques élastomères poly(ether-ester) à l'échelle nanoscopique et microscopique grâce à de la diffraction X aux petits angles (SAXS).

On rappelle dans un premier temps qu'il existe une forte différence de raideur entre la phase cristalline (dite "dure") et amorphe (dite "souple"). Ainsi, lorsqu'un échantillon est faiblement étiré (c'est à dire dans un régime linéaire de comportement), on peut montrer que les déformations de la phase cristalline sont négligeables par rapport à celles de la phase amorphe intercrystalline [134]. On fait l'hypothèse que, dans ce domaine de travail, les phases cristallines peuvent être considérées comme des solides (indéformables).

Il a été montré par Fischer [70] que, dans le cas où une chaîne contient plus qu'un certain nombre de monomère ( $10^3$ ) alors celle-ci peut à la fois appartenir à une phase amorphe et à une ou plusieurs phases cristallines. Ainsi, on peut considérer le polymère comme un réseau amorphe composé de volumes solides (cristallites) participants à la cohésion du réseau par un phénomène de réticulation. Toutefois, contrairement au cas de la réticulation des caoutchoucs vulcanisés, les lieux de réticulations ne sont pas ponctuels (environ de la taille d'un atome de soufre) mais volumiques (environ de la taille d'une cristallite).

Ainsi, en fonction de l'orientation des cristallites et des efforts appliqués plusieurs scénarios de déformation sont possibles. Ceux-ci sont représentés sur la figure 1.13. Dans le cas des petites

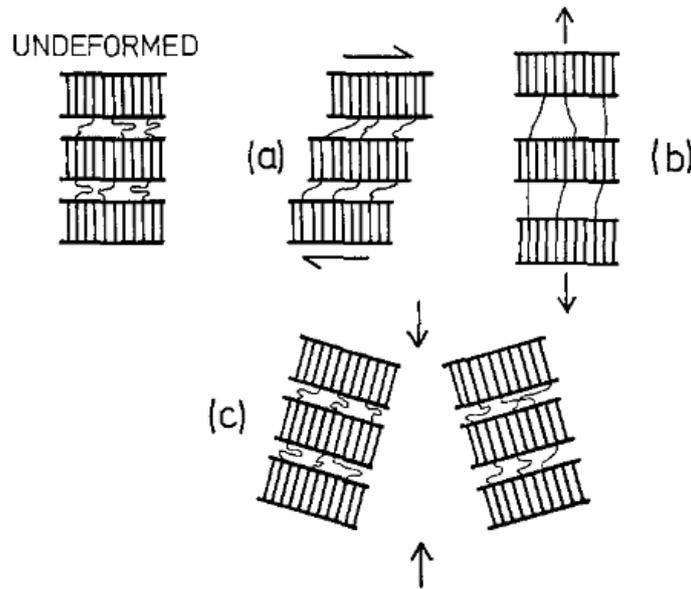


FIGURE 1.13 – Déformation de la phase amorphe. (a) Glissement inter cristallin, (b) Extension inter cristalline, (c) rotation des empilements de lamelles [25]

perturbations, les phénomènes présentés sont réversibles. De plus, on peut considérer la phase amorphe comme un milieu visqueux et que le comportement dans cette zone d'étude est de type visco-élastique.

Lorsque les déformations approchent la limite d'extensibilité des chaînes de la phase amorphe, de nouveaux mécanismes sont possibles. Le seuil d'apparition et l'intensité des phénomènes décrits dans cette partie dépendent à la fois de la constitution chimique du matériau, de la température et de la vitesse d'essai. On se propose donc de faire ici une description non exhaustive des comportements rencontrés dans la famille des matériaux semi-cristallins et dans celle polymères en général.

Deux premières hypothèses sont faites :

- ( $\mathcal{H}_1$ ) Les chaînes sont faiblement étirées (domaine linéaire de déformation) ;
- ( $\mathcal{H}_2$ ) Les cristallites sont indéformables.

On supposera de plus pour la suite l'hypothèse déjà évoquée auparavant :

- ( $\mathcal{H}_3$ ) Les chaînes des polymères étudiés sont plus longues que plusieurs fois l'épaisseur des cristallites.

Le cas des petites perturbations a été évoqué précédemment. On considère dans un premier temps que seules ( $\mathcal{H}_2$ ) et ( $\mathcal{H}_3$ ) restent vraies.

**Rotation des cristallites** Dans le cas où les chaînes sont assez longues pour faire partie de plusieurs cristallites ( $\mathcal{H}_3$ ), une orientation du réseau sous contrainte est possible. Plus précisément, on peut observer une orientation et un déplacement des phases cristallines (figure 1.14) afin d'accommoder la répartition des efforts dans le réseau. Cette transformation est facilitée dans le cas d'une hausse de la température, d'une faible densité de la phase amorphe ou d'une faible pression hydrostatique, ...

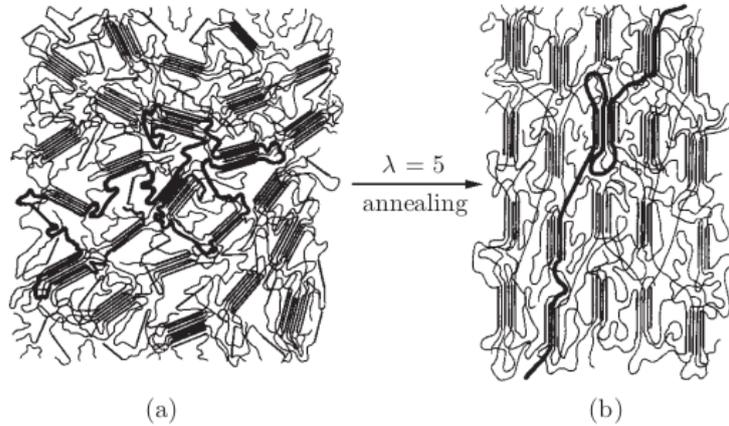


FIGURE 1.14 – Modèle schématique de la configuration de la matière dans le cas isotropique (a) et orienté (b). Le trait épais met en avant le comportement d’une chaîne, d’après [68].

Ce phénomène est réversible pour les petites amplitudes de déformation (petits angles). Le retour à l’équilibre peut être atteint pour des temps caractéristiques longs et accélérés par l’élévation de la température. Ce phénomène peut être modélisé comme de la viscoélasticité non linéaire. Lors d’extensions plus importantes, le réseau est fortement réarrangé. On observe alors macroscopiquement de la plasticité résiduelle et une perte d’isotropie. Toutefois, ce phénomène peut-être réversible grâce à un recuit.

**Glissement des cristallites** Une fois les chaînes de la partie amorphe en limite d’extensibilité et le réseau orienté, un mécanisme de glissement des chaînes est possible menant à un réarrangement fort de la structure. Schématisé sur la figure 1.15, il se produit en plusieurs phases. Dans un premier temps, les distances entre les phases cristallines augmentent dans le sens de l’allongement ( $L'_1$ ) (a). Une fois un état mécanique critique atteint ( $L''_1$ ), une partie des cristallites se déplacent dans le réseau jusqu’à une nouvelle position d’équilibre (b). Cet état voit donc cohabiter des structures {cristallites + chaînes amorphes} étirées ( $L'''_1$ ) et d’autres revenues à un état d’énergie inférieur ( $L'_2$ ) (c). Ce mécanisme se perpétue au fur et à mesure de l’allongement de l’échantillon (d-e-f). La transformation considérée ici est irréversible. On observe une réorganisation structurale du polymère qui se conserve lors de la décharge, aboutissant à une déformation résiduelle permanente à l’échelle macroscopique. Il s’agit donc, ici, d’un mécanisme pouvant expliquer la plasticité macroscopique du matériau.

**Fusion/solidification des cristallites** Un troisième mécanisme est illustré par la figure 1.16. Les valeurs des différents niveaux de déformation sont données à titre indicatif et dépendent du matériau. Comme évoqué précédemment pour de faibles extensions, on observe un alignement des cristallites dans le sens de la charge (configuration  $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = 50\%$ ) de manière réversible lorsque les sollicitations sont relaxées. Cette réversibilité est perdue pour de plus grandes sollicitations (configuration relaxée  $\varepsilon = 140\%$ ). Pour des allongements supérieures (cas où  $\varepsilon > 140\%$ ), on observe une fragmentation des cristallites. La taille des fragments diminue avec l’augmentation de l’allongement. Lorsque cet effet apparaît, les phases amorphes précédemment décrites comme intracristallines se déforment désormais au même titre que les phases intercristallines. Lorsque

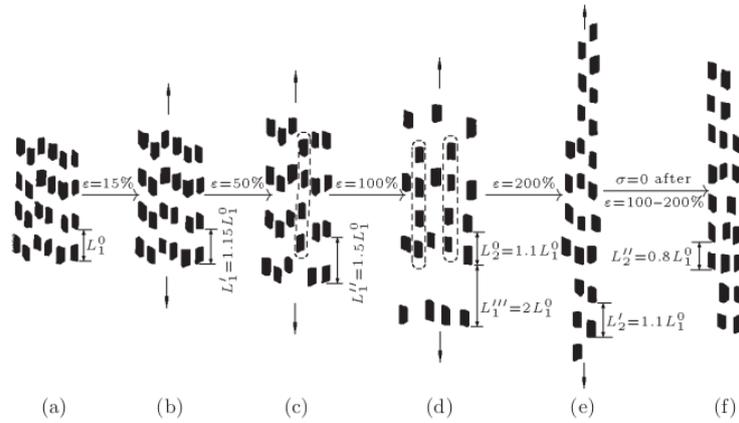


FIGURE 1.15 – Mécanisme de plasticité du matériau (seules les phases cristallines sont représentées) [68]

les contraintes sont relaxées, une reconstruction partielle ou complète de la phase cristalline peut être observée. Ce mécanisme est illustré en traction mais peut aussi intervenir dans le cas d'un chargement de compression [72].

Dans le cas de forts étirements, un phénomène de fusion-recristallisation sous contrainte peut exister [66]. Celui-ci est bien connu et largement étudié dans le cas de caoutchoucs [81].

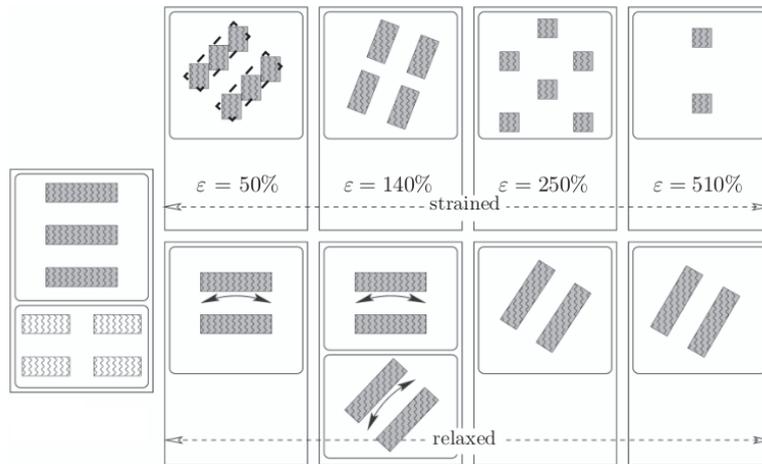


FIGURE 1.16 – Fonctionnement schématique du comportement de rotation et de rupture/formation des cristallites sous tension (haut) ou relâché (bas). Une configuration moins simplifiée et plus probable est indiquée à  $\epsilon = 50\%$  [68].

**Cavitation et création de vides** Un endommagement de la phase intercristalline du matériau peut être observé à la suite de la rupture des chaînes les plus sollicitées [115]. Ce phénomène est connu sous le nom de cavitation. Les cavités sont généralement localisées à l'interface entre les phases amorphes et cristallines (figure 1.17) et peuvent croître sous un chargement mécanique cyclique (on parle de fatigue) ou de fluage [221]. Des recherches récentes sur les copolymères à blocs ont montré que le phénomène de cavitation peut être favorisé par un état mécanique localement

multiaxial [134]. Cette situation est souvent rencontrée à l'interface des phases dans le cas de solides semi-cristallins.

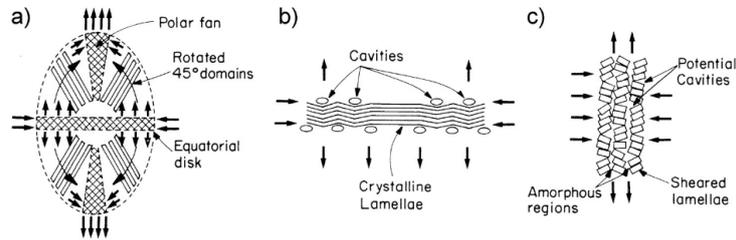


FIGURE 1.17 – (a) Déformation d'une sphérulite en traction, (b) rotation des lamelles et formation de cavité dans la zone équatoriale. (c) Des lamelles fragmentées peuvent aussi permettre la création de cavités [165].

Dans le cas de forts étirements (approche de la limite d'extensibilité des chaînes de la phase amorphe) ou de matériaux possédant une forte proportion cristalline (copolymères avec un pourcentage important de segments durs), les hypothèses  $\mathcal{H}_1$  et  $\mathcal{H}_2$  ne sont plus valides. A titre d'exemple, de récents travaux ont montré par méchano-luminescence la possibilité de rupture des liaisons covalentes des chaînes de polymère au-delà d'un certain niveau de déformation [39]. Cela s'observe macroscopiquement par une perte de raideur du matériau. Ce mécanisme avait été proposé auparavant par Marckmann *et al.* [136] pour les caoutchoucs.

On considère désormais que seule ( $\mathcal{H}_3$ ) reste vraie. Le comportement dépend alors de la constitution chimique de la phase cristalline. Plus précisément :

- si les liaisons entre les segments souples et rigides d'une même chaîne sont faibles, une décohésion des phases est possible ;
- si l'énergie de cohésion entre les segments rigides (intracristallins) est faible, cela peut conduire à une fracturation de la phase cristalline sous contrainte ;
- sinon, on peut observer des déformations élastiques et possiblement plastiques des phases cristallines.

**Comportement de la phase cristalline** Les cristallites dans le matériau possèdent une forte organisation intrinsèque, avec une orientation préférentielle. Lorsque l'état mécanique dépasse un certain seuil, on peut constater l'apparition de plasticité de la phase cristalline. La figure 1.18 représente les différents mécanismes de plasticité possibles. La présence de ces différents mécanismes et de leur intensité dépend du matériau et peuvent entrer en compétition [73]. Une analogie peut être faite entre le comportement de la phase cristalline et celui de grains composant les métaux.

Pour certains polymères, la cristallisation se fait sous forme de sphérulites dont l'évolution de la structure sous contrainte est l'objet de nombreux travaux [25, 53, 45]. Un résumé des mécanismes de déformation présents dans ces structures est présenté sur la figure 1.19.

Malgré la complexité apportée par l'arrangement tridimensionnel de la phase cristalline, les mécanismes identifiés ont tous été rappelés dans cette partie. Des études plus récentes [218, 217, 33, 177] montrent que la structure des copolymères à blocs est plus proche de celle présentée sur la figure 1.20 que de sphérulites. L'étude des copolymères polyurea à l'aide de diffusion X exhibe un com-

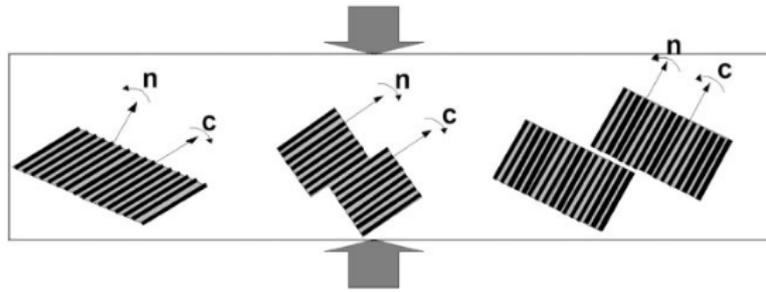


FIGURE 1.18 – Rotation de l'axe de la chaîne,  $c$  et de la normale des lamelles  $n$  produite par glissement fin de chaîne, glissement grossier de chaîne, cisaillement interlamellaire. Les flèches grises indiquent le sens de la compression [14].

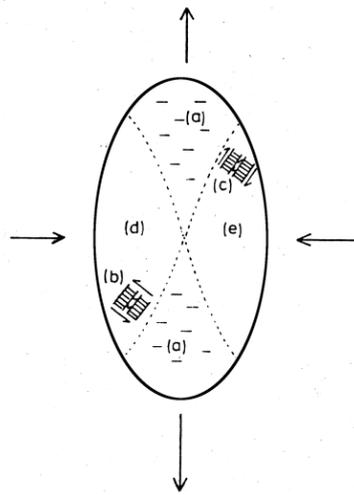


FIGURE 1.19 – Schéma des mécanismes de déformation possibles dans une sphérulite. (a) Fissuration dans les secteurs azimutaux, (b) Glissement dans le sens des chaîne, (c) Glissement interlamellaire, (d) Jumelage ou transformations martensitiques, (e) Glissement transversal [25].

portement proche de celui décrit sur la figure 1.16. Rinaldi *et al.* [177] apportent quelques résultats supplémentaires sur les polyurea :

- le point d'inflexion observé sur la courbe contrainte-déformation ne correspond pas à l'initiation de phénomènes irréversibles mais à un réarrangement réversible de la microstructure (rotation des domaines rigides, cisaillement local, ...)
- au delà d'un certain seuil de déformation, on observe une rupture irréversible des domaines rigides au cours du temps (existence d'une cinétique de rupture) ;
- cette microstructure évolue partiellement lors des cycles de décharge-recharge.

En conséquence de ces deux derniers points, on observe une perte de rigidité du matériau après le premier cycle de chargement. La réponse du matériau dépend également du chargement maximum rencontré. Ces caractéristiques sont analogues à celles de l'effet Mullins pour les caoutchoucs et décrit plus précisément dans la partie 2.4.5.

Les phénomènes décrits précédemment peuvent se retrouver dans certains homopolymères. Toutefois, le comportement des copolymères à blocs possède une complexité supplémentaire apportée

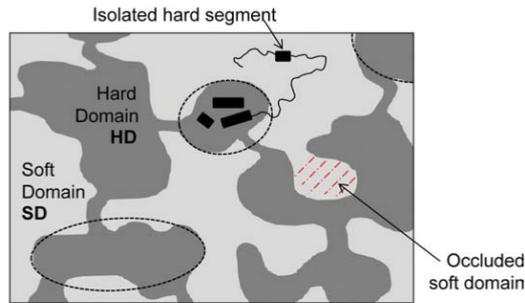


FIGURE 1.20 – Représentation schématique de la microstructure d'un polyurea (copolymère à bloc) [177].

par la cohabitation de plusieurs composants avec des comportements différents. Une analogie discutable pourrait être de considérer les copolymères à blocs comme composites à charges ou à fibres courtes et les homopolymères comme des monomatériaux. Le comportement de l'ensemble étant plus complexe que la somme des comportements des composants, les copolymères à blocs présentent des propriétés mécaniques complexes à l'échelle mésoscopique.

#### 1.2.4 Comportement des thermoplastiques élastomères sous contrainte

En conséquence de leur morphologie, les thermoplastiques élastomères sous contrainte présentent des comportements qui diffèrent de ceux rencontrés dans les caoutchoucs ou les plastiques. Il a été montré que la coexistence de plusieurs phases a de fortes conséquences sur le comportement en grandes déformations pour une large gamme de vitesse de déformation [215, 180]. Plus précisément, il a été montré que chacune des phases possède un temps de relaxation qui lui est propre. Cho *et al.* [37] proposent ainsi de négliger les phénomènes de relaxation de la phase amorphe devant celle de la phase rigide pour de faibles vitesses de déformation.

En plus de la dépendance à la vitesse de déformation, les copolymères à blocs présentent un fort adoucissement après un premier cycle de chargement, expliqué par la rupture irréversible des structures cristallines [177] et de fortes déformations résiduelles après étirement.

Pour finir, le comportement global de cette famille de matériau dépend du choix de la fraction des phases. D'après les travaux de [38] (figure 3.8), lorsque la proportion de phase rigide augmente :

- l'amplitude de fluage augmente ;
- la plasticité résiduelle augmente ;
- la raideur du matériau augmente.

#### 1.2.5 Comportement macroscopique des thermoplastiques élastomères

Cette partie a pour but de mettre en lumière le comportement particulier du copolymère à blocs thermoplastique élastomère étudié au travers d'un essai de traction et des éléments de la partie précédente. On comparera ensuite ce mécanisme à celui d'autres polymères. Cette partie se base sur les informations obtenues dans [68] et [59].

La figure 1.21 représente l'évolution de la contrainte en fonction de l'élongation lors d'un essai de

traction uniaxial sur un matériau proche de celui retenu dans cette étude. Plusieurs domaines sont distingués :

- I : domaine pseudo-élastique caractérisé par un fort module de Young ;
- II : domaine lié à la réorganisation de la microstructure sous tension, les cristallites viennent s'aligner dans le sens du chargement ;
- III : domaine marqué par la destruction de la phase cristalline et le glissement des chaînes jusqu'à la rupture, résultant en de fortes déformations résiduelles de la pièce.

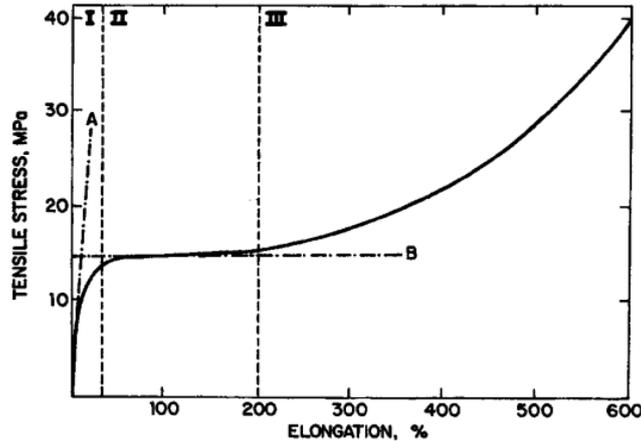


FIGURE 1.21 – Résultat d'un essai de traction uniaxiale sur un polyester avec 58% de 4GT (segments durs), évolution de la contrainte ingénieur  $\frac{F}{S_0}$  en fonction de la l'élongation  $\frac{\Delta L}{L_0}$  d'après [59]

Ce mécanisme est confirmé par Fakirov [68] au travers d'une étude à l'aide de diffraction par rayons X aux petits angles. Une version schématisée de ce mécanisme a déjà été présentée dans la partie précédente.

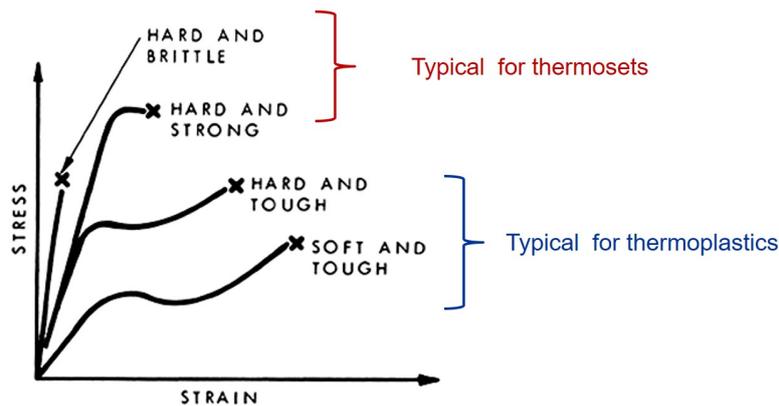


FIGURE 1.22 – Allure des courbes de traction de thermoplastiques et de thermodurcissables

Comme son nom de thermoplastique élastomère le sous entend, ce matériau présente l'échelle macroscopique un comportement intermédiaire entre plusieurs familles. Tout comme les élastomères, dont le caoutchouc est le plus illustre représentant, les TPE-E possèdent de grandes propriétés de déformations élastiques. Néanmoins, ces propriétés sont limitées par l'apparition de la plasticité

propre aux thermoplastiques. Toutefois, on ne retrouve pas le phénomène de chute de raideur après la limite d'élasticité, caractéristique de cette famille de matériau (figure 1.22). De même, le phénomène de “necking” (striction locale puis propagation de la striction) n'est pas observé. Une vue plus générale des différences entre les thermoplastiques et les élastomères est présentée dans le tableau 1.4. Une caractérisation complète des différents aspects de notre matériau fera l'objet du chapitre 2 de ces travaux.

	Thermoplastiques	Elastomères
Déformations $\frac{\Delta L}{L_0}$ maximales	<100%	jusqu'à 1200%
	hyperélasticité non linéaire	hyperélasticité non linéaire
Plasticité résiduelle	Importante	Très faible
Effet Mullins [54]	Oui	Oui
Striction/Concentration des contraintes	Oui	Non
Comportement visqueux	Oui	Oui
	Viscoélasticité et viscoplasticité	Viscoélasticité
Boucle d'hystérésis résiduelle [126]	Oui	Possible
Coefficient de Poisson	0.40 à 0.44	0.48 à 0.5

TABLEAU 1.4 – Résumé des caractéristiques des thermoplastiques et des élastomères

### 1.2.6 Conclusion sur le matériau

Les thermoplastiques élastomères copolyesters (COPE) appartiennent à une famille de matériau faisant la continuité entre le comportement mécanique des thermoplastiques techniques et des élastomères. Ces polymères semi-cristallins sont constitués de chaînes alternant des segments rigides (assurant la résistance du matériau) et des segments souples (lui apportant de la flexibilité). Les propriétés résultantes du matériau peuvent être adaptées en fonction des applications en ajustant la part de chacun des deux (ou plus) types de segments. Pour finir, il n'y a pas de mécanisme à l'échelle microscopique qui soit nouveau par rapport à ceux observés dans les thermoplastiques semicristallins ou dans les élastomères.

Toutefois, le comportement macroscopique résulte du mélange des phases cristallines et amorphes. On peut donc s'attendre à retrouver des phénomènes propres aux élastomères (grande déformation à rupture, effet Mullins, ...) et aux thermoplastiques (plasticité, ...) lors de la caractérisation du matériau. Plus précisément, on peut prédire un comportement en trois phases lors d'essais de traction monotone. Une première phase correspondant aux petites déformations dans le domaine viscoélastique. Une seconde phase associée à la réorganisation locale des microstructures et aboutissant à une viscoélasticité à long temps caractéristique. La troisième phase correspond à la rupture des domaines cristallins résultant à la fois à une forte perte de raideur du matériau mais aussi à des fortes déformations résiduelles dues à la réorganisation microscopique du polymère. Ces différents mécanismes internes serviront dans la suite de ces travaux à la fois pour l'interprétation des résultats obtenus lors des essais de caractérisation mais aussi pour la construction de modèles de comportement et l'analyse des essais de durabilité (fatigue à grand nombre de cycles et vieillissement).

A ce jour, les publications sur les TPE-E (et plus généralement tous les thermoplastiques élastomères) portent principalement sur leurs caractéristiques physico-chimiques ou leur comportement

lors d'essais de traction monotone à rupture. Ainsi, le comportement mécanique cyclé ou multiaxial des matériaux TPE fait l'objet de relativement peu de travaux par comparaison aux caoutchoucs ou aux thermoplastiques semi-cristallins. Le chapitre 2, à venir, portera donc sur la réponse mécanique d'un matériau thermoplastique élastomère copolyester-ether pour des sollicitations variés : cyclage, relaxation, alternance traction-compression, torsion . . .



## Chapitre 2

# Caractérisation expérimentale du matériau

**Résumé :** Ce chapitre présente une caractérisation expérimentale du comportement du matériau TPE-E étudié pour servir de base à la construction de modèles. Après avoir identifié les caractéristiques physiques du matériau au travers d'essais de DSC et de DMA, son comportement est étudié grâce à différents types d'essais (traction, alternance traction-compression et torsion) et différentes conditions d'environnement (température et graisse). Le matériau ainsi caractérisé présente une perte de raideur dépendant de l'élongation maximale et de fortes déformations résiduelles. De plus, il possède de forts effets visqueux avec différents temps caractéristiques variant de quelques secondes à plusieurs heures.

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>38</b>
<b>2.2</b>	<b>Méthodes</b>	<b>38</b>
2.2.1	Eprouvettes	38
2.2.2	Machines d'essai	40
2.2.3	Autre matériel utilisé	41
2.2.4	Hypothèses, notations et définitions	42
<b>2.3</b>	<b>Caractérisation physique</b>	<b>43</b>
2.3.1	Analyse par DSC	43
2.3.2	Analyse par DMA	44
2.3.3	Conclusion	45
<b>2.4</b>	<b>Caractérisation mécanique dans le cas de chargements de traction</b>	<b>46</b>
2.4.1	Essais à rupture	46
2.4.2	Etude de l'anisotropie du matériau	48
2.4.3	Etude de la variation de volume du matériau au cours d'un essai	49
2.4.4	Influence du type d'éprouvettes	51
2.4.5	Essais cyclés : mise en évidence de la plasticité et de l'endommagement	52
2.4.6	Essais cyclés à amplitude de charge constante	54
2.4.7	Essais cyclés : influence du cyclage sur le comportement	56

2.4.8	Essais cyclés interrompus . . . . .	59
2.4.9	Essais cyclés interrompus : influence de la vitesse de chargement . . . . .	62
2.4.10	Comparaison des différents types d'essais . . . . .	65
2.4.11	Essais de relaxation aux temps longs . . . . .	67
<b>2.5</b>	<b>Essais multiaxiaux . . . . .</b>	<b>69</b>
2.5.1	Comparaison traction-compression . . . . .	69
2.5.2	Etude de chargement alterné traction-compression . . . . .	70
2.5.3	Evolution du cycle stabilisé lors d'essais alternés . . . . .	72
2.5.4	Essai de torsion . . . . .	73
<b>2.6</b>	<b>Effet de l'environnement . . . . .</b>	<b>74</b>
2.6.1	Effet de la graisse . . . . .	74
2.6.2	Effet de la température . . . . .	75
<b>2.7</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>76</b>

---

## 2.1 Introduction

Ce chapitre a deux objectifs. Le premier est de mettre en lumière les principales caractéristiques du comportement du thermoplastique élastomère étudié (raideur, présence de déformations résiduelle, d'endommagement, . . .). Le second est d'identifier finement les manifestations des différents mécanismes internes (moment d'apparition, temps caractéristiques, . . .) afin de faciliter la construction d'un modèle dans la partie suivante.

Ainsi, après avoir décrit le matériel et les notations utilisés, nous commencerons par caractériser quelques propriétés physiques du matériau étudié au travers d'essais de DSC (Differential Scanning Calorimetry) réalisés au laboratoire et de DMA (Dynamic Mechanical Analysis) dont les résultats proviennent de bases de données en ligne. Les valeurs de température de transition vitreuse ( $T_g$ ) et de fusion ( $T_f$ ) obtenues au laboratoire seront comparées à celles des bases de données où ce matériau est présent (MathWeb (<http://www.matweb.com/index.aspx>), Campus plastic (<https://www.campusplastics.com/>) et EngPolymer (<http://www.engpolymer.co.kr/>)). Cette étape a pour but de valider la pertinence des informations se trouvant sur ces sites afin de pouvoir ensuite utiliser certaines données en toute confiance.

Le thermoplastique élastomère sera ensuite étudié au travers d'essais mécaniques en traction. Afin de capturer l'ensemble des caractéristiques du matériau, plusieurs types d'essais seront effectués : traction à rupture, cyclage, cyclage interrompu par des phases de relaxation, relaxation sur des temps longs. L'isotropie et la compressibilité du matériau seront aussi examinées.

Ces méthodologies d'essai seront ensuite reprises et adaptées pour l'analyse du comportement en compression et en torsion. L'effet de l'environnement (graisse et température) sur le comportement du matériau fera l'objet d'une dernière partie.

## 2.2 Méthodes

### 2.2.1 Eprouvettes

Les essais seront effectués sur les deux types d'éprouvettes représentées sur la figure 2.1 :

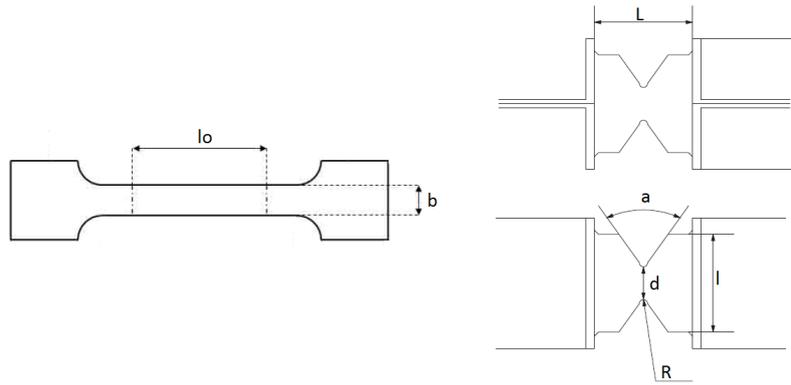


FIGURE 2.1 – Eprouvettes de type haltère (gauche) et diabolo (droite) [163]

- les éprouvettes haltères sont définies par 3 grandeurs : la longueur utile  $L_0$ , la largeur de la zone utile  $b$  et l'épaisseur  $e$  ;
- les éprouvettes diabolos sont définies par 5 valeurs dont les plus importantes sont le diamètre de la section utile  $d$  et le rayon de congé  $R$ .

Le schéma du diabolo (figure 2.1) peut être généralisé en ajoutant une section droite en son centre. Cela revient à considérer une épreuve haltère de révolution. Ces éprouvettes seront nommées HA pour haltère axisymétrique. Ce type d'épreuve est défini par son diamètre  $R$  et sa longueur utile  $L_0$

Les éprouvettes utilisées dans cette thèse peuvent être obtenues par différentes méthodes. Les désignations pour les différencier dans la suite de ces travaux sont les suivantes :

- injectées : les éprouvettes sont découpées à l'emporte pièce dans des plaques de  $80 \text{ mm} \times 80 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$  moulées par injection. Ces plaques ont été obtenues auprès du fournisseur de la matière. Quand rien n'est spécifié, on considérera que la découpe se fait dans le sens de l'injection. Dans le cas d'éprouvettes massives (épaisseur de 12 mm), la découpe a été faite grâce à un jet d'eau sous pression.
- moulées : contrairement aux éprouvettes injectées, celles-ci sont directement obtenus à partir d'un moule et fournies par le fournisseur de la matière.
- extrudées : les éprouvettes sont découpées à l'emporte pièce dans les faces planes d'une pièce octogonale présentée sur la figure 2.2. Celle-ci est obtenue par le même procédé que celui utilisé par Trelleborg<sup>(1)</sup> pour la fabrication de soufflets dans un moule octogonal. Des octogones de plusieurs épaisseurs ont été fabriqués : 1 mm, 1.5 mm et 2 mm.
- usinées : les éprouvettes sont usinées à l'aide d'un tour à partir de plaques rectangulaires obtenues par injection et de dimensions  $80 \text{ mm} \times 80 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ . Ce procédé n'est utilisé que pour des éprouvettes ayant des parties utiles de révolution.

Les différents types d'épreuve utilisés ici sont le résultats de l'évolution des besoins expérimentaux au cours des cette thèse. Nous verrons dans la partie 2.4.4 que la géométrie n'a pas d'influence sur le comportement, contrairement au procédé d'obtention des éprouvettes qui peut être de deux types ici : injecté dans un moule ou extrudé puis soufflé contre un moule.

Le tableau 2.1 récapitule les différents types d'éprouvettes utilisés pour les essais de caractérisation

(1). Une paraison cylindrique est extrudée puis soufflée contre un moule ayant la forme d'un octogone.



FIGURE 2.2 – Octogone obtenu par le procédé d’extrusion soufflage

ainsi que les acronymes qui seront utilisés dans la suite du document pour les décrire.

Dénomination	Type	Caractéristiques	Description
H4	haltère	$L_0 = 40 \text{ mm}$ ; $b = 4 \text{ mm}$ ; $e = 2 \text{ mm}$	Injectées ou extrudées
H8	haltère	$L_0 = 40 \text{ mm}$ ; $b = 8 \text{ mm}$ ; $e = 2 \text{ mm}$	Injectées ou extrudées
H12-L20	haltère	$L_0 = 20 \text{ mm}$ ; $b = 12 \text{ mm}$ ; $e = 12 \text{ mm}$	Injectées + découpe jet d’eau
H12-L30	haltère	$L_0 = 30 \text{ mm}$ ; $b = 12 \text{ mm}$ ; $e = 12 \text{ mm}$	Injectées + découpe jet d’eau
AE2	diabolo	$d = 9.6 \text{ mm}$ et $R = 2 \text{ mm}$	Injectées et usinées
HA	diabolo	$d = 9.2 \text{ mm}$ ; $L_0 = 12 \text{ mm}$	Injecté puis usiné

TABLEAU 2.1 – Récapitulatif des différents types d’éprouvettes utilisées ainsi que leur désignation dans la suite du manuscrit

Afin de se rapprocher des conditions réelles d’utilisation où le matériau est en contact avec la graisse, les éprouvettes peuvent être conditionnées avant les essais. La procédure de vieillissement effectuée chez Trelleborg pour les éprouvettes H4 ou H8 est de les immerger dans une graisse à l’intérieur d’une étuve à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant une semaine. Ce protocole sera étudié dans le chapitre 6.

### 2.2.2 Machines d’essai

Les essais de caractérisation mécaniques sont effectués à l’aide de trois machines différentes :

- Machine de traction Instron ( $\mathcal{M}_1$ ) : machine de traction bi-colonnes à moteur électrique avec une vitesse maximale de déplacement de  $500 \text{ mm/min}$ . La mesure de déformation se fait à l’aide d’un extensomètre grandes déformations en contact direct avec l’échantillon via des couteaux alignés perpendiculairement à l’axe de mesure. L’effort est mesuré à l’aide d’une cellule de force de  $1 \text{ kN}$  pour les éprouvettes haltère et  $50 \text{ kN}$  pour les éprouvettes diabolos.
- Machine de fatigue Instron E10000 ( $\mathcal{M}_2$ ) : machine de traction-torsion bi-colonnes à moteur électrique. Les efforts peuvent être mesurés par deux cellules de force au choix de capacité  $1 \text{ kN}/25 \text{ N}\cdot\text{m}$  et  $10 \text{ kN}/250 \text{ N}\cdot\text{m}$  respectivement. De plus, une enceinte climatique permet des essais à des températures entre  $-70 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $350 \text{ }^\circ\text{C}$ . La course complète du vérin électrique est de  $60 \text{ mm}$ , les fréquences de sollicitations vont jusque  $100 \text{ Hz}$  et sont limitées par le

choix de l'amplitude de déplacement. Cette machine sera préférentiellement utilisée pour les essais comportant un nombre important de cycle et pour les essais de torsion.

### 2.2.3 Autre matériel utilisé

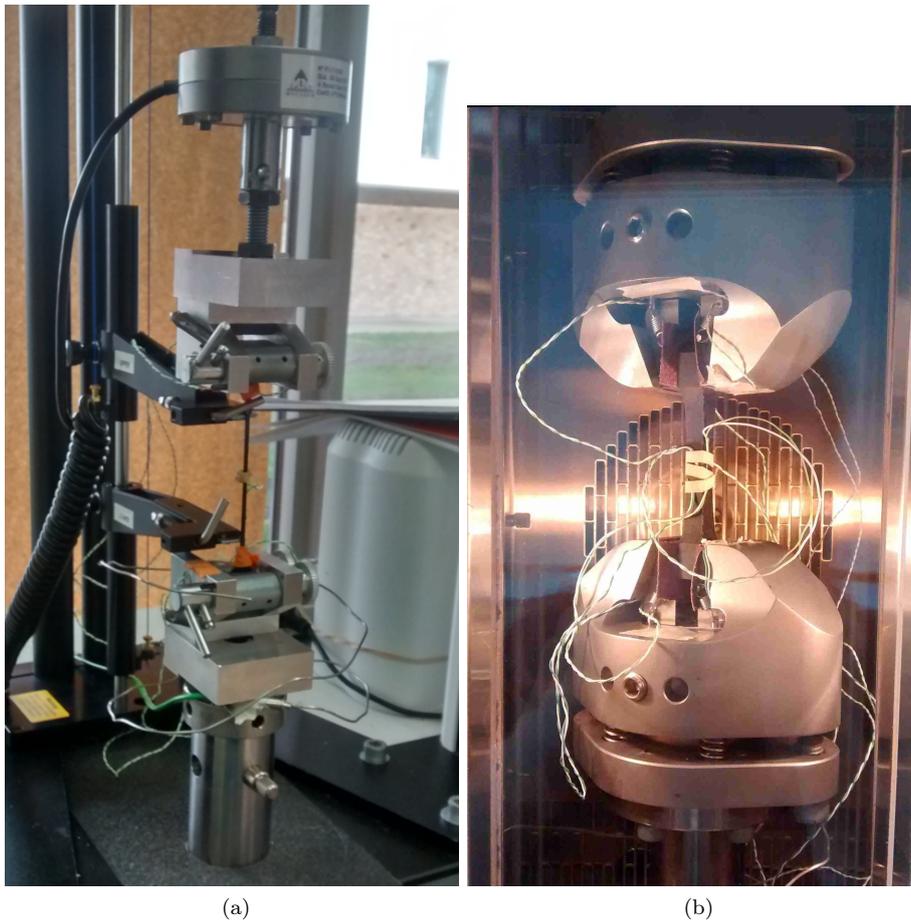


FIGURE 2.3 – (a) Montage expérimental pour la machine  $\mathcal{M}_1$ . On peut observer sur cette image un extensomètre grandes déformations ainsi qu'une cellule de force 1kN. (b) Montage expérimental de la machine  $\mathcal{M}_2$ . Dans les deux cas, des thermocouples type K avec l'élastique de fixation peuvent être observés.

Dans le cas de la machine  $\mathcal{M}_1$ , les élongations ( $\Delta L/L_0$ ) sont mesurées à l'aide d'un extensomètre grande course Instron en contact avec l'éprouvette à l'aide de couteaux. La figure 2.3a présente le montage classiquement utilisé pour les essais quasi-statiques.

Dans le cas de la machine  $\mathcal{M}_2$ , les déformations sont calculées à partir de la position de la traverse et de la longueur utile de l'éprouvette. Le montage expérimental est présenté sur la figure 2.3b.

Les températures sont mesurées dans les cas échéants à l'aide de thermocouples de type K. Ces derniers sont maintenus en contact avec l'éprouvette à l'aide d'élastiques noués et avec les mors grâce à du ruban adhésif. Les signaux obtenus sont échantillonnés à une fréquence de 5 Hz, convertis grâce à un boîtier IBM et enregistrés avec le logiciel CatMan easy.

## 2.2.4 Hypothèses, notations et définitions

Lors de la présentation des résultats des essais, les notations suivantes seront utilisées :

- la déformation  $\varepsilon = \Delta L/L_0$
- la déformation vraie  $\varepsilon^v = \ln(1 + \Delta L/L_0) = \ln(1 + \varepsilon)$
- l'effort mesuré  $F$
- la contrainte conventionnelle (ou ingénieur)  $\pi = F/S_0$
- la contrainte rationnelle ou vraie  $\sigma = (1 + \varepsilon)^{2\nu} \pi = (1 + \varepsilon)^{2\nu} F/S_0$

Avec  $\ln$  la fonction logarithme népérien et  $\nu$  le coefficient de Poisson.

La déformation sera mesurée à l'aide de l'extensomètre grands déplacements. En cas de défaillance (glissement, décrochage des mors...), la déformation sera calculée à l'aide du déplacement de la traverse. Le coefficient de proportionnalité (longueur utile) permettant le calcul des déformations sera déterminé à l'aide des premiers points de fonctionnement de l'extensomètre.

Afin de normaliser la présentation des essais, nous indiquerons la vitesse de déformation théorique imposée. Cette grandeur est définie par

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{d}_{traverse}}{L_0} \quad (2.1)$$

avec  $\dot{d}_{traverse}$  la vitesse de déplacement de la traverse, supposée connue, immédiatement atteinte et constante au cours de chacune des phases de pilotage de l'essai. Cette grandeur n'étant pas réutilisée en tant que telle dans les parties suivantes, elle est uniquement donnée à titre indicatif et sa connaissance précise (calculée à partir de la mesure de l'extensomètre) n'est pas nécessaire.

Lorsque les éprouvettes sont décrites comme vieilles ou conditionnées, on supposera implicitement l'utilisation d'une même graisse et du même protocole de vieillissement.

Lors d'un essai, on appelle *état mécanique* de l'éprouvette le couple [déformation, contrainte] à un instant donné. Un *cycle* désigne une suite d'état mécanique dont les états finaux et initiaux sont semblables du point de vue de la grandeur de pilotage de l'essai (déplacement, déformation, contrainte). Ce cycle est caractérisé par un *niveau de charge* (état initial/final/extrémal). Un ensemble de plusieurs cycles de même niveau de charge est appelé un *bloc*. Un *palier* désigne une phase de l'essai où la grandeur pilotée est constante au cours du temps. L'*enveloppe* ou la courbe de *première charge* désigne l'ensemble des points de l'essai pour lesquels la consigne atteint des valeurs plus importantes (en valeur absolue) que celles de tous les instants précédents. Ou plus mathématiquement, si  $d$  est la consigne au cours du temps, l'enveloppe  $\mathcal{E}$  est définie comme :

$$\mathcal{E} = \left\{ d / \left( \exists t / d(t) > \max_{\tau < t} (\|d(\tau)\|) \right) \right\} \quad (2.2)$$

La *déformation résiduelle*, notée  $\varepsilon_p$  est définie comme la déformation de l'éprouvette à contrainte nulle. On note  $\tau_i$  le temps caractéristique du phénomène  $i$ . Lorsque  $i$  n'est pas spécifié explicitement, il s'agit de la notion de temps caractéristique.

La signification du terme *quasi-statique* sera définie dans cette partie relativement aux vitesses de déformation étudiées et aux temps caractéristiques  $\tau_i$  des phénomènes mis en évidence.

## 2.3 Caractérisation physique

### 2.3.1 Analyse par DSC

Afin d'identifier les températures caractéristiques du matériau et de valider les données constructeur, un test de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est effectué. On utilise ici une machine Netzsch DSC 200 F3 et un refroidissement à l'azote sous pression. L'échantillon de masse 37.5 mg provient d'une éprouvette extrudée d'épaisseur 2 mm. Il est disposé dans un creuset en aluminium (masse 39.7 mg) scellé. Le cycle proposé est présenté sur le tableau 2.2.

Etape	type	Vitesse de chauffe/Temps	Température finale
0	Stabilisation	0 K/min	-XX °C
1	Chauffe	5 K/min	XXX °C
2	Palier	5 min	XXX °C
3	Refroidissement	5 K/min	-XX °C
4	Palier	5 min	-XX °C
5	Chauffe	5 K/min	XXX °C
6	Palier	5 min	XXX °C
7	Refroidissement	20 K/min	XX °C

TABLEAU 2.2 – Consigne DSC

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 2.4 et les grandeurs remarquables retranscrites dans le tableau 2.3.  $T_{pic}$  est définie comme la température pour laquelle la puissance massique passe par un extremum local.  $T_{min}$  et  $T_{max}$  sont calculées à l'aide de la méthode des pentes et permettent de quantifier la plage de température du phénomène.

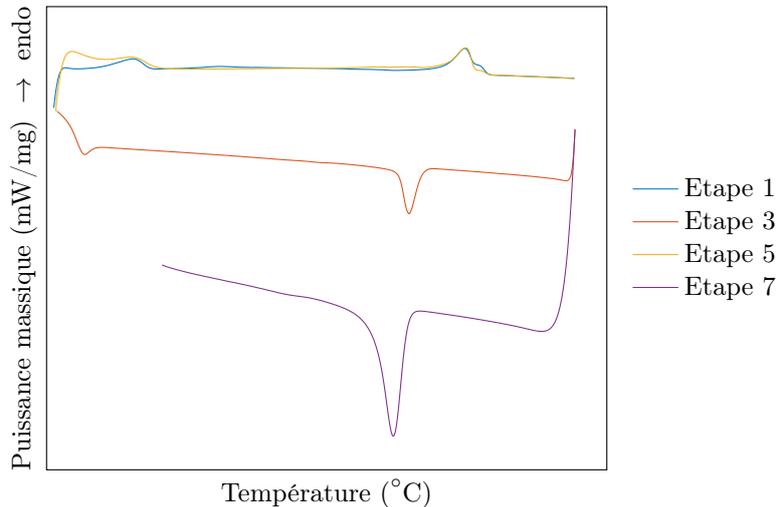


FIGURE 2.4 – Résultats de l'essai de DSC. Les processus endothermiques pour l'échantillon correspondent à une puissance massique positive, comme indiqué par la flèche sur l'axe des ordonnées.

Les capacités de la machine utilisée ici ne nous ont pas permis de descendre sous les -45 °C malgré un long temps de refroidissement. Ainsi, la température de transition vitreuse obtenue dans les bases de donnée sera supposée correcte ( $T_g = -XX$  °C) et l'analyse portera sur les phénomènes

au delà de la  $T_g$ . Pour cela, la valeur initiale de l'essai correspondra à cette température minimale obtenue sur la machine après stabilisation. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 2.4. Les deux montées en température ont des profils similaires. On constate la présence de deux pics endothermes à X °C et XXX °C. De manière symétrique, la descente de l'étape 3 présente le même profil avec toutefois des températures de pic plus basses. L'étape 7 permet de quantifier l'évolution de la température de pic avec la vitesse de refroidissement. On constate que la température de début de fusion est de l'ordre de XXX °C, ce qui est en accord avec la valeur des bases de données en ligne sur ce matériau.

Etape	Désignation		$T_{min}$ (°C)	$T_{pic}$ (°C)	$T_{max}$ (°C)
	Tg		?	-XX	?
1 ou 5	Première fusion	montée	-XX	XX	XX
3	Première cristallisation	descente	-XX	-XX	-XX
1 ou 5	Seconde fusion	montée	XXX	XXX	XXX
3	Seconde cristallisation	descente	XXX	XXX	XXX
7	Seconde cristallisation	descente (rapide)	XXX	XXX	XXX

TABLEAU 2.3 – Résultats DSC

Ce profil de DSC a déjà été constaté par Lin *et al.* [125] et décrit en détail dans [68]. En fonction des monomères et de leur proportions, les DSC des copolymères à diblocs peuvent présenter jusqu'à deux températures de transition vitreuse (une par type de monomère) et deux températures de fusion. Dans notre cas, les deux pics étant exothermes lors du refroidissement, ils peuvent être interprétés comme la manifestation de fusion de cristallites de deux types dont l'existence a été discutée dans la partie 1.2.2.

Pour conclure, notre matériau est caractérisé par une température de transition vitreuse (-XX °C) ainsi que deux températures de fusion vers X °C et XXX °C correspondant respectivement à la fonte des cristallites formées par les segments souples et les segments rigides. Afin de valider ce raisonnement, ces résultats seront confrontés à ceux donnés par DMA dans la partie suivante.

### 2.3.2 Analyse par DMA

Les méthodes et la théorie de la caractérisation d'un matériau par DMA (Dynamic Mechanical Analysis) sont développés dans les ouvrages de Li [124] et les références [179, 51, 178]. Cette méthode permet de caractériser les propriétés viscoélastiques d'un matériau au travers du module de conservation  $E'$ , du module de perte  $E''$  et du déphasage  $\delta$ . Plus précisément, pour une sollicitation sinusoïdale du matériau du type  $\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t)$ , la réponse dans le domaine de viscoélasticité linéaire sera de la forme  $\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta)$ . On peut alors définir :

$$\begin{cases} E' &= \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \delta \\ E'' &= \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta \\ \tan \delta &= \frac{E''}{E'} \end{cases} \quad (2.3)$$

Les résultats de DMA présentés sur la figure 2.5 ont été fournis par le fournisseur de la matière et sont aussi disponibles sur le site <https://www.campusplastics.com/>.

Ces résultats semblent cohérents avec les valeurs obtenues expérimentalement dans la sous partie 2.4.1 à venir (tableau 2.4). A titre d'exemple, le module de conservation  $E'$  (représentant la com-

posante élastique du matériau) de ces données (environ XX MPa à XX °C) correspond bien aux valeurs obtenues dans la suite de ces travaux. Nous supposons donc que ces résultats obtenus de manière conforme aux normes en vigueur et représentant correctement le comportement de notre matériau.

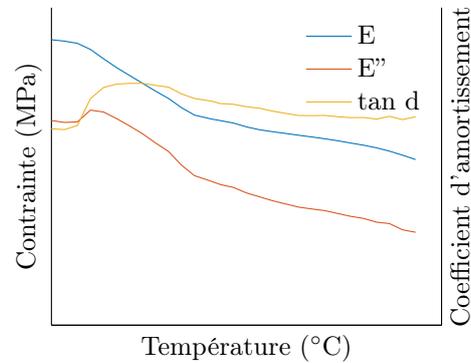


FIGURE 2.5 – Résultats de l'essai de DMA

L'analyse de ces courbes permet d'identifier trois domaines de comportement :

- de -XXX °C à -XX °C, un domaine caractérisé par un fort module de conservation  $E'$  et un facteur de perte constant sur cette phase ;
- de -XX °C à X °C, une décroissance linéaire des modules  $E'$  et  $E''$  ainsi qu'un facteur de perte constant sont observés ;
- de X °C à XXX °C, les évolutions de  $E'$  et  $E''$  sont toujours linéaires mais avec des pentes différentes de la phase précédente, le facteur de perte diminue avec l'évolution de la température.

On remarque que les valeurs de transition entre ces différents domaines sont cohérentes avec celles précédemment obtenues par analyse DSC, confirmant les conclusions précédentes. On peut ainsi proposer l'analyse suivante :

- entre X °C et XXX °C, le matériau est semi-cristallin avec une seule phase cristalline constituée de segments rigides ;
- entre -XX °C et X °C, les segments souples peuvent en plus créer des cristallites, ce qui amène à un raidissement global du matériau, expliquant la rupture de pente aux alentours de X °C ;
- en dessous de -XX °C, le matériau entre dans le domaine vitreux, la raideur  $E'$  continue d'augmenter avec la diminution de la température et le facteur de perte du matériau diminue.

### 2.3.3 Conclusion

Cette partie a permis d'identifier les températures caractéristiques du matériau au travers des essais de DSC et de DMA. Ainsi, le TPE-E étudié possède une température de transition vitreuse de -XX °C et deux températures de fusion à X °C et XXX °C. Ces deux dernières températures ont été identifiées grâce à la littérature comme les températures de fusion de cristallites composées respectivement de segments souples et de segments rigides. Ainsi trois domaines de comportement

peuvent donc être distingués en fonction de la température :  $[-XXX\text{ }^{\circ}\text{C}, -XX\text{ }^{\circ}\text{C}]$ ,  $[-XX\text{ }^{\circ}\text{C}, X\text{ }^{\circ}\text{C}]$  et  $[X\text{ }^{\circ}\text{C}, XXX\text{ }^{\circ}\text{C}]$ . Les deux derniers coïncident avec la plage de température d'utilisation des soufflets de joints homocinétiques à savoir  $[-XX\text{ }^{\circ}\text{C}, XXX\text{ }^{\circ}\text{C}]$ .

Les essais de DMA permettent de caractériser l'évolution du comportement du matériau dans sa zone de fonctionnement viscoélastique, c'est-à-dire pour de petites amplitudes de déformation. De manière plus générale, nous verrons dans la partie 2.6.2 que le comportement global du matériau évolue de manière différente pour chacun de ces domaines de température. Dans un premier temps, le comportement du matériau à température ambiante fera l'objet des deux sections suivantes.

## 2.4 Caractérisation mécanique dans le cas de chargements de traction

### 2.4.1 Essais à rupture

L'objectif de cette sous-section est la présentation du comportement du matériau lors d'un essai de traction ainsi que l'étude de la répétabilité et la détermination des valeurs remarquables (module de Young initial, contrainte/déformation à rupture, ...).

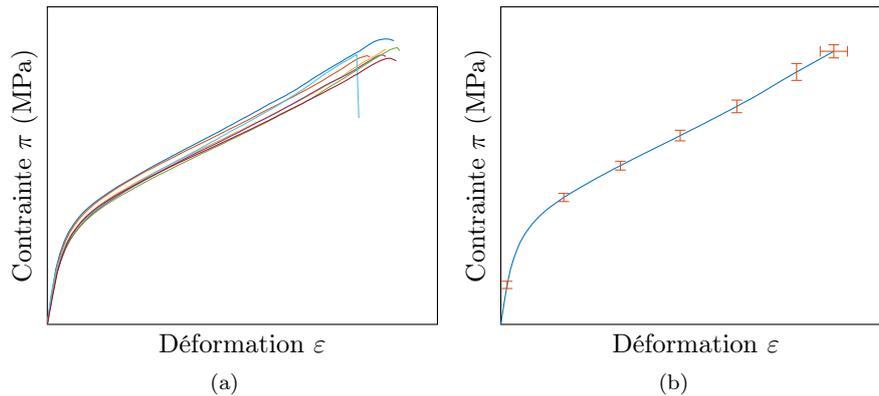


FIGURE 2.6 – Essai de traction à rupture. (a) étude de la répétabilité. (b) courbe moyenne obtenue et barres d'erreur.

Les essais de cette partie sont menés sur des éprouvettes de type H4 injectées, vierges et à température ambiante, à une vitesse imposée de  $\dot{\varepsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats de 7 essais de traction sont représentés sur la figure 2.6a. La courbe moyenne ainsi que les écarts types sont présentés sur la figure 2.6b. Dans le cas du point de rupture, les écarts types sont calculés pour la contrainte et la déformation. L'ensemble des valeurs obtenues est résumé dans le tableau 2.4 (le matériau a été supposé incompressible pour le calcul du module de Young).

Module de Young initial	Contrainte $\pi$ à rupture	Déformation à rupture
XXXX $\pm$ XXX MPa	XXXX $\pm$ XXXX MPa	XXX $\pm$ XX %

TABEAU 2.4 – Grandeurs caractéristiques du matériau identifiées sur un essai de traction à rupture

Les courbes présentées sur la figure 2.6 montrent une bonne répétabilité, principalement pour des

élongations modérées c'est-à-dire inférieures à 100%. Pour des élongations plus importantes, une dispersion dans les essais est constatée avec un variation maximale de  $e = \frac{\text{Variation de } \pi}{\text{Valeur moyenne de } \pi} = 3.3 \%$ . Cette variation entre les courbes est attribuée à la variation des propriétés du matériau lors de fabrication (modification de l'alignement des chaînes, variation dans la quantité de phase cristalline, ...). Dans la suite de ce manuscrit, on ne présentera donc qu'une seule courbe par type d'essai. La répétabilité sera toutefois validée expérimentalement mais non explicitée.

L'étude de la réponse du matériau permet d'identifier plusieurs zones de comportement. La première est caractérisée par une raideur importante et un comportement linéaire jusqu'à quelques pourcents de déformation. Une seconde zone entre XXX % et la rupture est caractérisée par l'évolution quasi-linéaire de la contrainte conventionnelle avec la déformation. La raideur apparente <sup>(2)</sup> est alors plus faible que celle à l'origine. Ces deux domaines sont séparés par une zone de transition identifiable par une réponse non linéaire du matériau.

Cette forme de courbe est classiquement obtenue pour les polymères semi-cristallins [10, 14] et les copolymères à blocs TPE-E [68, 58]. Les mécanismes constatés ont déjà été présentés dans le chapitre 1.2.3. Pour rappel, on peut citer par ordre d'apparition :

1. des déformations pseudo-élastiques caractérisées par un comportement réversible jusqu'à quelques pourcents de déformation ;
2. une modification/réorganisation de la structure cristalline du matériau ;
3. une fragmentation des cristaux amenant à une forte orientation du réseau et à l'apparition d'une importante plasticité résiduelle.

Comme évoqué dans la bibliographie, les TPE-E présentent de fortes déformations résiduelles non réversibles dans le temps. Cette propriété est illustrée sur la figure 2.7.



FIGURE 2.7 – Eprouvettes H4 avant et après essai de traction interrompu à XXX% de déformation

Afin de déterminer l'existence de couplage thermomécanique, un essai de traction a été effectué sur une éprouvette HA avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 7.57 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Au cours de cet essai, la température en surface de l'éprouvette est mesurée à l'aide de 4 thermocouples de type K maintenus au centre de la zone utile et répartis uniformément sur son contour. La figure 2.8 présente les résultats de l'essai de traction superposé avec les mesures des différents thermocouples (en rouge).

Ce profil d'évolution de la température au cours d'un essai a été constaté pour les métaux [22, 214], les composites [208, 154] et les polymères [160, 90]. Dans ces trois cas, la diminution de température initiale est la conséquence de la contribution de l'expansion thermique à l'énergie globale du système.

(2). On définit ici la raideur apparente au point  $\epsilon$  comme la pente de la tangente à la courbe  $\pi - \epsilon$  sur la figure 2.6b en ce point.

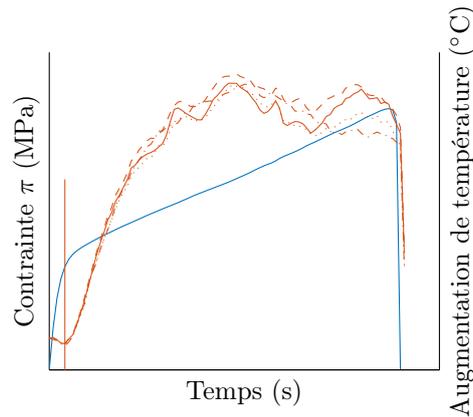


FIGURE 2.8 – Essai Inversion thermoélastique

Dans le cas des métaux et des composites, l'augmentation de la température est expliquée par l'apparition de phénomènes dissipatifs (plasticité, endommagement, ...). Le point de minimum correspond alors à l'équilibre entre le refroidissement dû à l'étirement élastique et l'échauffement issu des phénomènes dissipatifs. Il a été montré pour certains matériaux que l'état mécanique associé au point d'inversion thermoélastique coïncidait avec la limite de fatigue en traction [154]. Dans le cas des caoutchoucs, on montre avec l'hypothèse de thermoélasticité réversible que l'augmentation de la température est la conséquence du comportement entropique du polymère [90]. Plus précisément, au-delà du point d'inversion thermoélastique on entre dans un domaine de diminution de l'entropie, c'est-à-dire un domaine où on sort du cadre de la zone de comportement linéaire du matériau (théorie Gaussienne [179, 200]). Le point d'inversion thermoélastique correspond donc à l'équilibre entre deux phénomènes avec des tendances opposées et peut s'interpréter comme la limite d'élasticité du matériau. Dans le cas général, les polymères peuvent présenter des phénomènes dissipatifs (viscosité, etc.) amenant à un écart avec les résultats obtenus par l'hypothèse de thermoélasticité. La difficulté à distinguer de l'échauffement dû au comportement entropique du polymère de celui issu des phénomènes dissipatifs complexifie l'interprétation du sens du point d'inversion thermoélastique dans ce cas.

Dans notre cas, le point d'inversion de la température est identifié à l'aide d'une droite verticale sur la figure 2.8. L'état mécanique de l'éprouvette à cet instant est :  $\varepsilon = XX\%$ ,  $\pi = XXXX$  MPa.

Cet essai nous a permis de valider l'existence d'un couplage thermomécanique fort lors de la sollicitation du matériau. Plus précisément, on observe une influence de la température sur le comportement et inversement. Nous noterons toutefois que l'amplitude des températures constatée ici est de X °C pour un essai à température ambiante.

## 2.4.2 Etude de l'anisotropie du matériau

Dans cette partie on étudie le comportement d'éprouvettes injectées puis découpées parallèlement ou perpendiculairement au sens du flux d'injection. Les essais ont été réalisés par l'entreprise Trelleborg à une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Pour chacun des essais, cinq cycles sont effectués entre la position initiale et la position maximale du cycle. Les résultats obtenus sont

présentés sur la figure 2.9.

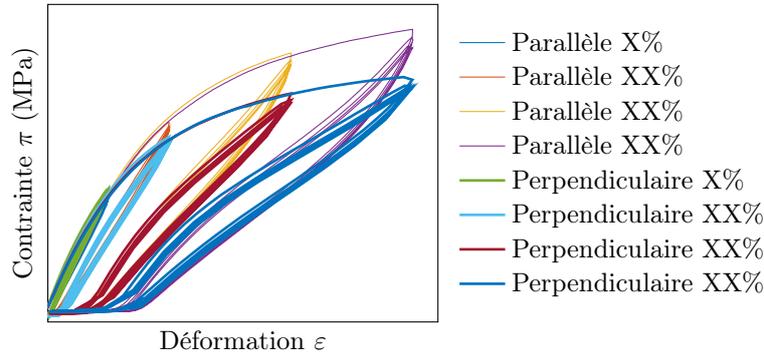


FIGURE 2.9 – Essai cyclé, consigne (a) et réponse du matériau (b)

Pour des déformations inférieures à X%, le comportement est identique dans les deux directions. Au-delà de cette valeur, la courbe enveloppe des éprouvettes parallèles atteint des contraintes supérieures à celles des éprouvettes perpendiculaires. Toutefois l'étude des boucles montre que la principale différence réside dans la présence d'un raidissement pour les éprouvettes parallèles qui n'est pas présente dans l'autre cas. En considérant le début des cycles, on constate que les deux types d'éprouvettes présentent des raideurs et des déformations résiduelles semblables.

Pour conclure, le matériau étudié n'est pas isotrope dans le cas général. Toutefois, la différence majeure entre les deux directions principales réside dans un raidissement pour des grandes valeurs de déformation modifiant la forme de la courbe enveloppe. La raideur pour des contraintes faibles (c'est-à-dire inférieures à X MPa) et les déformations résiduelles du matériau semblent être quasi-similaires et donc indépendantes de la direction du flux d'injection.

### 2.4.3 Etude de la variation de volume du matériau au cours d'un essai

Cette partie a pour objectif la caractérisation de l'évolution du volume du matériau au cours d'un essai de traction et calculer ainsi un coefficient de rétractation pour déterminer la compressibilité du matériau.

Afin de caractériser l'évolution de volume du matériau lors d'un essai de traction, une approche basée sur la corrélation d'image a été proposée. Les essais décrits dans cette partie ont été réalisés au CRED, Centre de Ressources en Essais Dynamiques du laboratoire GeM. Un mouchetis, apposé sur deux faces adjacentes de la partie utile d'éprouvettes H12-L20 et H12-L30, est utilisé pour suivre les déformations grâce à deux caméras AVT GT 600 (capteur CMOS noir et blanc, 6576x4384 pixels). L'essai est mené à une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 8.33 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (éprouvette H12-L20) et  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (éprouvette H12-L30). Les images sont acquises à 10 secondes d'intervalle. Le post-traitement est réalisé à l'aide du logiciel Vic3D. Les deux surfaces suivies seront nommées "face" et "côté" afin de les différencier. Le montage expérimental est illustré grâce à la photo présentée sur la figure 2.10.

La figure 2.11 présente les résultats obtenus. On distingue les déformations axiales (dans la direction principale de l'essai, figure 2.11a) et déformations transverses (figure 2.11b). Les résultats obtenus pour la surface "face" et la surface "côté" se superposent parfaitement. On parlera donc dans la suite de déformation transverse sans préciser la surface étudiée.



FIGURE 2.10 – Montage expérimental pour le suivi des dimensions de l'éprouvette

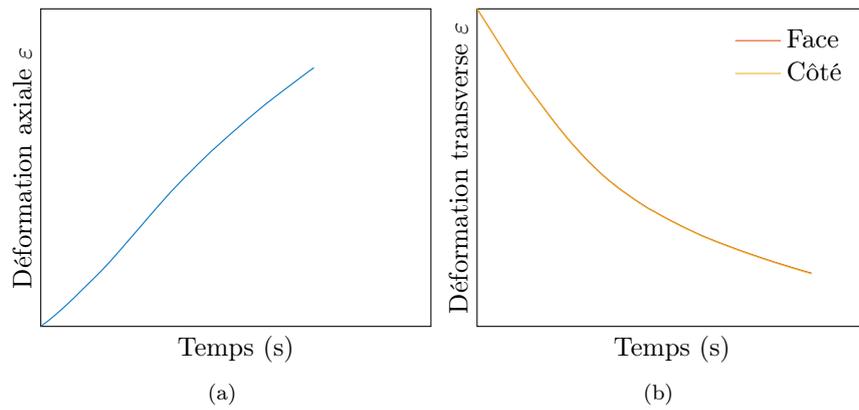


FIGURE 2.11 – Evolution de la déformation (a) axiale et (b) des déformations selon les deux directions transverses au cours du temps

La variation relative d'un volume élémentaire de l'éprouvette se calcule comme :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \left(1 + \frac{\Delta L^{axial}}{L_0^{axial}}\right) \left(1 + \frac{\Delta L^{transverse}}{L_0^{transverse}}\right)^2 - 1 \quad (2.4)$$

Cette grandeur est tracée au cours de l'essai sur la figure 2.12a. On remarque que la variation relative de volume sur la plage de déformation [0;XXX %] est négative avec une amplitude maximal de X%. Afin d'aller plus loin, on étudie différentes mesures du coefficient de rétractation, tracées sur la figure 2.12b et définies comme :

$$\nu_{Hencky} = -\frac{\ln(\lambda^{transverse})}{\ln(\lambda^{axial})} \quad (2.5)$$

$$\nu_{Biot} = \frac{1 - \lambda^{transverse}}{\lambda^{axial} - 1} \quad (2.6)$$

$$\nu_{Green} = \frac{1 - \lambda_{transverse}^2}{\lambda_{axial}^2 - 1} \quad (2.7)$$

Afin d'étudier l'évolution des différentes valeurs précédentes, on trace le dénominateur de ces quotients en fonction du numérateur sur la figure 2.12. On trace de plus en pointillé la droite affine avec un coefficient directeur de 0.5.

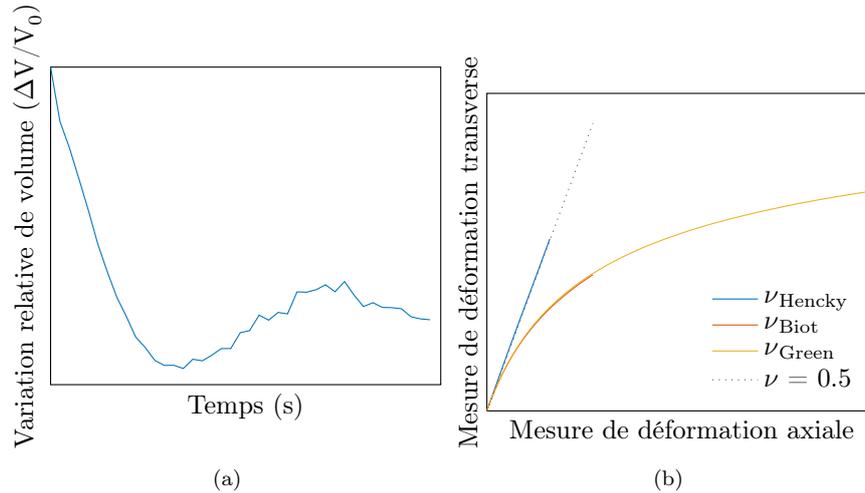


FIGURE 2.12 – (a) Evolution de la variation relative de volume du matériau lors d'un essai de traction. (b) Evolution de différentes mesures de la déformation transverse en fonction de différentes mesures de la déformation axiale

On constate que le coefficient de Hencky, défini comme le ratio des mesures de déformations logarithmiques (ou déformations vraies) amène à un coefficient proche de 0.5, valeur de référence pour un matériau incompressible. On supposera donc dans la suite de cette thèse le matériau incompressible à température ambiante et pour des déformations allant jusqu'à XXX%. Des études concernant la validité de l'hypothèse d'incompressibilité pour d'autres températures restent à mener.

#### 2.4.4 Influence du type d'éprouvettes

Cette partie a pour but de comparer la réponse du matériau pour les différentes éprouvettes utilisées dans ces travaux. Afin de répondre à cet objectif, deux paramètres sont étudiés : l'épaisseur des éprouvettes et l'influence du procédé (injecté ou extrudé/soufflé). On compare les réponses des différentes éprouvettes à des tests de traction à une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 1.38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats sont représentés sur la figure 2.13.

Pour un même procédé, les résultats ne dépendent ni de l'épaisseur ni de la forme de l'éprouvette. Bien que la raideur initiale du matériau soit homogène dans tous les cas, les éprouvettes extrudées et injectées présentent des comportements différents pour des déformations supérieures à XX%. Des écarts de contrainte jusqu'à XX% sont obtenus à XX% de déformation.

Toutefois, l'allure des courbes n'étant pas drastiquement influencée par le procédé, on supposera que les phénomènes exposés dans les parties à venir sont indépendants du choix de l'éprouvette. Ainsi le type d'éprouvette utilisé pour l'essai continuera à être donné à titre indicatif uniquement.

Toutefois, une attention particulière sera apportée afin que les comparaisons de résultats entre eux soient faites pour des éprouvettes issus du même procédé.

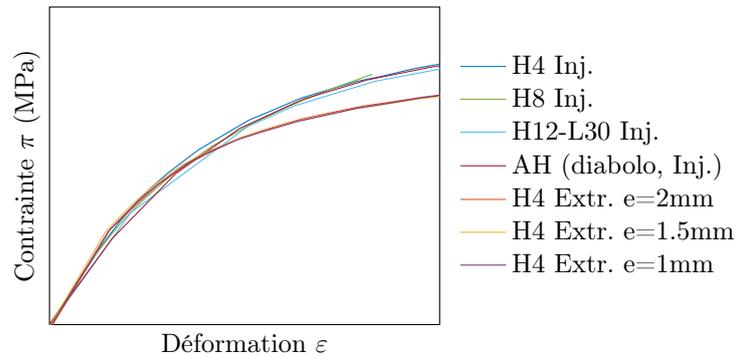


FIGURE 2.13 – Comparaison des réponses d'éprouvettes issues de différents procédés à un essai de traction à rupture. Les réponses des éprouvettes extrudées sont superposées et présentent une contrainte à XX% de déformation plus faible que les éprouvettes injectées

#### 2.4.5 Essais cyclés : mise en évidence de la plasticité et de l'endommagement

Les essais de traction monotone à rupture ne donnant qu'une quantité limitée d'informations sur le comportement du matériau, des essais cyclés sont envisagés. Un exemple de consigne en déformation avec une vitesse imposée de  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  est tracé sur la figure 2.14a. La réponse d'une éprouvette H4 extrudée est présentée sur la figure 2.14b.

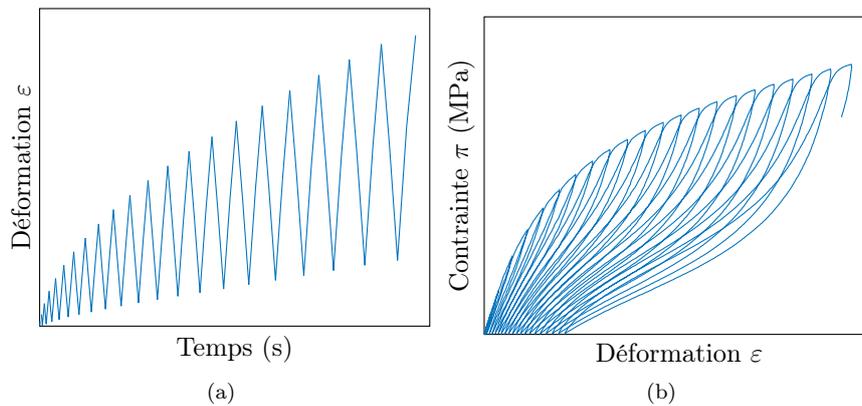


FIGURE 2.14 – Essai cyclé, consigne (a) et réponse du matériau (b)

Afin de faciliter l'analyse des résultats, on en propose une représentation tronquée comme présentée sur la figure 2.15. La figure 2.15a représente l'enveloppe de chargement (i.e. l'effort maximal de chaque cycle) par des cercles ainsi que quelques boucles. La figure 2.15b représente l'évolution des déformations résiduelles (ou déformations à contrainte nulle) en fonction de la déformation maximale du cycle.

L'analyse de la figure 2.15 permet de montrer :

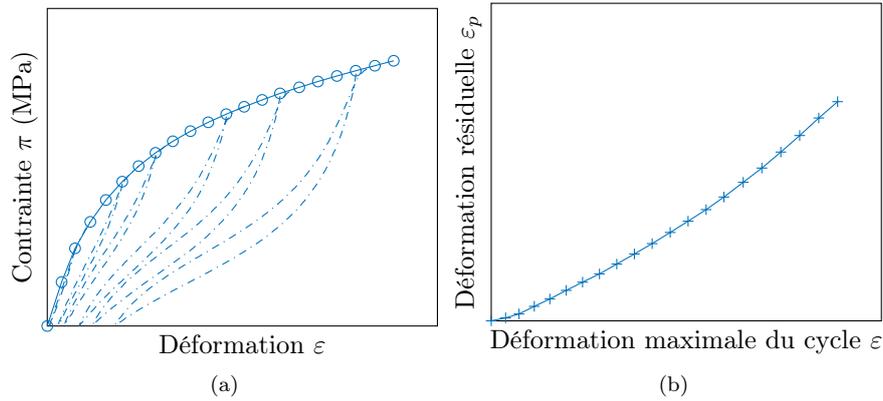


FIGURE 2.15 – Représentation tronquée des résultats de l'essai cyclé de la figure 2.14b, (a) boucles et enveloppe et (b) déformation résiduelle

- la présence et l'évolution de déformations résiduelles ;
- l'existence d'une perte de raideur du matériau, caractérisé par la différence de chemin entre la première charge et la décharge ;
- la présence de boucles d'hystérésis lors des cycles, c'est-à-dire une différence de comportement entre la décharge et la recharge du matériau.

On propose désormais de caractériser l'évolution de la raideur du matériau au cours des cycles. Afin de prendre en compte les déformations résiduelles de l'éprouvette pour la boucle  $i$ , nous définissons la déformation élastique vraie corrigée comme :

$$\varepsilon_{corr}^v = \varepsilon^v - \varepsilon_p^v = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) - \ln\left(\frac{L_p^i}{L_0}\right) = \ln\left(\frac{L}{L_p^i}\right) \quad (2.8)$$

avec  $L_p^i$  la longueur de l'éprouvette à contrainte nulle pour la  $i$ -ème boucle.

Ainsi, on peut définir la raideur  $K$  du matériau comme :

$$K = \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon_{corr}^v} \quad (2.9)$$

Cette grandeur étant dérivable par morceau dans un cycle, on choisit d'étudier sa valeur à la fin de la décharge et en début de recharge. Les résultats sont présentés sur la figure 2.16.

On peut noter que la valeur de raideur initiale correspond bien à celle évaluée lors de la partie 2.4.1. On observe de plus une diminution de la raideur du matériau au fil des cycles jusqu'à une valeur limite d'environ XX MPa.

Pour conclure, cette partie a permis de mettre en évidence l'évolution des déformations résiduelles et de la raideur du matériau au cours d'un essai en traction. De plus, le matériau présente un comportement hystérétique lors de l'alternance décharge-recharge et un adoucissement par rapport à la première montée charge. Ce dernier phénomène est comparable à celui connu sous le nom d'effet Mullins.

L'effet Mullins a été décrit par Leonard Mullins [155] d'après son étude sur le caoutchouc naturel en 1969. Cet effet n'est rencontré que pour les matériaux de la famille des polymères et se caracté-

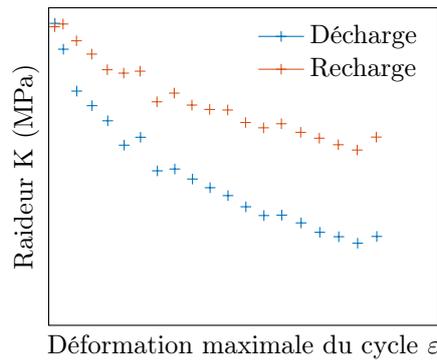


FIGURE 2.16 – Evolution de la raideur  $K$  en fonction de la déformation maximale du cycle. La raideur est calculée en  $\sigma = 0$  en fin de phase de décharge et en début de recharge à l'aide de l'équation 2.9

rise par une dépendance du comportement à la plus grande valeur de chargement précédemment rencontrée. Depuis plusieurs années, cet effet est l'objet de nombreuses recherches afin de caractériser ses origines physiques et de construire des modèles représentatifs. Une synthèse des travaux de recherche sur l'effet Mullins a été faite en 2009 par Diani *et al.* [54].

#### 2.4.6 Essais cyclés à amplitude de charge constante

Afin d'étendre les résultats de la partie précédente, nous considérons désormais le cas d'un chargement cyclique avec plusieurs niveaux de chargement sur des éprouvettes H4 injectées. La consigne est présentée sur la figure 2.17a. Pour chaque niveau de chargement, un premier cycle est effectué à la vitesse de  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  suivi d'une pause d'une minute. Il s'en suit un bloc de 30 cycles entre la valeur de déplacement maximale du cycle et un niveau d'effort nul à  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Une pause de 3 minutes termine le pas de chargement. Celui-ci est répété pour différents niveaux de déformation maximale.

Comme explicité dans la partie précédente, la réponse partielle du matériau est représentée sur la figure 2.17b, seule la dernière boucle de chaque palier est tracée.

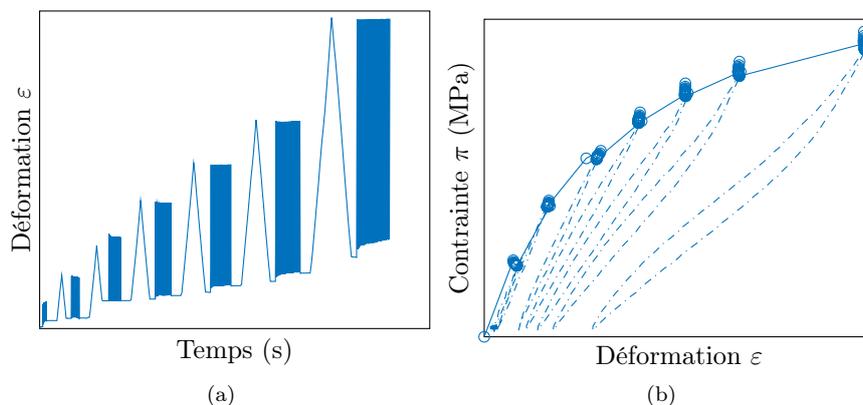


FIGURE 2.17 – Consigne de l'essai (a) et réponse tronquée du matériau (b)

Pour compléter les résultats, on trace l'évolution de la contrainte maximale ainsi que la déformation

résiduelle de chaque cycle au cours du temps sur la figure 2.18. Pour finir, l'évolution de la raideur  $K$  à la fin de la descente est représentée sur la figure 2.19.

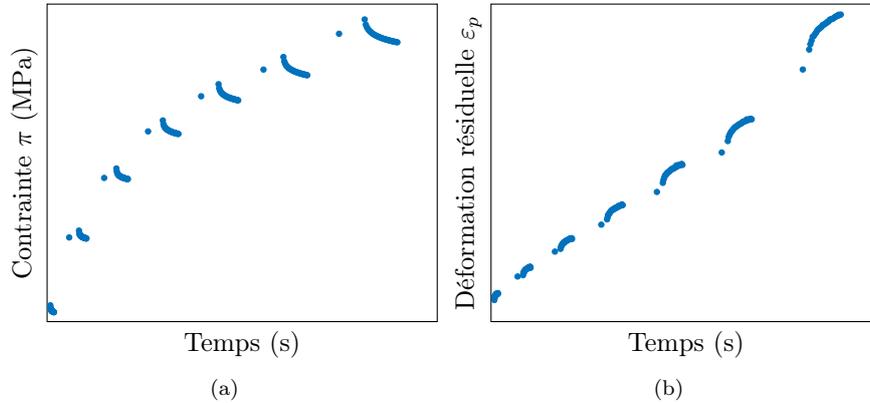


FIGURE 2.18 – Evolution de la contrainte maximale (a) et de la déformation résiduelle (b) de chaque cycle au cours du temps

On observe sur la figure 2.18 une diminution de la contrainte maximale des cycles ainsi qu'une augmentation de la déformation résiduelle au cours du temps. Cette évolution ne semble pas stabilisée au bout du trentième cycle. La raideur du matériau évolue faiblement au cours d'un bloc de cycles et dépend principalement de l'état mécanique maximal atteint (figure 2.19). Une analyse plus poussée de l'évolution de ces grandeurs pour un grand nombre de cycle sera menée dans la partie fatigue (chapitre 5) de ce manuscrit.

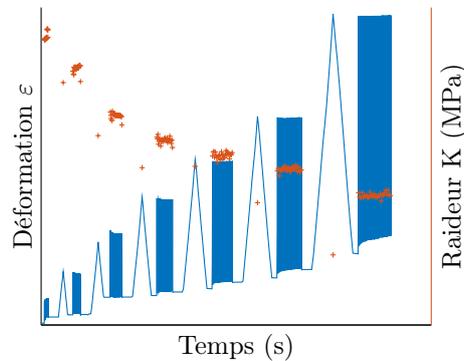


FIGURE 2.19 – Evolution de la raideur  $K$  du matériau pour chaque cycle de l'essai. La raideur est calculée à l'aide de l'équation 2.9, au point  $\sigma = 0$  à la fin de la décharge.

Afin d'anticiper la partie sur la fatigue du matériau, un suivi de la température a été effectué lors de ce test de la même manière que décrit dans la partie 5.4.2. La réponse obtenue est présentée sur la figure 2.20. Suite à un problème technique (bug du logiciel d'acquisition), la mesure de température n'a pas été effectuée pendant une partie de l'essai, d'où l'absence de résultat entre 800 s et 1200 s.

Cette forme de chargement a été choisie dans le but de séparer les effets de la première charge de ceux des cycles qui suivent. Outre l'augmentation de la température ambiante liée à la chauffe de la machine, on constate un auto-échauffement de l'éprouvette à la fois lors de la première charge

et du cyclage.

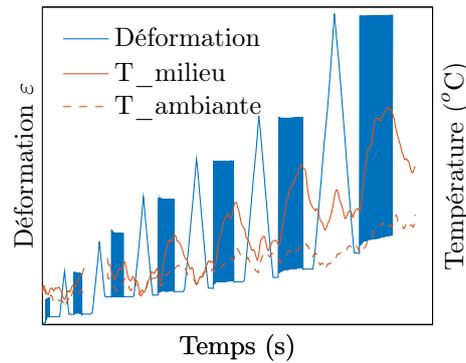


FIGURE 2.20 – Evolution de la température de l'éprouvette et de la température ambiante au cours de l'essai.

Cet essai permet de conclure à l'existence d'un auto-échauffement de l'éprouvette lorsque plusieurs cycles sont effectués. Cette propriété sera étudiée plus en détails dans le chapitre 5.

#### 2.4.7 Essais cyclés : influence du cyclage sur le comportement

Cette sous-section a pour objectif d'étudier l'influence du trajet de charge sur le comportement du matériau. Pour cela, on compare les réponses :

- d'un essai de traction à rupture ;
- d'un essai cyclé une seule fois par niveau de charge avant d'incrémenter ce dernier ;
- d'un essai cyclé cinq fois par niveau de charge.

Tous ces essais sont réalisés sur des éprouvettes H4 extrudées à une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats obtenus sont tracés sur la figure 2.21a. Un grossissement sur l'enveloppe de chargement est présenté sur la figure 2.21b. Dans le cas des cycles, seule la dernière charge du bloc est tracée.

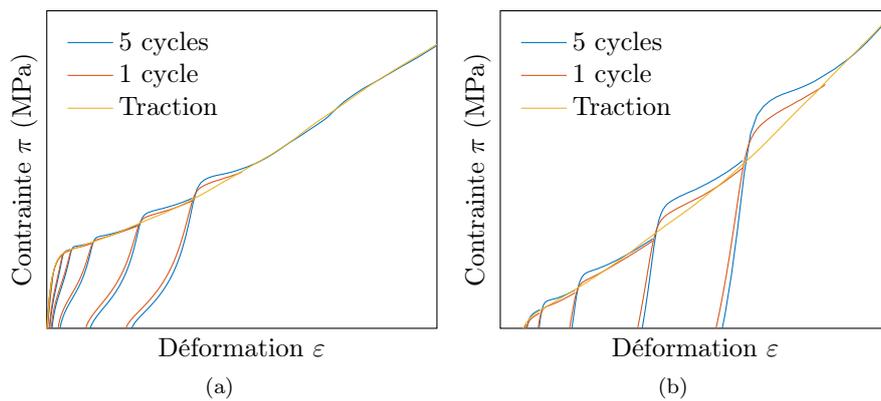


FIGURE 2.21 – Réponse du matériau à un essai de traction et à des essais cyclés. Dans ce dernier cas, seule la dernière charge du bloc de cycle est tracée. La figure (b) est un zoom de la figure (a)

L'analyse de ces essais met en évidence la présence d'une sur-contrainte par rapport à la réponse monotone. Cette effet apparait à la suite du cyclage et son amplitude maximale augmente avec

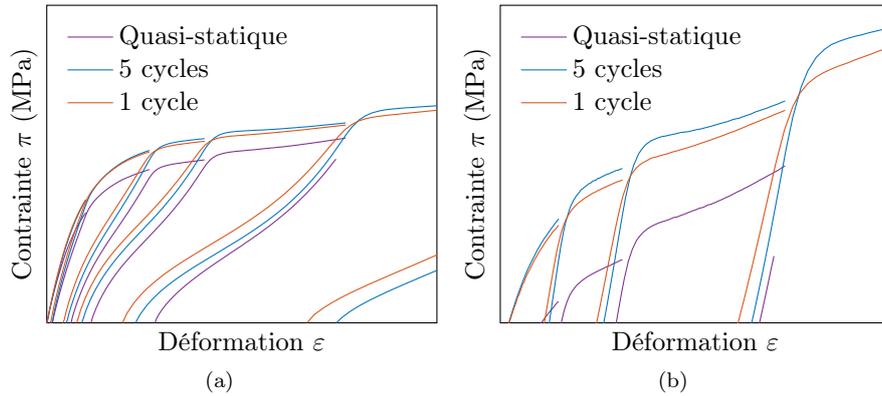


FIGURE 2.22 – Comparaison des réponses d’essais cyclés à 1 et 5 cycle(s) par bloc pour différentes vitesses de chargement. La figure (b) est un zoom de la figure (a) sur la zone d’intérêt. Seule la dernière charge de chaque bloc est tracée.

le nombre de cycles. Toutefois, cette sur-contrainte semble disparaître lors de l’augmentation monotone de la déformation du matériau. Ce phénomène semble donc être la conséquence d’effets de mémoire du matériau (dépendance du comportement au chemin de charge). Afin d’étudier l’hypothèse d’un phénomène uniquement visqueux, un essai complémentaire est réalisé. Il s’agit d’un essai cyclé cinq fois par niveau de charge à une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (soit deux décades sous les précédents). A cette vitesse déformation, l’essai est considéré comme quasi-statique. Etant donné le temps de réalisation d’un tel essai, celui-ci a été restreint aux déformations inférieures à XXX%. Les résultats sont superposés aux précédents et présentés sur la figure 2.22a.

Tout d’abord, on remarque que les niveaux de contrainte de l’essai quasi-statique sont plus faibles que ceux des cas précédents. Cela est dû à l’influence de la vitesse de déformation sur le comportement du matériau et sera étudié dans la partie 2.4.9. Ensuite, l’effet de sur-contrainte est toujours visible de manière claire sur la figure 2.21b (à un niveau de déformation de XX%). Ceci conduit à deux possibilités :

- cet effet n’a pas d’origine visqueuse (dépendante du temps) et ne dépend que du choix de l’amplitude et du nombre de cycles ;
- le temps caractéristique des mécanismes aboutissant à cet effet (ou de la mémoire du matériau) sont très grands devant ceux des essais effectués ici.

Afin de répondre à cette problématique, la question de la relaxation pour des très longs temps sera traitée dans la partie 2.4.11. Pour finir cette partie, nous comparons l’évolution de la déformation résiduelle pour les différents essais (figure 2.23). Il en ressort que :

1. les résultats sont très similaires pour les premiers cycles des blocs de chargement “rapide” à 1 et 5 cycles ;
2. à l’opposé, on observe des écarts croissants entre le cas quasi-statique et le cas “rapide” à 5 cycles ;
3. dans les cas de chargement à 5 cycles, la déformation résiduelle augmente au fur et à mesure des cycles ;
4. les déformations résiduelles sont plus importantes dans le cas de l’essai quasi-statique.

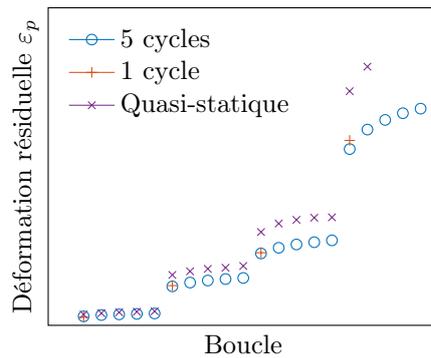


FIGURE 2.23 – Evolution des déformations résiduelles au cours d’essais cyclés à différentes vitesses de déformation

D’après le second point, la vitesse de déformation a une influence sur l’évolution des déformations résiduelles. Par conséquent, les déformations résiduelles sont le fruit de mécanismes possédant au moins un long temps caractéristique. Cette remarque permet d’exclure l’existence d’un unique mécanisme immédiat (avec un temps très court par rapport à ceux des essais) pilotant le phénomène en fonction du maximum d’une grandeur.

Ainsi une première hypothèse ( $\mathcal{H}_1$ ) sur le comportement peut être faite : on suppose que les déformations résiduelles possèdent une cinétique d’évolution caractérisée par un  $\tau_i$  et issue d’au moins un des mécanismes internes au matériau.

Une conséquence de cette hypothèse porte sur l’évolution de la déformation résiduelle au sein d’un bloc dans le cas quasi-statique. Si ce temps caractéristique  $\tau_i$  était plus court que celui des événements de l’essai, la valeur de  $\varepsilon_p$  n’évoluerait pas au fil des cycles. Cela amène à deux situations possibles (ne s’excluant pas l’une l’autre) :

- hypothèse 2 ( $\mathcal{H}_2$ ) : le temps caractéristique des mécanismes du matériau est plus grand que celui des événements de l’essai ;
- hypothèse 3 ( $\mathcal{H}_3$ ) : le matériau possède au moins une cinétique à seuil, c’est-à-dire n’évoluant que lorsqu’une grandeur dépasse un état critique.

L’hypothèse  $\mathcal{H}_2$  est motivée et validée par les points 2 à 4 cités précédemment.

L’hypothèse  $\mathcal{H}_3$  bien connue pour quiconque a déjà travaillé sur les phénomènes de plasticité. Elle est motivée par le faible écart entre les déformations résiduelles des essais rapides et quasi-statique dans le cas du premier bloc. Cet écart croît ensuite fortement à partir du second bloc, suggérant un dépassement du seuil d’activation de la cinétique.

Ce résultat entre toutefois en contradiction directe avec l’existence de déformations résiduelles avant ce seuil. On en déduit donc l’existence d’au moins deux mécanismes contribuant à l’évolution des déformations résiduelles.

Pour finir, on se concentre sur le résultat du point 1. Le matériau semble “oublier” les 4 derniers cycles de l’essai à 5 cycles pour les 3 premiers blocs. Ainsi, on peut postuler l’existence d’un phénomène avec un temps caractéristique inférieur à celui mis pour faire le plus rapide des cycles (5 secondes). L’existence d’un comportement non dépendant de l’histoire du matériau est ici écartée à cause de la présence de nombreux effets visqueux (hystérésis, évolution de la forme et la position des boucles au cours du cyclage). Toutefois, l’écart naissant au 5<sup>ème</sup> bloc permet de postuler l’apparition d’un nouveau mécanisme du matériau à partir de XXX% de déformation.

Pour conclure, nous avons d'abord mis en évidence l'existence d'un phénomène n'apparaissant que dans le cas de chargement cyclique et évoluant avec le nombre de cycles. Ce phénomène existe pour une plage de vitesse de sollicitation d'au moins deux décades. D'autre part, l'étude de l'évolution des déformations résiduelles pour différentes vitesses de chargement a permis de montrer l'existence d'au moins deux mécanismes du matériau possédant une cinétique intrinsèque. Cela a pour conséquence un effet mémoire du matériau, c'est-à-dire une dépendance de la réponse au trajet de charge.

La dépendance temporelle du comportement du matériau sera étudiée dans la suite de ce chapitre grâce à des essais cycliques interrompus par des phases de relaxation.

### 2.4.8 Essais cyclés interrompus

Cette partie a pour objectif d'identifier les caractéristiques dépendantes du temps dans le comportement du matériau grâce à des essais de relaxation. Le but est ici de séparer le comportement dépendant du temps de celui obtenu sur un essai quasi-statique.

Ces essais sont réalisés sur des éprouvettes H4 extrudées à une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Le chargement cyclique des sections précédentes est complété par des phases de relaxation où le déplacement de la traverse est maintenu constant. Le temps de palier varie entre 3 minutes dans le cas général et 5 minutes avant d'entamer une nouvelle décharge. Ces durées sont initialement choisies de manière arbitraire et seront discutées dans la partie 2.4.11. L'évolution de la déformation et de la contrainte au cours du temps est représentée sur la figure 2.24. La courbe contrainte-déformation de cet essai est quand à elle présentée sur la figure 2.25.

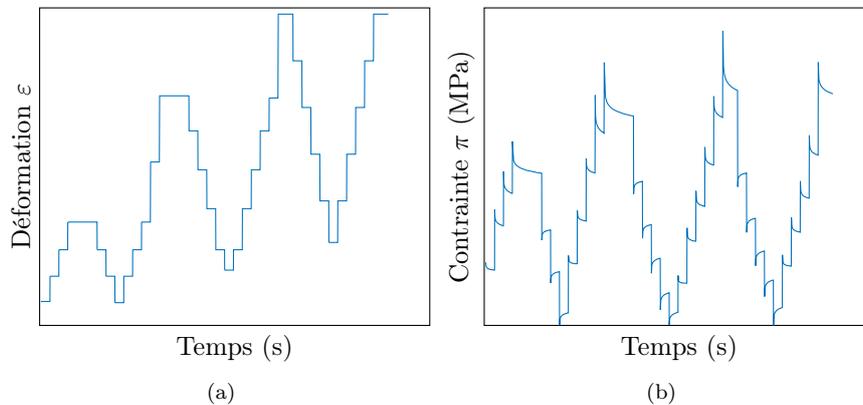


FIGURE 2.24 – (a) Consigne de l'essai : déformation au cours du temps. (b) Réponse du matériau au cours du temps

On peut d'ores et déjà relever l'existence de relaxation de la contrainte pour chacune des phases de palier de déplacement. Cela permet de confirmer l'existence d'une composante dépendante du temps dans le comportement du matériau. La contrainte évolue fortement au cours des phases de palier, plus de la moitié de l'amplitude totale est perdue dans les premières secondes de la relaxation. La cinétique est plus lente pour le reste de la relaxation. Avec ce choix de temps de relaxation, on ne constate pas de cas où la contrainte se stabilise.

Afin d'étudier l'évolution de ce phénomène d'un palier à l'autre, on choisit de comparer les réponses

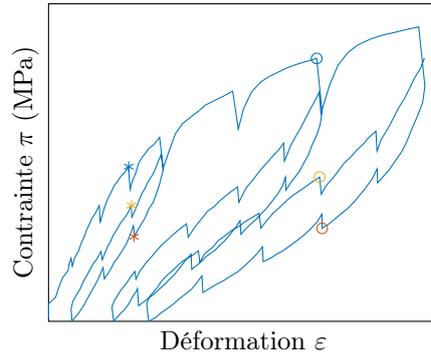


FIGURE 2.25 – Réponse du matériau pour un essai cyclé interrompu (sapin), évolution de la contrainte en fonction de la déformation

en relaxation à différents instants de l’essai pour un même niveau de déformation. Les points étudiés sont indiqués par des marques sur la figure 2.25. Les phases de relaxation sont reproduites sur la figure 2.26 (étoile à gauche, cercles à droite). Plus précisément, on trace en fonction du temps propre de la décharge (d’une durée de 180 secondes) la contrainte normalisée définie comme :

$$\pi_{norm} = \frac{\pi - \pi_{t=0s}}{\pi_{t=180s} - \pi_{t=0s}} \quad (2.10)$$

Le signal en escalier obtenu nous renseigne sur la précision de mesure de la cellule de force, à savoir  $\pm 0.01$  N. Les courbes obtenues pour XX% de déformation sont presque superposées, traduisant un temps de relaxation identique indifféremment de l’historique. Dans le cas des relaxations à XX% de déformation, les courbes sont très proches mais non superposées. Les temps caractéristiques et le profil de relaxation ne présentent pas de différences notables entre le cas à XX% et celui à XX%. Ainsi, pour des états de déformation inférieurs à XX%, la relaxation semble indépendante de l’état mécanique initial.

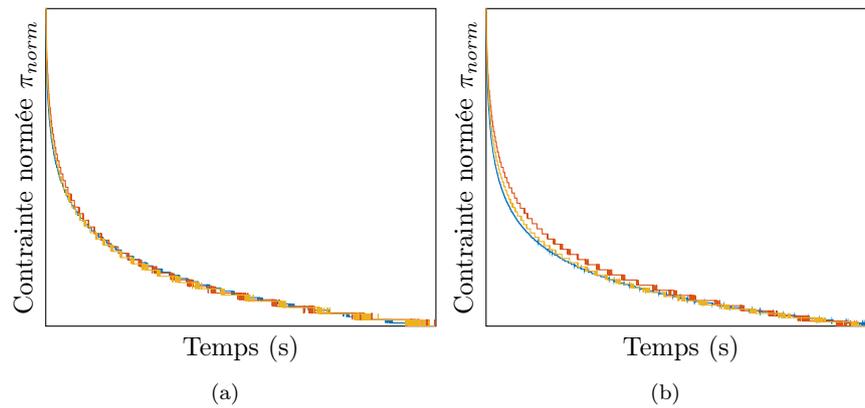


FIGURE 2.26 – Evolution de la contrainte normalisée de fluage au cours du temps pour différents niveau de déformations ((a) XX%, (b) XX%) et à différents instants de l’essai

De même que pour les essais cyclés, il est possible de tracer l’évolution la position de points remarquables. Aux maxima et minima de chaque boucle (désigné précédemment comme “enveloppe”

et “déformations résiduelles”), on peut ajouter ceux au début et à la fin des phases de relaxation. A partir de ces valeurs et dans le but d’isoler la contribution non visqueuse du matériau, on trace la courbe reliant les états mécaniques en fin de relaxation sur la figure 2.27 (a). On trace de plus l’amplitude de variation des contraintes lors des phases de relaxation sur la figure 2.27 (b).

Afin d’aider à l’analyse, la réponse du matériau est décomposée comme la somme d’un comportement transitoire et d’un comportement à l’équilibre (c’est à dire à la fin des phases de relaxation, voir figure 2.27a). L’amplitude de contrainte des différentes phases de fluage est tracée sur la figure 2.27b.

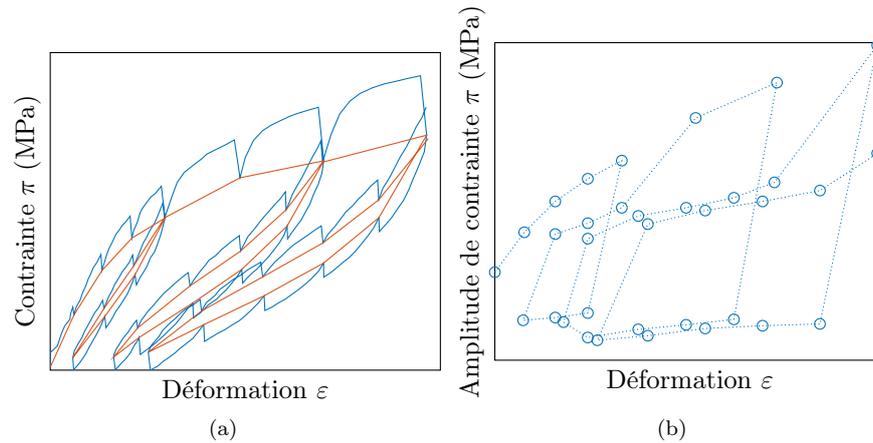


FIGURE 2.27 – (a) Réponse du matériau en fin de relaxation et (b) évolution de l’amplitude de la contrainte de relaxation en fonction de la déformation

Dans ce dernier cas, trois ensembles de valeurs se distinguent :

- le premier ensemble concerne tous les points de la courbe de première charge ;
- le second regroupe tous les points de la descente du cycle où la valeur finale de la contrainte est supérieure la valeur initiale ;
- le troisième est constitué de tous les points de la remontée du cycle.

On peut de plus constater que les points des deux derniers ensembles ont des valeurs d’amplitude de contrainte très proches entre les différentes boucles et présentent de plus une symétrie par rapport à l’axe des abscisses. Ces deux remarques suggèrent que les mécanismes lors du cyclage sont semblables entre la charge et la décharge. Ainsi, pour une vitesse de chargement donnée, l’amplitude de fluage dans les cycles semble dépendre peu de l’état mécanique initial.

D’autre part, les contraintes à la fin des phases de relaxation sont différentes pour la charge et la décharge (figure 2.27a). Cela amène à suggérer l’existence d’un cycle limite après dissipation des effets visqueux. Cette hypothèse sera discutée dans la partie suivant grâce à l’étude de la réponse du matériau à différentes vitesses de chargement. L’amplitude de celui-ci est tracée sur la figure 2.28. Plusieurs remarques peuvent être faites :

- les contraintes en début et fin de cycles sont presque identiques ;
- on observe une phase de plateau au milieu de la boucle où l’amplitude varie peu ;
- la valeur maximale de l’amplitude semble saturer lorsque la déformation maximale des cycles augmente.

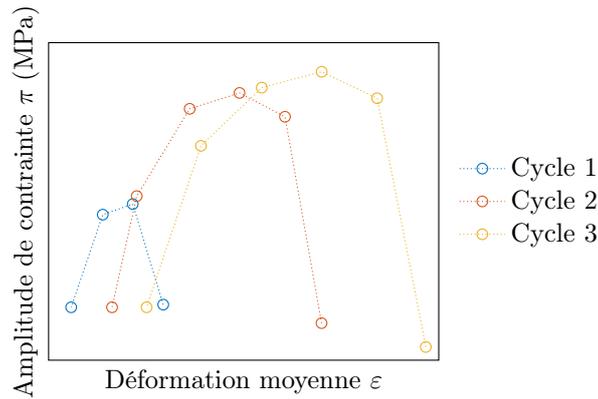


FIGURE 2.28 – Différence de contrainte en fin de relaxation à déformation identique entre de la décharge et de la charge d'un même cycle

#### 2.4.9 Essais cyclés interrompus : influence de la vitesse de chargement

Les essais de cette partie sont effectués sur des éprouvettes H4 extrudées, pour différentes vitesses de chargement entre  $\dot{\varepsilon} = 3.33 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\varepsilon} = 1.67 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  (soit un peu moins de 4 décades). Les essais réalisés sont du même type que ceux de la partie précédente avec des phases de relaxation de 3 minutes. Afin d'améliorer la clarté des figures, seule la première charge et décharge sont représentées. Le résultat de l'essai est tracé sur la figure 2.29. Comme précédemment, les relaxations étudiées dans cette partie sont indiquées à l'aide de marques sur cette même figure.

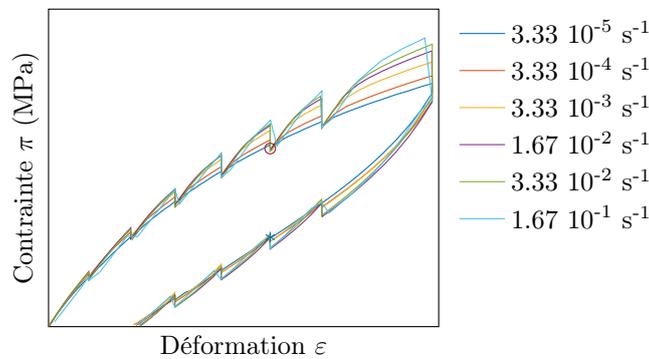


FIGURE 2.29 – Evolution de la contrainte du matériau en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déplacement

De même que dans la partie précédente, l'évolution de l'amplitude de fluage est tracée en fonction de la déformation sur la figure 2.30a. De plus, l'évolution de cette même amplitude est représentée sur la figure 2.30b en fonction de la vitesse de déformation dans le cas où la déformation vaut XX%.

L'évolution de l'amplitude de contrainte est linéaire en fonction de la vitesse déformation dans un diagramme semi-logarithmique. Un écart à la linéarité est toutefois visible pour le  $\dot{\varepsilon}$  le plus élevé. De plus, une absence de symétrie entre les points associés à la première charge et ceux associés à la première décharge est constatée.

Un prolongement des droites du diagramme semi-logarithmique de la figure 2.30b permet d'estimer

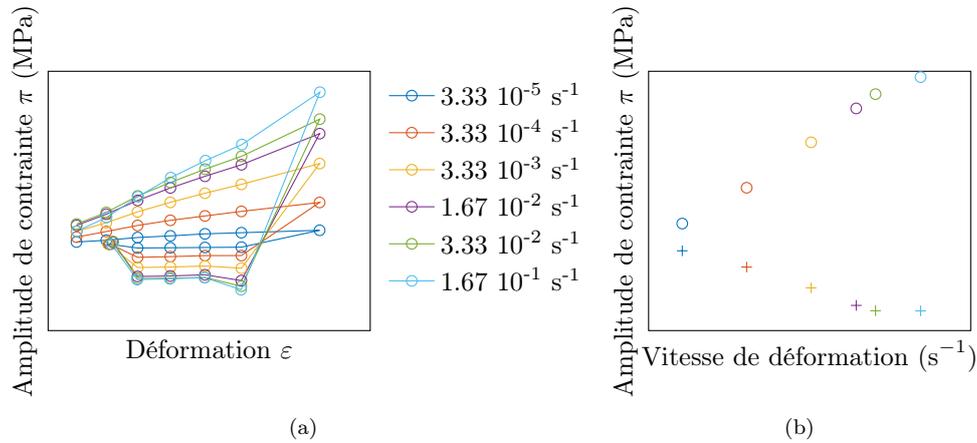


FIGURE 2.30 – Evolution de l’amplitude de contrainte en fonction de la déformation (a) et en fonction de la vitesse de déformation (b) pour un niveau de déformation de XX%

que l’amplitude de la contrainte visqueuse est nulle pour des vitesses de déformation d’environ  $\dot{\varepsilon} \approx 1.0 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Le comportement obtenu pour notre essai à  $\dot{\varepsilon} = 3.33 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  est donc très proche de celui du cas où l’amplitude de contrainte est nulle. Dans la suite de cette partie, l’essai à  $\dot{\varepsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  sera considéré comme la réponse quasi-statique.

Au regard de la figure 2.29, on constate que les contraintes en fin de relaxation semblent toutes converger vers une même valeur. Ainsi, la contrainte en fin de décharge pour l’essai à  $\dot{\varepsilon} = 1.67 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  est similaire à celle de l’essai à  $\dot{\varepsilon} = 3.33 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Il vient donc que l’état mécanique obtenu à la fin d’une relaxation pour un temps suffisamment long est similaire à celui obtenu par un essai quasi-statique. Pour désigner la réponse quasi-statique on parlera donc aussi de réponse limite une fois les effets visqueux dissipés.

D’après ce raisonnement, le comportement semble pouvoir se décomposer comme la somme d’une réponse stabilisée ou quasi-statique (équivalente à celle un essai à vitesse infiniment lente) et d’une réponse contenant les effets de vitesse. Etant donné les hypothèses effectuées ici (amplitude des déformations jusqu’à XX% et essai sapin), cette décomposition peut ne pas être généralisable à tous les types d’essais et toutes les valeurs de déformation. Elle sera discutée dans la partie 2.4.10. Compte-tenu de cette décomposition, les différentes contributions peuvent être étudiées séparément. Lors des phases l’essai où la vitesse de déplacement de la traverse est non nulle, l’écart entre la réponse du matériau à une vitesse de déformation donnée et celle identifiée comme quasi-statique évolue au cours du temps. Cet écart n’évolue pas de manière linéaire et semble tendre vers une valeur limite. Cet écart limite sera nommé dans la suite valeur de saturation de la contribution visqueuse.

Pour finir, le cycle présenté en rouge sur la figure 2.27a correspond bien au cycle limite évoqué précédemment. Cela implique que le comportement quasi-statique présente une boucle d’hystérésis d’origine non visqueuse.

Par ailleurs, il a été montré dans la partie précédente que, pour des déformations jusqu’à XX% et à vitesse constante pour les phases de déplacement, le fluage était indépendant de l’état mécanique

initial. La figure 2.31b permet de compléter ce résultat : la réponse en fluage du matériau pendant les 180 premières secondes dépend de la vitesse de déformation de l'essai.

Plus précisément, cela ne signifie pas forcément que le temps caractéristique du phénomène fluage dépend de la vitesse de déformation. Il est possible que l'augmentation de la vitesse de l'essai permette de solliciter des mécanismes participant au fluage avec des temps plus courts. Il est probable que pour des temps assez longs, les cinétiques de fluage soient indépendantes de la vitesse de déformation antérieure.

D'autre part, on peut remarquer sur la figure 2.31 que la vitesse de décroissance de la contrainte diffère entre les deux niveaux de chargement étudiés. Cet écart est d'autant plus grand que  $\dot{\epsilon}$  est élevée. Cette différence n'est pas retrouvée dans d'autres essais et peut provenir de biais expérimentaux ou de mécanismes non identifiés jusqu'à présent.

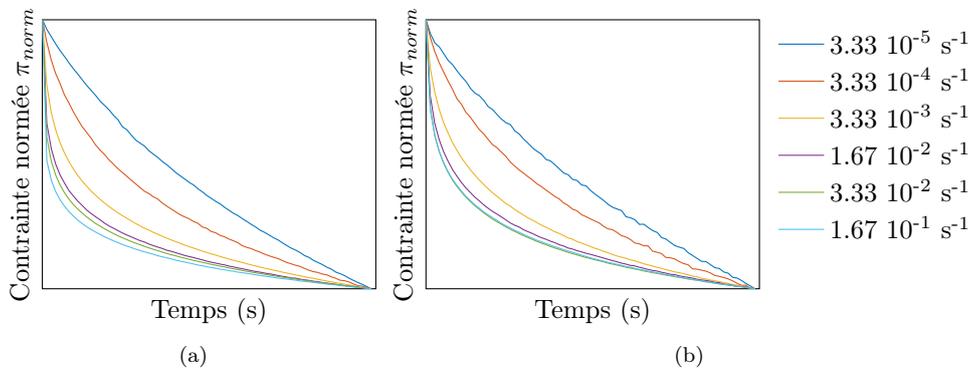


FIGURE 2.31 – Evolution de la contrainte normée au cours d'une phase de fluage lors de la première charge (a) et de la première décharge (b) pour un niveau de déformation de XX%

Pour conclure, l'influence de la vitesse de déformation sur la réponse du matériau a été étudiée ici dans le cas des essais sapin. L'étude de l'amplitude de fluage a permis de montrer que celle-ci évolue linéairement dans un diagramme log-log en fonction de la vitesse de déformation et s'annule pour des vitesses de déformation inférieures à  $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

D'autre part, la valeur des contraintes en fin des phases de relaxation tend vers celle de l'essai correspondant à la réponse quasi-statique du matériau. Cela implique qu'un essai sapin permet de récupérer et de distinguer à la fois les composantes visqueuses et statiques du comportement du matériau.

On propose donc de décomposer la réponse du matériau comme la somme d'une contribution visqueuse et d'une réponse quasi-statique. Cela permet d'isoler et d'étudier séparément ces contributions. Ainsi il a été montré que la part du comportement dépendante de la vitesse semble atteindre une valeur de saturation lors des phases mobiles.

Pour finir, on a montré que le profil de décroissance de la charge lors des phases de relaxation dépend de la vitesse antérieure de l'essai.

La partie suivante permettra de confronter ces résultats à ceux obtenus dans le cas d'essais cyclés sans phase d'interruption.

### 2.4.10 Comparaison des différents types d'essais

Dans cette partie, on comparera les réponses des essais cyclés et sapin pour des déformations inférieures à XX% dans le cas d'éprouvettes H4 et d'essais à  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les phases de relaxation ont une durée de 3 minutes. Les résultats sont présentés sur la figure 2.32.

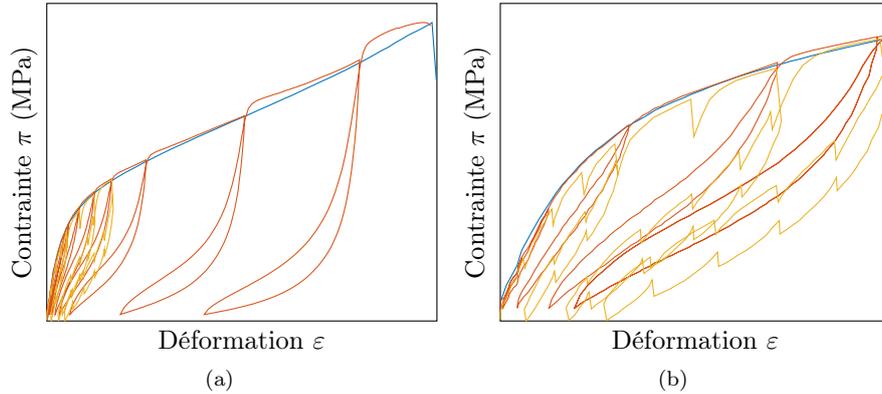


FIGURE 2.32 – (a) Comparaison de la réponse du matériau à des essais de type traction monotone, traction cyclée, et traction cyclée-interrompue. (b) Zoom sur le début de la courbe (a)

On retrouve dans ces essais des résultats présentés précédemment comme la sur-contrainte suite à un cycle sur la figure 2.32a. L'analyse de la figure 2.32b amène plusieurs remarques :

- les déformations résiduelles (définies comme les déformations pour lesquelles  $\pi = 0$  lors d'une descente) sont plus importantes dans le cas d'un essai sapin que dans le cas de l'essai cyclé, comme prévu d'après la partie 2.4.7.
- Les différences de chemin maximales entre la décharge et la charge sont plus importantes dans le cas de l'essai sapin que dans le cas de l'essai cyclé. L'amplitude des boucles de l'essai cyclé non interrompu est supérieure à celle du cycle limite de l'essai interrompu et est comparable à la somme des amplitudes des amplitudes visqueuses.

La dernière remarque permet de reconsidérer les résultats de la partie précédente. On rappelle d'abord que la contribution visqueuse atteint une valeur de saturation lors des phases où la vitesse de déformation est non nulle. Une fois celle-ci atteinte, le comportement de la contribution visqueuse est indépendante des phases de relaxation précédentes. Ainsi, si le comportement du matériau se décomposait uniquement en une contribution quasi-statique et une contribution dépendante de la vitesse, alors les amplitudes de contraintes devraient être les mêmes pour des essais cycliques et cycliques interrompus à des vitesses identiques. Cela n'étant pas le cas, l'hypothèse de départ est donc erronée et doit être reformulée.

Supposer que l'origine de cet écart d'amplitude réside dans la contribution visqueuse viendrait contredire les résultats de la partie précédente. En effet, cela supposerait que le comportement visqueux du matériau change avec le type d'essai. On s'intéresse donc à la réponse que nous avons décrit comme limite.

La principale différence entre ces deux types d'essais réside dans les phases de relaxation qui viennent allonger le temps d'un cycle. Cela permet l'émergence de phénomènes basés sur des temps d'évolution plus longs que ceux d'un cycle de l'essai sans relaxation.

Un nouvel essai est donc réalisé sur des éprouvettes H4 extrudées. Après une première traction jusqu'à 15 mm ( $\approx XX\%$  de déformation) suivi d'une phase de relaxation des contraintes d'une heure, on effectue des cycles entre ce point de déplacement et le point où le chargement s'annule pour différentes vitesses. Une pause de 15 minutes est effectuée avant de débiter un nouveau cycle. On s'intéresse ici à l'amplitude transverse des cycles, dont la définition est décrite dans l'annexe A. Cette grandeur est tracée en fonction de la vitesse de déformation du cycle sur la figure 2.33a. On trace de plus quelques boucles obtenus afin de présenter l'évolution de la forme de la réponse du matériau sur la figure 2.33b.

Cet essai permet de mettre en lumière :

- une décroissance de l'amplitude des boucles avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation.
- une évolution de l'amplitude différentes pour les trois domaines suivant :  $[5e-5, 1e-3]s^{-1}$ ,  $[1e-3, 5e-2]s^{-1}$ ,  $[5e-2, 3e-1]s^{-1}$  ;

Cela confirme le constat précédent sur la comparaison de la taille des boucles entre les essais cyclés et cyclés interrompus. Dans le cas d'essais à vitesse infiniment lente (quasi-statique), les réponses des essais sapin et cyclés doivent être similaires selon la section 2.4.9. D'après la partie 2.4.9, le cas quasi-statique correspond à des vitesses de déformation inférieures à  $\dot{\varepsilon} < 1 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ . Dans ce cas, le matériau exhibe un comportement hystérétique lors du cyclage (figure 2.27a) mais pas d'effet visqueux notable lors des phases de relaxation. Cela signifie que, pour cette vitesse de sollicitation, le temps caractéristique des effets visqueux aboutissant à cette boucle est inférieur à celui des événements de l'essai. Autrement dit, le matériau est constamment dans un état d'équilibre.

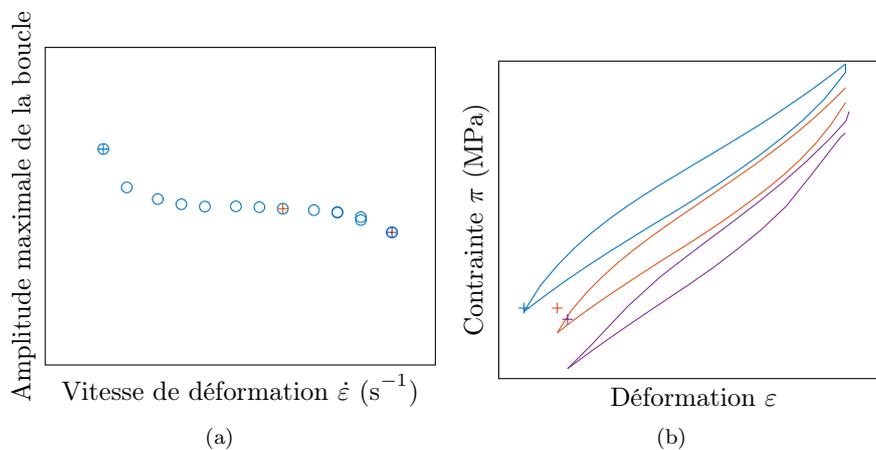


FIGURE 2.33 – (a) Amplitude des cycles de chargement en fonction de la vitesse de déformation. Les points marqués par un “+” correspondent aux boucles tracées figure (b). Afin d'améliorer la lisibilité, les courbes ont été translatées vers le bas, les positions d'origine des points d'inversion sont indiqués par des marques de la couleur de la boucle.

Lorsque ce matériau à l'équilibre est sollicité à une vitesse supérieure à celle caractéristique du phénomène étudié, le déséquilibre créé se manifeste sous la forme d'une augmentation de la contrainte. Cette augmentation est d'autant plus importante que la vitesse est grande, comme représenté sur la figure 2.30b.

Lors d'un essai cyclique, la section de la boucle d'hystérésis est constante dans le cas quasi-statique

et diminue lorsque la vitesse dépasse celle caractéristique du phénomène. La première décroissance sur la figure 2.33a correspond donc au phénomène étudié dans la partie précédente avec une vitesse de déformation seuil de  $\dot{\epsilon} = 1.00 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

La présence de boucle d'hystérésis pour des vitesses supérieures à  $1.00 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  nous indique l'existence d'au moins un second effet visqueux. D'après la décroissance observée, la vitesse caractéristique de celui-ci se situe vers  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Contrairement au premier, ce second mécanisme est associé à un changement de forme des boucles d'hystérésis obtenues (figure 2.33b). On y voit apparaître une transition plus marquée entre différentes zones de la boucle.

D'après ce qui précède, la boucle d'hystérésis que nous avons décrite comme limite dans la partie précédente semble avoir une origine visqueuse et disparaître avec l'augmentation de vitesse de sollicitation. Le comportement matériau reste toutefois hystérétique à cause de la présence d'autres mécanismes visqueux. Leur présence avait été suggérée par les essais de DMA dans la partie 2.3.2. Afin d'identifier l'existence de phénomènes visqueux avec des temps caractéristiques plus importants, la prochaine partie portera sur des essais de fluage de longue durée.

### 2.4.11 Essais de relaxation aux temps longs

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes H4 extrudées. L'éprouvette est soumise à un déplacement de 10 mm ( $\approx XX \%$  de déformation) à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 1.4 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  puis maintenu constant pendant toute la durée des essais. Deux essais ont été réalisés, l'un de 24 h, l'autre de 36 h. Les résultats sont présentés sur la figure 2.34a.

On constate sur cette dernière que la décroissance de la contrainte au cours du temps est quasiment linéaire dans le diagramme log-log avec une très bonne répétabilité. Quelques fluctuations par rapport à la linéarité peuvent être notées. Celles-ci peuvent être en partie expliquées par la réalisation de l'essai à l'air libre et non en enceinte. Sur un temps de l'ordre de la journée, les variations de température ne sont donc plus négligeables. La figure 2.34b confirme ce raisonnement en représentant les déformations mesurées par l'extensomètre au cours du temps et de l'heure de la journée pour les différents essais.

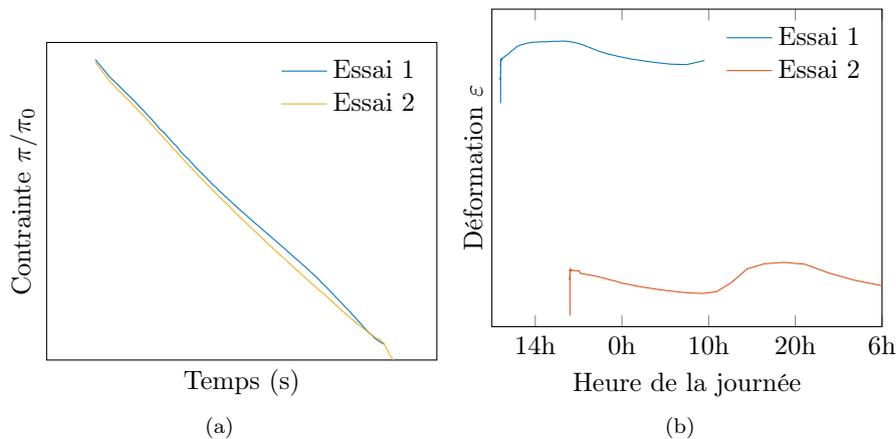


FIGURE 2.34 – (a) Evolution du rapport de la contrainte sur la contrainte initiale au cours du temps. (b) Evolution de la déformation au cours du temps et en fonction de l'heure de la journée

Le comportement pendant la durée de l'essai est donc considéré comme linéaire dans le diagramme log-log. Supposant que cette tendance continue indéfiniment, alors cela signifie que la contrainte tendra vers zéro pour des temps très longs ( $10^{18}$  s si on suppose que la relaxation suite une loi puissance).

La problématique de l'évolution de la cinétique de fluage pour divers couples matériau-température-contrainte a été étudié précédemment par Zhurkov [220, 221]. Il a montré pour un grand nombre de matériau que le comportement en fluage (et non en relaxation comme étudié ici) évolue selon une loi linéaire dans un diagramme contrainte-log(temps) dont la pente dépend de la température. Il a, de plus, montré que cette tendance du comportement était remise en cause pour cas de faibles contraintes ou de très long temps de fluage.

Afin de déterminer les mécanismes évoluant lors du fluage, un nouvel essai est effectué. Celui-ci est interrompu par des cycles à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Un premier cycle est réalisé entre la première charge et le début du fluage permet d'établir une référence. La réponse dans l'espace contrainte-déformation est tracée sur la figure 2.36a. L'évolution de la contrainte au cours du temps est tracée sur la figure 2.35 dans un diagramme log-log (a) et dans un diagramme linéaire (b). On superpose à ce comportement l'interpolation linéaire (dans le diagramme log-log) de l'essai 1 présenté sur la figure 2.34.

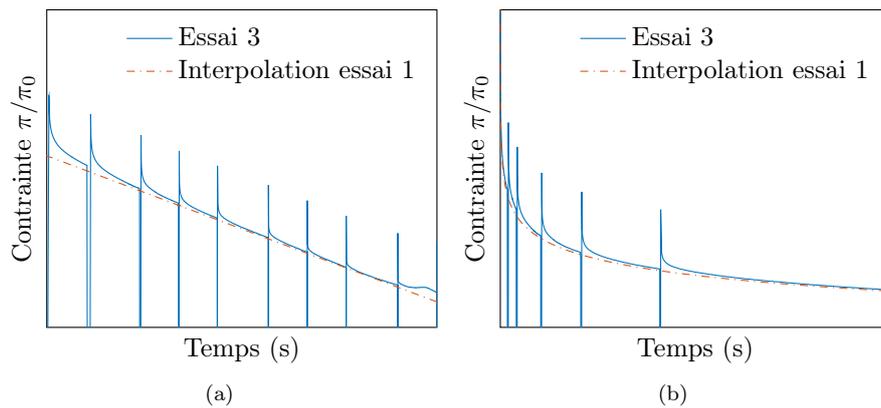


FIGURE 2.35 – Evolution du rapport de la contrainte sur la contrainte initiale au cours du temps (a) diagramme log-log (b) diagramme linéaire

On constate sur la figure 2.35 que la réponse de cet essai tend vers celle du fluage ininterrompu après une phase transitoire liée à la présence du cycle. Les effets de ce dernier semblent se dissiper au bout d'environ 1000 secondes ( $\approx 15$  minutes). Pour finir, la réponse du matériau semble pouvoir se décomposer en un comportement de fluage sur le long terme et un comportement visqueux du matériau. Ces deux composantes semblent de plus décorréliées, l'ajout de cycles n'ayant pas eu d'influence sur l'évolution du comportement en fluage à long terme.

D'autre part, on représente sur la figure 2.36a la réponse de l'essai dans le plan contrainte-déformation. De la même manière que précédemment, seules quelques boucles sont représentées (première, dernière et une intermédiaire). En les comparant, on n'observe aucun changement de forme ou d'orientation au fur et à mesure de l'essai. Il ne semble pas y avoir d'évolution de l'endommagement du matériau lors d'un essai de fluage. On observe toutefois une variation de la position et de l'amplitude des cycles avec le temps. L'évolution de la déformation résiduelle est

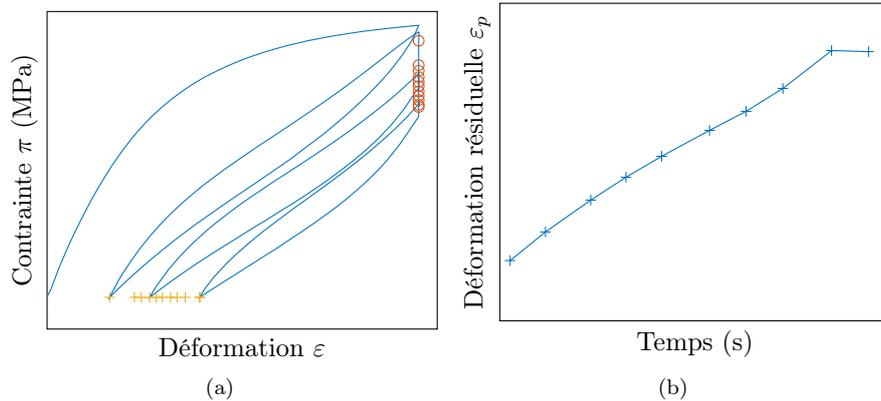


FIGURE 2.36 – (a) Evolution de la contrainte en fonction de la déformation dans le cas d’un essai de fluage interrompu par des cycles. (b) Evolution de la déformation résiduelle de l’éprouvette au cours du temps

représentée sur la figure 2.36b. Cette évolution est linéaire (dans le diagramme log-log) mis à part le dernier point. On propose ici deux hypothèses pour expliquer ce résultat :

- il s’agit d’une erreur dans l’essai ou d’une influence d’un paramètre extérieur (température) ;
- on a atteint le seuil du phénomène, le stoppant de fait.

La première hypothèse est motivée par la forme de la contrainte pour la fin de l’essai sur la figure 2.35a et par la remarque faite précédemment concernant l’influence de la température sur le comportement. La seconde par la correspondance de la contrainte atteinte ( $\approx X$  MPa) avec la fin de la linéarité du comportement lors de la première charge.

Pour conclure, on a montré dans cette partie que le fluage du matériau a pour conséquence l’augmentation de sa déformation résiduelle. Celle-ci évolue selon une loi de type puissance au cours du temps jusqu’à une valeur seuil. Aucune variation de la raideur du matériau ou de la forme de sa réponse n’a été constatée lors du fluage. L’interruption du fluage par des cycles a mis en évidence la présence de plusieurs phénomènes visqueux avec des temps caractéristiques différents (15 minutes et plusieurs heures) et dont les effets semblent se cumuler.

Cet essai permet finalement de poser la question du choix des temps de pause pour les essais de type sapin. Le temps généralement choisi dans les parties précédentes (3 minutes) semblant être insuffisant pour arriver à décorréliser les différents mécanismes visqueux du matériaux.

## 2.5 Essais multiaxiaux

### 2.5.1 Comparaison traction-compression

L’objectif de cette partie est de comparer la réponse du matériau en traction et en compression afin d’étendre les résultats de la partie précédente.

Les essais sont réalisés avec une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 7.57 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . On utilise des éprouvettes de type HA qui, étant massives, ont une limite de flambement beaucoup plus haute que les éprouvettes lamelles utilisées jusqu’à maintenant. Les essais sont de type sapin avec des phases de relaxation d’une durée de 15 minutes.

L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation est représentée en annexe B sur la figure B.1. Afin d'améliorer la comparaison entre les résultats en traction et en compression, on trace l'évolution de la contrainte vraie  $\sigma$  en fonction de la déformation vraie  $\varepsilon^v$  dans l'annexe B sur la figure B.2. Le coefficient de Poisson est choisi à  $\nu = 0.5$  comme montré dans la partie 2.4.3. Ce choix de grandeurs sera conservé pour toute la partie. On propose de plus d'utiliser la même méthode de représentation simplifiée des comportements en traçant l'évolution de enveloppes de chacun des essais (figure 2.37a) et l'évolution des déformations vraies résiduelles (figure 2.37b). Pour finir, on représente l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour plusieurs cas de chargement initial sur la figure 2.38.

Les résultats, présentés dans l'annexe B sur la figure B.2, nous renseignent sur la forme des cycles de charge-décharge pour les différents cas étudiés. On peut noter que, pour des chargements supérieurs à XX% de déformation vraie, les cycles présentent un point d'inflexion pour l'essai en traction. Ce comportement n'est pas constaté dans le cas de la compression, et ce jusqu'à des valeurs de déformation de XX%.

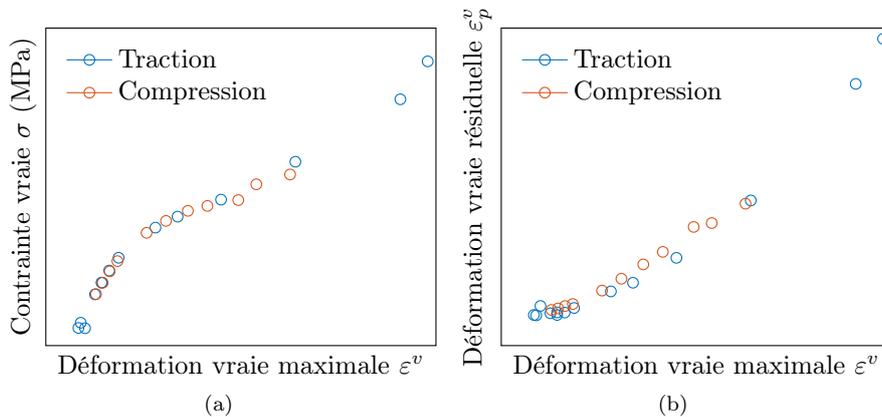


FIGURE 2.37 – Comparaison de l'enveloppe (a) et des déformations résiduelles (b) pour des essais de traction et de compression

La figure 2.37 permet de constater une grande similitude de comportement entre les essais de traction et de compression, et ce aussi bien pour l'évolution de l'enveloppe de première charge que pour les déformations résiduelles.

Pour finir, et conformément à ce qui a été vu jusqu'à maintenant, les temps caractéristiques des phases de relaxation présentés sur la figure 2.38 ne semblent pas dépendre du niveau de déformation.

### 2.5.2 Etude de chargement alterné traction-compression

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes H12-L30 (épaisses donc avec une haute résistance au flambement) avec une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 7.57 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les essais sont de type sapin avec des phases de relaxation d'une durée de 15 minutes. L'essai est piloté en déplacement, la consigne (sous forme de déformation vraie) est tracée sur la figure 2.39a. De même, on trace l'évolution de la contrainte vraie au cours du temps sur la figure 2.39b. Dans les deux cas, en trace en pointillés rouges la valeur absolue de la grandeur calculée. De cette manière, on constate que la

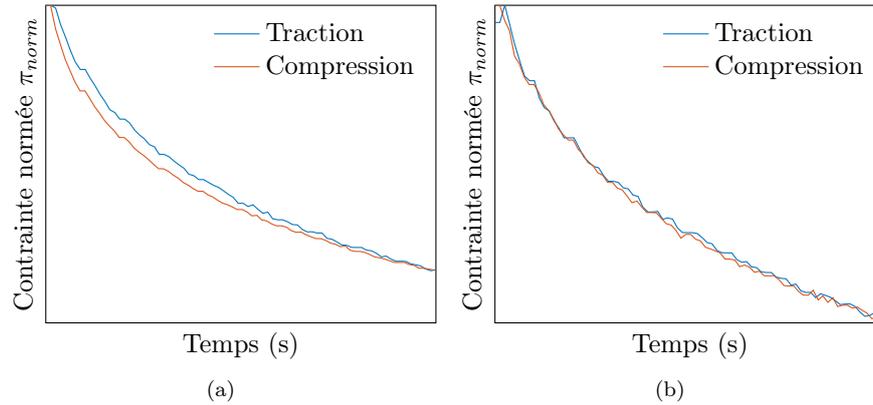


FIGURE 2.38 – Comparaison des réponses en fluage du matériau pour des essais en traction et en compression

déformation vraie de la consigne est symétrique entre les valeurs positives et négatives. Cela n'est pas le cas pour les contraintes.

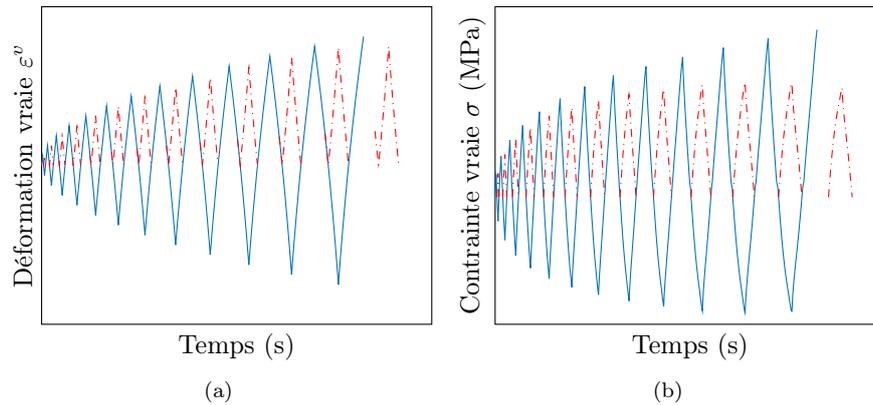


FIGURE 2.39 – Evolution de la déformation vraie et de la contrainte vraie au cours du temps. Dans le cas où le signal est négatif, la valeur absolue est tracée en pointillé rouge

La courbe contrainte vraie-déformation vraie est tracée sur la figure 2.40a. On constate que l'éprouvette a flambé pour des déformations de compression plus grandes que XX%. On analysera donc les résultats pour  $\varepsilon_v \in [-XX\%, XX\%]$ . De plus, les extrema successifs de l'essai ont été identifiés par des marques. L'étude des couples successifs met en évidence une perte de raideur moyenne du matériau avec l'augmentation de l'amplitude des cycles.

On peut de plus constater sur cette même figure la diminution de la raideur moyenne sur un cycle en fonction de l'état mécanique maximal de l'essai. Le point de coordonnées (0,0) semble de plus en plus un point fixe d'une boucle à l'autre. Ce résultat est confirmé à l'étude de la figure 2.40b. On y voit que la déformation résiduelle dans le cas de la recharge n'évolue quasiment pas au cours de l'essai contrairement à celui de la décharge.

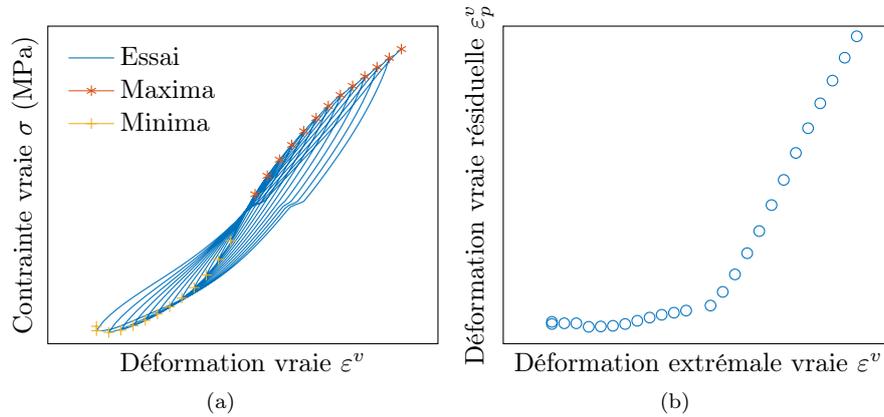


FIGURE 2.40 – Réponse du matériau (a) et évolution de la déformation résiduelle (b) lors de l’essai

### 2.5.3 Evolution du cycle stabilisé lors d’essais alternés

Les essais sont réalisés sur la machine  $\mathcal{M}_2$  et sur des éprouvettes H12-L30. L’essai est piloté en déplacement, on effectue des blocs de chargement de 2000 cycles à une fréquence de 3 Hz avec un profil de chargement sinusoïdal. Plusieurs blocs successifs sont réalisés avec une amplitude croissante. La consigne (sous forme de déformation vraie) est tracée sur la figure 2.41a. De même, on trace l’évolution de la contrainte vraie au cours du temps sur la figure 2.41b. Le profil de la réponse en contrainte est expliqué par la rupture en fatigue de l’éprouvette lors de l’essai.

Les contraintes extrêmes évoluent au fil des cycles au sein d’un bloc. Une chute de la contrainte en valeur absolue peut être constatée. Cette adaptation au fil des cycles apparaît en traction dès le deuxième bloc contre le 5-6ème en compression.

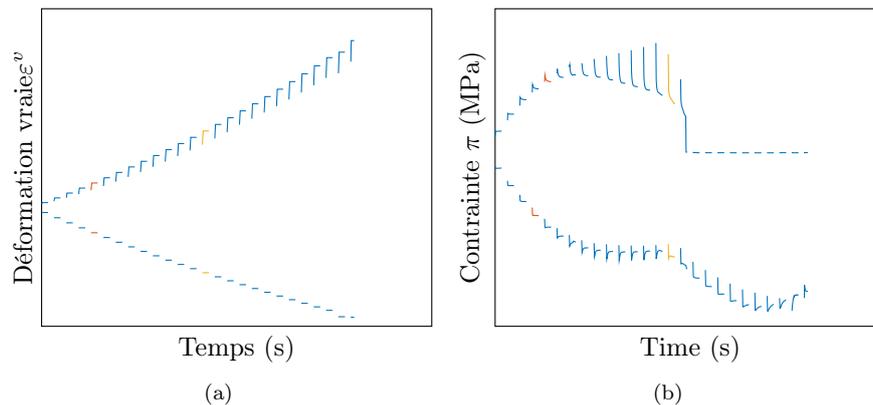


FIGURE 2.41 – Evolution de l’amplitude des cycles de la consigne en déformation (a) et de la réponse en contrainte (b) au cours du temps

L’étude de la figure 2.42 confirme l’évolution de la contrainte maximale au fil des cycles comme évoqué précédemment. De plus, l’évolution de la raideur du matériau au fil de l’essai est beaucoup plus importante pour la traction que pour la compression. Ce résultat sera discuté plus amplement dans la seconde partie de ce manuscrit.

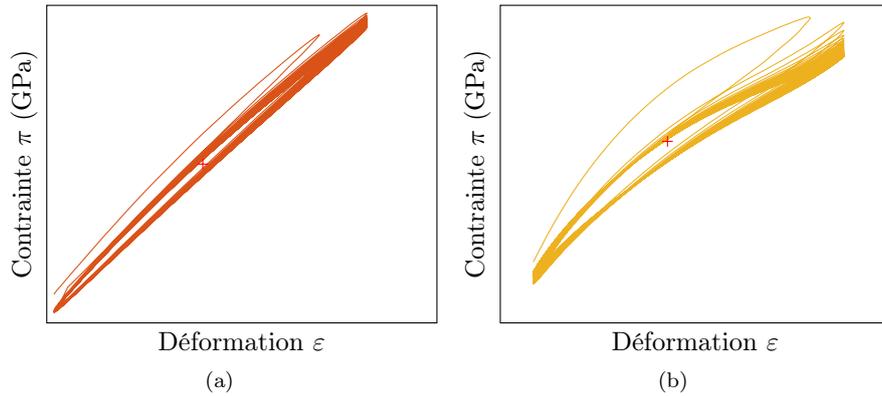


FIGURE 2.42 – Réponse du matériau pour des cycles d’amplitude XXX% et XXX% de déformation

### 2.5.4 Essai de torsion

Un essai de torsion est réalisé sur la machine  $\mathcal{M}_2$  avec des éprouvettes de type HA. Des cycles sont réalisés à une fréquence de 3 Hz entre les valeurs  $+\theta_0$  et  $-\theta_0$  avec  $\theta_0$  variant de manière incrémentale entre  $0^\circ$  et  $80^\circ$ . Les résultats sont présentés sur la figure 2.43.

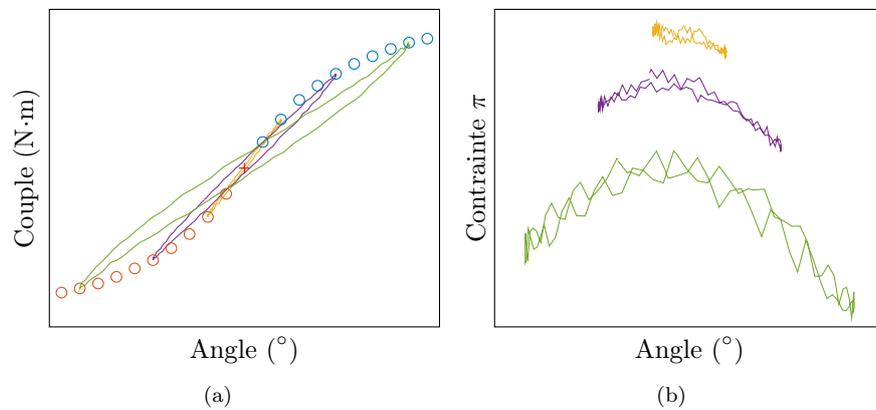


FIGURE 2.43 – Réponse du matériau à un essai de torsion symétrique à 3 Hz, (a) évolution du couple et de (b) la contrainte axiale en fonction de l’angle

Tout comme les essais en traction uniaxiale, la raideur du matériau diminue avec l’augmentation de l’angle maximal. D’autre part, dans le cas de chargement symétrique, aucune déformation résiduelle n’est observée (figure 2.43a). L’analyse de la contrainte dans le sens de la longueur de l’éprouvette (figure 2.43b) permet de mettre au jour des effets de couplage entre les efforts de couple et les efforts longitudinaux pour des grands angles de déformation i.e. lorsque l’on sort de la zone où les hypothèses des petites perturbations s’applique.

## 2.6 Effet de l'environnement

### 2.6.1 Effet de la graisse

Cette partie a pour objectif de déterminer l'impact du conditionnement <sup>(3)</sup> (aussi appelé vieillissement) des éprouvettes sur le comportement mécanique.

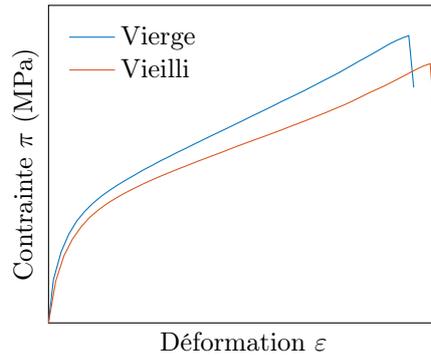


FIGURE 2.44 – Comparaison de la réponse du matériau vierge et conditionné à un essai de traction à rupture

Tous les essais sont réalisés à  $\dot{\varepsilon} = 5.56 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  sur des éprouvettes H4 injectées. On s'intéresse dans cette partie à la réponse du matériau à un essai de traction à rupture (figure 2.44), un essai cyclé (figure 2.45) et un essai sapin (figure 2.46).

Le premier effet du conditionnement est l'augmentation de la section des l'éprouvette d'environ  $3 \pm 0.7\%$  <sup>(4)</sup>. Ce phénomène sera étudié dans la partie 6.2.

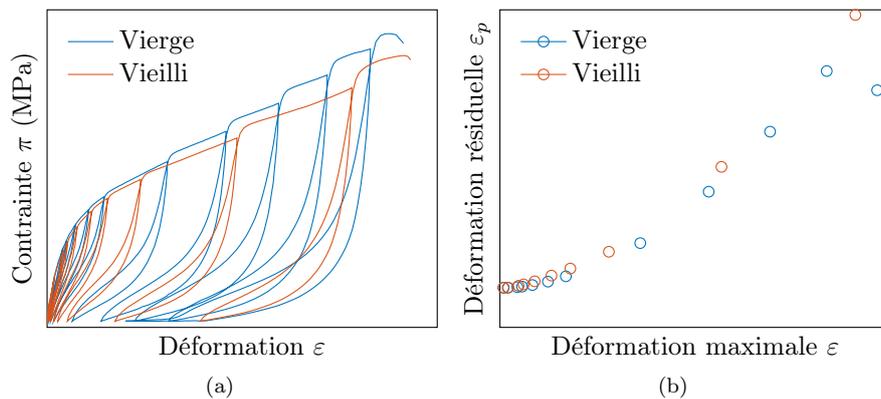


FIGURE 2.45 – Comparaison de la réponse du matériau vierge et conditionné à un essai cyclé

L'étude des figures 2.44, 2.45a et 2.46a permet de constater que la raideur du matériau conditionné est plus faible que celle du matériau vierge. Ceci est principalement visible lors de la comparaison des enveloppes de chargement mais aussi des boucles de décharge-recharge. Toutefois, les déformations résiduelles (figure 2.45b) et les temps caractéristiques des relaxations (figure 2.46b) ne

(3). Les éprouvettes sont immergées dans la graisse et placées en étuve à 100 °C pendant 7 jours

(4). Résultats obtenus à partir de l'étude de 10 éprouvettes de type H4 injectées

semblent pas impactés par le conditionnement. L'influence du trinôme {temps de vieillissement, graisse, température de vieillissement} sur le comportement sera étudié plus en détails dans le chapitre 6.

Pour finir, le temps de relaxation des éprouvettes vierges est plus court que celui des éprouvettes conditionnées d'après l'étude de la figure 2.46b.

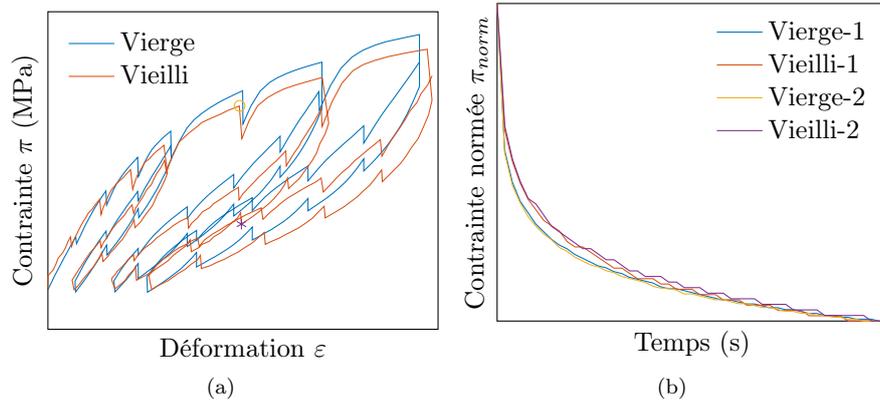


FIGURE 2.46 – Comparaison de la réponse du matériau vierge et conditionné à un essai sapin

## 2.6.2 Effet de la température

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes H4 injectées et vieilles, à une vitesse de  $\dot{\varepsilon} = 2.28 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et dans un four dont la température dépend de l'essai. On étudie d'abord figure 2.47 l'influence de la température sur le comportement du matériau à différentes températures. Les résultats de la base de donnée du site <https://www.campusplastics.com/> (figure 2.47a) sont comparés à ceux effectués au laboratoire (figure 2.47b).

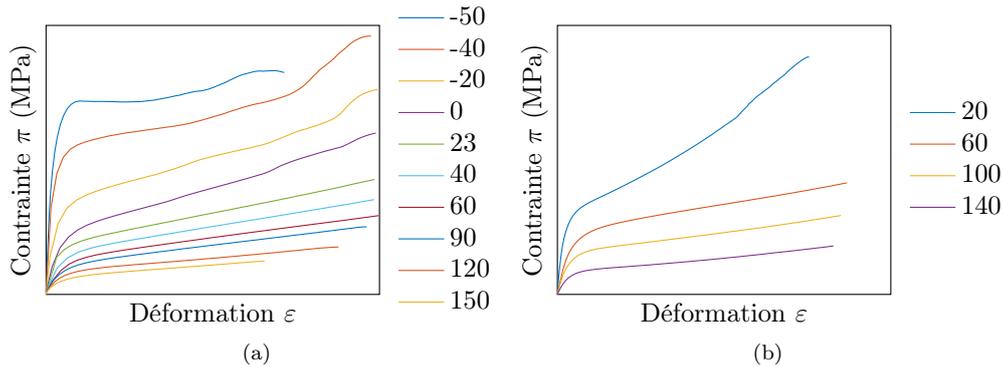


FIGURE 2.47 – Essai de traction à rupture, (a) données du site campusplastics et (b) essais effectués

Les résultats obtenus selon différentes sources sont cohérents entre eux à cause des allures et des ordres de grandeurs. Les résultats du site campusplastics peuvent donc être considérés comme cohérents, nous permettant une analyse du comportement sur une plus grande plage de température que celle de nos essais.

De l'étude de la figure 2.47, il ressort que :

- la raideur initiale du matériau diminue avec la température ;
- la contrainte au moment de l'inflexion de la courbe diminue avec la température ;
- la raideur de la deuxième partie des courbes (après le point d'inflexion) augmente entre  $-XX$  et  $X$  °C puis diminue jusqu'à  $XXX$  °C

Le premier point est classiquement constaté pour les polymères [179, 90]. Les deux derniers sont cohérents avec les remarques faites dans la partie 2.3.2 concernant un phénomène apparaissant pour des températures proches de  $X$  °C. L'étude par DMA avait permis de constater un changement de pente entre les domaines  $[-XX, X]$  °C et  $[X, XXX]$  °C. Ces résultats permettent donc d'étendre les conclusions faites à partir de ceux obtenus par DMA (obtenus en petites déformations).

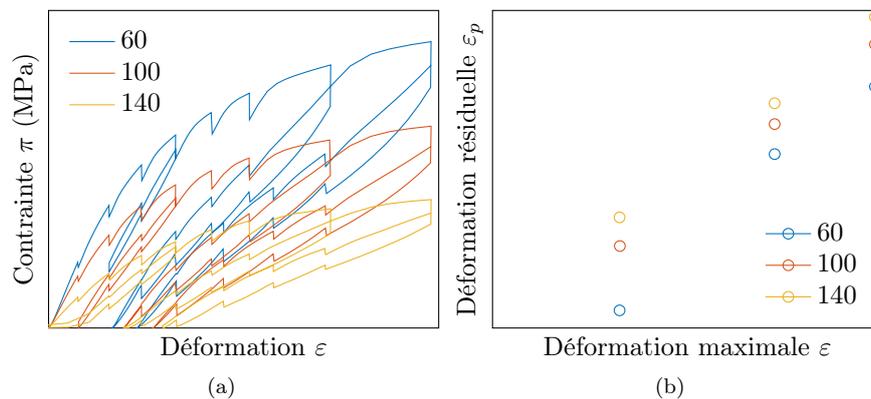


FIGURE 2.48 – (a) Amplitude des essais sapin à différentes température et (b) évolution des déformations résiduelles au cours de l'essai

L'étude des essais sapin sur la figure 2.48 permet de constater quelques points complémentaires aux précédents :

- la raideur du matériau lors des phases de décharge-recharge diminue avec la température ;
- l'amplitude de fluage diminue avec la température ;
- les déformations résiduelles augmentent avec la température ;
- l'amplitude de la boucle résiduelle diminue avec la température.

Pour compléter les résultats précédents, la figure 2.49 représente la réponse normée du matériau en fluage. Dans le cas d'un point appartenant à la courbe enveloppe, une légère augmentation du temps de relaxation avec la température peut être constaté. Dans les cas contraires, le temps de décroissance est indépendant de la température.

## 2.7 Conclusion

Cette partie a permis de mettre en lumière un grand nombre de caractéristiques du thermoplastique élastomère étudié dont on se propose de faire une synthèse ici.

Les températures de transition vitreuse et de fusion du matériau ont été estimées à  $-XX$  °C et  $XXX$  °C par des essais de DSC. Ces données ont été complétées par des essais de DMA et des essais mécaniques en température qui ont montré l'existence de deux domaines de comportement entre ces deux bornes. Ceux-ci sont distingués par des évolutions différentes du comportement mécanique de part et d'autre d'une valeur de transition aux alentours de  $X$  °C. Dans l'ensemble

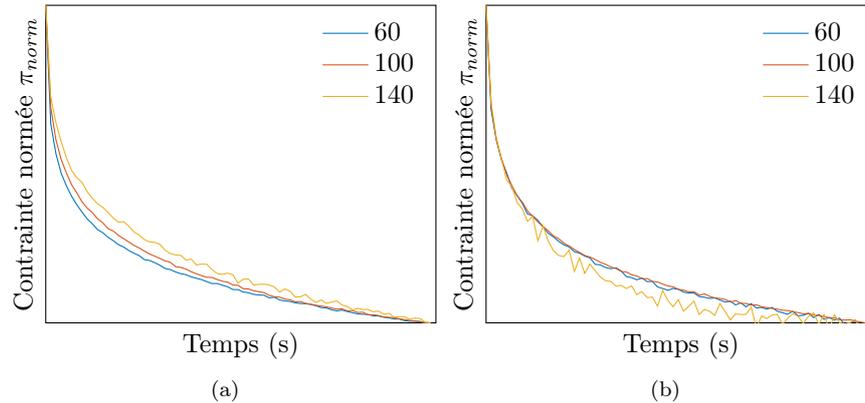


FIGURE 2.49 – Evolution de la contrainte lors des phases de relaxation à XX% de déformation pour (a) la première charge et (b) dans une boucle

de la zone d'étude, il n'existe pas plage de fréquence/température où le matériau a un coefficient d'amortissement nul.

Des essais monotones de traction uniaxiale à température ambiante ont permis de montrer que :

1. le matériau n'est pas isotrope ;
2. le comportement n'est pas drastiquement différent entre les différentes orientations ;
3. le matériau peut être considéré comme incompressible ;
4. les essais sont répétables ;
5. les éprouvettes conservent de fortes elongations résiduelles ;
6. la raideur apparente du matériau évolue en trois phases comme décrit dans la partie 1.2.4.

La caractérisation du comportement a été approfondie par des essais cyclés et cyclés interrompus. Cela a permis de montrer que :

8. le matériau semble présenter un effet Mullins ;
9. la raideur du matériau diminue avec la déformation maximale du cycle ;
10. la raideur du matériau varie très peu entre deux cycles consécutifs de même amplitude ;
11. une sur-contrainte est observée après un cyclage et son amplitude augmente avec le nombre de cycle effectué ;
12. la sur-contrainte est aussi observée pour des vitesses de déformation très faibles ;
13. le matériau possède au moins deux mécanismes internes avec des temps caractéristiques non nuls ;
14. l'amplitude des effet d'au moins un des mécanismes augmente comme le logarithme de la vitesse de déformation ;
15. la relaxation des contraintes obéit à une loi puissance jusqu'à une valeur de saturation ;
16. le temps caractéristique de relaxation ne dépend pas de l'état mécanique initial ;
17. il n'y a pas d'endommagement lors des phases de relaxation seulement une augmentation des déformations résiduelles ;

18. la taille des boucles d'hystérésis diminue avec la vitesse de déformation ;
19. on constate une augmentation de la raideur des boucles avec la vitesse de déformation.

Pour finir, des essais en traction-compression et en torsion ont permis de montrer que :

21. le comportement est symétrique entre la traction et la compression ;
22. une sollicitation alternée symétrique (à  $\pm\varepsilon^v$ ) a pour conséquence une déformation résiduelle nulle en fin de cycle ;
23. le comportement en torsion ne permet pas d'identifier de nouveau mécanisme.

Une tentative de proposition de mécanismes moléculaires/microscopiques expliquant ces résultats sera proposée lors de la construction d'un modèle physiquement motivé. La numérotation des différents points permettra d'y référer facilement lors de cette future partie.

Le conditionnement des éprouvettes à la graisse montre une évolution des propriétés du matériau. Ce point sera traité plus en détail dans le chapitre 6.

Deuxième partie

Modélisation du comportement  
mécanique des thermoplastiques  
élastomères



# Chapitre 3

## Modèles adaptés aux élastomères et aux thermoplastiques

**Résumé :** Après avoir introduit le concept d'éléments rhéologiques, une revue des modèles de la littérature des caoutchoucs et des polymères semi-cristallins est effectuée. En vue de construire à long terme un modèle thermo-mécanique adapté aux matériaux TPE, une démarche scientifique est proposée. La fin de ce chapitre est consacrée à la présentation du cadre thermodynamique et des équations de comportement classiquement utilisées pour les matériaux visco-élastiques. Ce formalisme sera repris et étendu dans le chapitre suivant où des modèles de comportement seront proposés.

### Sommaire

---

<b>3.1 Introduction</b>	<b>82</b>
<b>3.2 Modèles rhéologiques</b>	<b>82</b>
3.2.1 Introduction des éléments rhéologiques	82
3.2.2 Assemblage d'éléments rhéologiques	83
<b>3.3 Bibliographie sur les modèles existants</b>	<b>84</b>
3.3.1 Introduction	84
3.3.2 Modèles dédiés aux caoutchoucs	84
3.3.3 Introduction sur les modèles dédiés aux thermoplastiques	85
3.3.4 Présentation des modèles dédiés aux thermoplastiques	87
3.3.5 Conclusion	91
<b>3.4 Approche proposée</b>	<b>91</b>
<b>3.5 Présentation du formalisme et des notions utilisées</b>	<b>93</b>
3.5.1 Présentation du cadre thermodynamique	93
3.5.2 Hyperélasticité dans le cas de solides incompressibles	95
3.5.3 Modèles hyperélastiques	96
3.5.4 Milieu à plusieurs configurations	97
<b>3.6 Conclusion</b>	<b>99</b>

---

### 3.1 Introduction

Lors de la partie précédente, de nombreuses caractéristiques propres au comportement mécanique des thermoplastiques élastomères ont été mises en évidence. Cette partie a donc pour but la construction d'un modèle adapté pour simuler ce comportement.

Ainsi, après une synthèse des modèles présents dans la bibliographie et des explications avancés par les auteurs pour les justifier, nous expliciterons la démarche que nous proposons de mettre en oeuvre. La fin de ce chapitre sera consacrée à la description du cadre thermodynamique classiquement utilisé pour l'écriture des lois de comportement. Nous en profiterons pour introduire les notations et les concepts qui seront réutilisés pour construire les modèles qui seront développés dans le chapitre 4.

Afin de simplifier l'explication des différents modèles présentés dans toute cette partie, nous utiliserons une représentation basée sur des éléments rhéologiques présentés dans la prochaine partie de ce chapitre.

### 3.2 Modèles rhéologiques

#### 3.2.1 Introduction des éléments rhéologiques

La modélisation du comportement du matériau par des éléments rhéologiques est depuis longtemps utilisée pour l'étude de la viscosité [179]. L'extension de cette méthode au comportement élasto-plastique au début des années 2000 [127, 128, 86] a depuis ouvert la voie à de nombreux développements. Désormais, une majorité d'auteurs s'appuient sur cette représentation pour illustrer de manière simple la structure de leurs modèles [26, 16, 11, 145, 190]. Les quelques éléments rhéologiques classiquement utilisés sont récapitulés sur la figure 3.1.

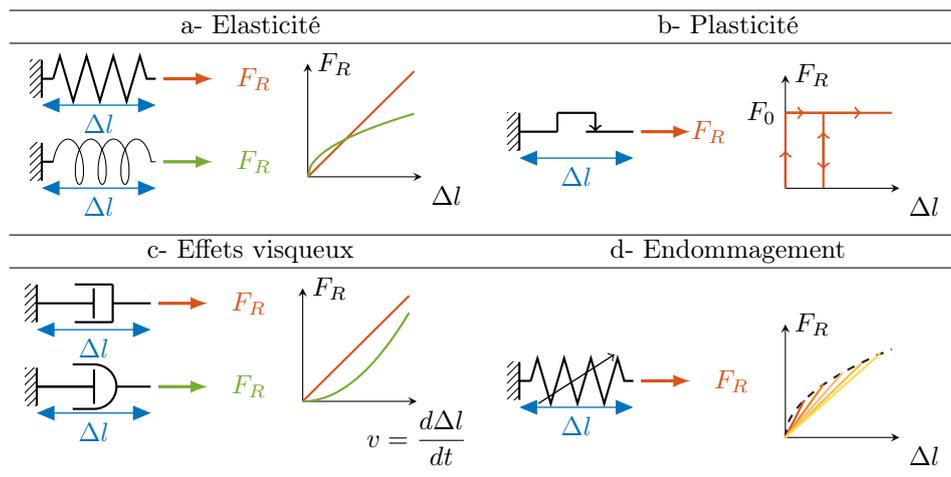


FIGURE 3.1 – Elements rhéologiques, représentation symbolique et illustration de comportement (effort  $F_R$  en fonction de l'allongement  $\Delta l$ ). a- Ressort linéaire/non linéaire, b- patin, c- amortisseur, d- potentiomètre.

**Les ressorts** permettent de modéliser une évolution linéaire ou non-linéaire de la contrainte avec la déformation. Ce type d'élément permet de représenter le comportement élastique ou hyperélastique du matériau. Le comportement est réversible et indépendant de la vitesse de déformation. Les trajets de charge et de décharge sont identiques et il n'y a pas de déformation résiduelle à contrainte nulle.

**Le patin** est inspiré du comportement d'un objet frottant sur une surface avec une loi de type Coulomb. Plus précisément :

- en dessous d'un effort limite, l'effort augmente mais la déformation reste constante ;
- lorsque l'effort limite est atteint, le déplacement évolue afin de maintenir un effort constant.

Ce type d'élément permet de représenter la plasticité parfaite d'un matériau. L'écroutissage isotrope peut être obtenu par association d'un ressort et d'un patin.

**Les amortisseurs visqueux** sont utilisés pour modéliser la dépendance temporelle du matériau. Plus précisément, la force de réaction des amortisseurs visqueux dépend uniquement de la vitesse de déformation. De la même manière que pour les ressorts, l'évolution de la contrainte peut être linéaire ou non en fonction de la vitesse de déformation. La réponse de l'élément dépend donc du chemin choisi.

D'un point de vue thermodynamique, cet élément (représentant les phénomènes visqueux ou les frottements internes du matériau) dissipe de l'énergie mécanique lors de sa sollicitation. Dans le cas d'un chargement cyclique, cela se manifeste par la présence de boucles d'hystérésis.

**Le potentiomètre** représenté par une flèche, de manière analogue à ce qui est utilisé en électronique. On l'utilisera ici pour représenter visuellement l'endommagement du matériau, c'est-à-dire l'évolution de sa raideur au cours de son utilisation. De manière plus générale, ce symbole permet de représenter une variation des paramètres d'un élément au cours de son utilisation.

### 3.2.2 Assemblage d'éléments rhéologiques

L'assemblage d'éléments rhéologiques est aisé à appréhender dans le cadre unidimensionnel et en petites déformations. Dans ce cas, on considère  $i$  éléments rhéologiques définis par leur état mécanique déformation/contrainte  $(\varepsilon_i, \sigma_i)$ . On note  $(\varepsilon, \sigma)$  l'état mécanique de l'assemblage. Il est possible de montrer que dans le cas d'un assemblage d'éléments en parallèle, ceux-ci partagent la même déformation et la contrainte globale s'écrit comme la somme des contraintes de chacun des éléments soit :

$$\forall i, \varepsilon_i = \varepsilon \text{ et } \sigma = \sum_i \sigma_i \quad (3.1)$$

Dans le cas d'un assemblage en série, les éléments partagent la même contrainte et la déformation globale s'écrit comme une combinaison des déformations de chacun des éléments, soit :

$$\varepsilon = f(\varepsilon_1, \dots, \varepsilon_i) \text{ et } \forall i, \sigma_i = \sigma \quad (3.2)$$

La fonction  $f$  dépend de l'hypothèse faite sur la partition de la déformation. En général, la décomposition de la déformation est choisie additive pour les petites déformations. Dans le cadre des

grands déplacements, la décomposition multiplicative est majoritairement utilisée mais ne permet plus de conserver des relations aussi simples que celles présentés précédemment. La réécriture de ces relations fait l'objet de plusieurs publications récentes [117, 184, 107]. Ce formalisme sera précisé plus en détails lors de la partie 3.5.4.

### 3.3 Bibliographie sur les modèles existants

#### 3.3.1 Introduction

À notre connaissance, il n'existe pas de modèle de comportement écrit spécifiquement pour les thermoplastiques élastomères copolyester-ether (TPE-E). Ainsi nous nous proposons dans cette partie de dresser une liste non exhaustive des principaux modèles adaptés pour décrire le comportement des thermoplastiques et des élastomères. De plus, certains modèles ont fait l'objet de plusieurs publications sous des formes alternatives et souvent adaptés à l'étude menée. Nous nous attacherons autant que possible à citer l'article princeps et le plus récent. Pour finir, tous les modèles présentés dans cette partie sont développés en trois dimensions.

#### 3.3.2 Modèles dédiés aux caoutchoucs

**Modèle Bergström-Boyce [26]** Par des expérimentations sur les caoutchoucs, Bergström et Boyce identifient les caractéristiques suivantes pour les caoutchoucs :

- après une phase d'accommodation du matériau (élimination de l'effet Mullins), le comportement des caoutchoucs devient répétable ;
- une quantité d'énergie conséquence est dissipée dans les boucles d'hystérésis, cet effet n'est pas lié à l'effet Mullins ;
- les caoutchoucs peuvent présenter une très faible déformation résiduelle après sollicitation ;
- la réponse du matériau dépend de la vitesse de sollicitation ;
- pour un niveau de déformation donnée, la contrainte à l'équilibre (i.e. après un long temps de relaxation) est la même, et ce, indépendamment des états de chargement précédents.

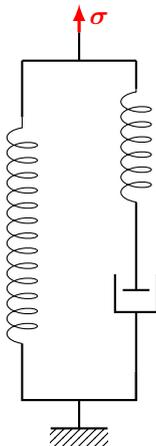


FIGURE 3.2 – Schéma rhéologique du modèle de Bergström-Boyce

A la suite de ces constatations, ces auteurs proposent le modèle rhéologique représenté sur la figure 3.2. La première branche capture le comportement réversible des chaînes de polymère par un modèle hyperélastique (modèle 8 chaînes). Ce comportement est indépendant de la vitesse de chargement. Une seconde branche représentant la dépendance du caoutchouc à la vitesse de déformation complète le modèle. Bergström et Boyce proposent d'expliquer les effets visqueux par le mouvement de chaînes libres dans le polymère lors de son extension. La cinétique complexe et en plusieurs étapes de ce phénomène est décrite par [55]. Le comportement est toutefois considéré par les auteurs comme viscoélastique et modélisé par une loi de type puissance.

Ce modèle est le premier à caractériser le comportement des caoutchoucs en grandes déformations. Il est la base de nombreux travaux ayant permis de le compléter pour y ajouter, par exemple, l'influence de la présence d'agglomérats de noir de carbone dans le matériau [16]. Plus récemment, [48] a proposé une méthode pour son implémentation dans le cadre éléments finis.

Ce modèle propose une approche à l'échelle microscopique en considérant des grandeurs basées sur la physique du matériau telles que l'élongation maximale des chaînes, la densité de chaîne active, l'énergie d'activation des phénomènes visqueux. . .

**Modèle Méo-Lejeunes-Boukamel [145, 140, 122]** Les auteurs proposent un nouveau formalisme facilitant l'écriture de lois de comportement. Ils basent leur approche sur la décomposition en états intermédiaires définis à l'aide de variables internes [185] et de la définition d'un potentiel de dissipation. Plus précisément, l'écriture d'un système à plusieurs configurations dans le cadre thermodynamique permet grâce à la définition d'une énergie libre et d'un potentiel de dissipation la construction d'une grande quantité de modèles. Les articles [145] et [122] portent plus particulièrement sur les modèles de Zener (analogue à celui de Bergström-Boyce présenté précédemment) et de Poynting. On travaille donc ici avec des grandeurs à l'échelle macroscopique.

Cette approche permet un couplage aisé entre le comportement mécanique et thermique étant donné que la dissipation est exprimée de manière explicite via la définition d'un potentiel [164]. Une extension récente aux couplages thermo-chimio-mécanique a été faite [203].

Pour finir, [140] propose une généralisation du modèle de Bergström-Boyce par l'ajout d'une infinité de branches viscoélastiques en parallèle via un modèle statistique. Cette approche permet de prendre en compte la dispersion des propriétés des chaînes de polymère (longueur, étranglement, . . .) et ainsi de capturer le comportement mécanique pour des fréquences de sollicitation sur plusieurs décades.

### 3.3.3 Introduction sur les modèles dédiés aux thermoplastiques

Les modèles proposés pour les caoutchoucs sont tous construits sur la mise en parallèle d'une branche constituée uniquement d'un élément hyperélastique et d'une ou plusieurs branche(s) viscoélastique. La branche hyperélastique est régulièrement complétée par de l'endommagement afin de capter l'effet Mullins des caoutchoucs. Ce type d'assemblage ne comportant aucun élément amenant de la plasticité résiduelle, il n'est pas adapté en tant que tel pour les TPC.

Les TPC présentent toutefois certaines similarités avec le comportement des caoutchoucs : adoucissement, visco-hyperélasticité lors des cyclages, . . . Le modèle de Bergström-Boyce est donc classiquement utilisé comme base de réflexion pour la construction d'un modèle pour les polymères semi-cristallins et les thermoplastiques. L'ajout de la plasticité constitue la différence majeure

entre les modèles de la littérature. En partant du modèle de Bergröm-Boyce avec endommagement représenté sur la figure 3.3a, les trois configurations possibles sont représentées de manière rhéologique sur la figure 3.3.

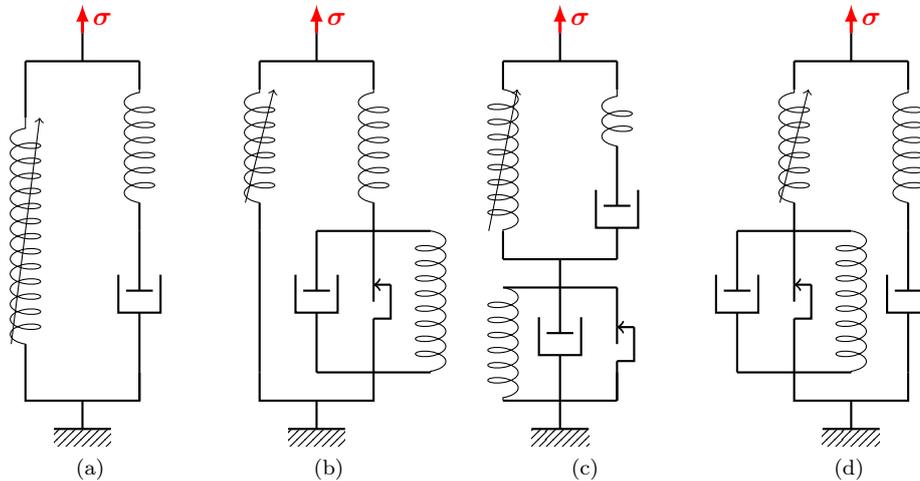


FIGURE 3.3 – (a) Modèle de BB avec prise en compte de l'effet Mullins, (b) transformation de l'élément viscoélastique par un élément viscoplastique, (c) ajout d'un élément viscoplastique en série, (d) ajout d'un élément viscoplastique dans la première branche

Ces modèles peuvent être agrémentés par l'ajout de branches viscoélastiques ou viscoplastiques en parallèle. Toutefois, cela ne change pas l'analyse à suivre sur les différentes configurations possibles.

### Passage d'un élément viscoélastique à un élément viscoplastique

La branche viscoélastique du modèle de Bergröm-Boyce est remplacée par au moins une branche viscoplastique. Plusieurs interprétations physiques différentes sont proposées par les auteurs des différents modèles pour justifier ce choix :

- la branche hyperélastique capture le comportement de la partie amorphe du matériau, la (ou les) branche(s) viscoplastique(s) modélise(nt) le frottement lors du glissement entre les chaînes et ce dernier ne peut apparaître qu'au-delà d'une valeur seuil.
- le comportement global du matériau résulte de la somme d'un comportement semblable au caoutchouc (comportement hyperélastique endommageable de la phase amorphe) et du comportement type thermoducissable (comportement hyperélasto-viscoplastique de la phase cristalline, pouvant présenter une chute de raideur après le seuil de plasticité).

Dans les deux cas, la réponse du matériau s'écrit comme la somme des réponses des différentes branches.

Cette approche implique que :

- lorsque le matériau est relâché après étirement, la déformation résiduelle résulte d'un équilibre entre la branche hyperélastique (qui ne revient pas à une déformation nulle) et la branche viscoplastique. Cela présuppose donc dans ce cas l'existence de contraintes internes pour un matériau au repos. De plus, contrairement au modèle de Bergström-Boyce, cette contrainte résiduelle n'est pas réversible après un temps de relaxation suffisamment

long.

- la déformation de la branche hyperélastique est identique à la déformation totale du matériau.

### Ajout d'un élément viscoplastique

L'élément viscoplastique est ajouté en série de l'assemblage des deux branches du modèle de Bergström-Boyce. Ce type de modèle rejoint le modèle de Burgers utilisé pour capturer les phénomènes de fluage sur le long terme. Cet assemblage implique que la contrainte vue par l'élément viscoplastique est égale à la somme des contraintes des deux branches du modèle de Bergström-Boyce.

Dans le cas de vitesse de déformation très lente, ce modèle est équivalent à un modèle élastoplastiques avec une décomposition  $\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \mathbf{F}_p$ . Lorsque la vitesse de déformation augmente, la contrainte dans la seconde branche du modèle BB augmente et la vitesse d'évolution de la plasticité résiduelle augmente. La déformation résiduelle après un chargement est d'autant plus importante que celui-ci a été rapide.

### Ajout d'un élément viscoplastique en série dans la branche hyperélastique

Cette approche suppose que la contrainte dans la phase amorphe peut être relâchée de manière permanente (modèle viscoplastique). Contrairement au cas précédent, l'évolution de la plasticité de la phase amorphe n'est pas dépendante de la résistance intermoléculaire.

## 3.3.4 Présentation des modèles dédiés aux thermoplastiques

**Modèle "Three-network" [17]** Ce modèle, écrit pour les UHMWPE (Ultra High Molecular Weight Polyethylene), est une extension du modèle de Bergström-Boyce pour les caoutchoucs. Il est composé de la mise en parallèle d'une branche hyperélastique et de deux branches viscoplastiques. La première représente la résistance entropique du réseau pour les grandes déformations et les deux dernières des mécanismes associés à la phase amorphe et à la phase cristalline.

**Modèle prenant en compte l'évolution de la structure microscopique [53]** Ce modèle considère le polymère comme un réseau moléculaire bridé par les forces cohésives intra-lamellaires (cristallites). Afin de représenter la destruction de ces structures sous contraintes, les auteurs proposent d'ajouter en parallèle du modèle de Bergström-Boyce, une branche viscoplastique endommageable. Les auteurs proposent de plus un couplage entre l'endommagement et la plasticité avec une loi du type :

$$D = \alpha(1 - \exp(-\beta p)) \quad (3.3)$$

avec  $D$  variable d'endommagement,  $p$  plasticité cumulée et  $(\alpha, \beta)$  deux paramètres.

**Modèle HVH [204, 83]** Le modèle HVH (pour Hyperelasto-Visco-Hystérétique) constitue une extension du modèle de Bergström-Boyce par l'ajout de plusieurs branches viscoplastiques en parallèle afin de représenter fidèlement le comportement hystérétique quasi-statique du matériau. Ce modèle a été initialement écrit pour des fluoro-élastomères puis repris pour des polymères PHA (PolyHydroxyAlcanoate).

**Modèle Anand-Ames-Srivastava [5, 4, 190] / Ayoub [10]** Anand *et al.* [5] et Ames *et al.* [4] proposent un modèle thermomécanique pour les polymères amorphes en dessous de leur température de transition vitreuse. Les matériaux traités dans l'article sont le PMMA (Polyméthacrylate de méthyle), le polycarbonate et un polymère cyclo-olefin. De manière similaire à ce qu'avait proposé Bergström et Boyce :

- une première branche hyperélastique (modèle de Gent [74]) représente la déformation des chaînes de polymères et le raidissement lié à leur limite d'extensibilité pour les grandes déformations.
- une seconde branche hyperélastoplastique avec un écrouissage cinématique et isotrope dont la cinétique est dirigée par une loi thermiquement activée de type Eyring [67]. Plus précisément, l'écrouissage isotrope se décompose en trois termes. Un premier modélise le désordre structurel induit par le chargement. Un second modélise la résistance à l'écoulement plastique résultant du désordonnement microstructurel. Le dernier terme vient modéliser le raidissement du polymère dû à l'entrelassement des chaînes de polymères sous tension.

Ce modèle donne d'excellents résultats pour une large plage de vitesse de sollicitation et une large plage de température dans le domaine vitreux.

Srivastava *et al.* [190] complète le modèle précédent en l'étendant à un domaine de températures contenant la zone de transition vitreuse. Pour ce faire, la branche hyperélastique est décomposée en deux branches viscoélastiques représentant respectivement le comportement du polymère dans l'état amorphe et dans l'état cristallin. La raideur de chacune des branches est pondérée à l'aide d'une fonction de type tangente hyperbolique fonction uniquement de la température. L'évolution des cinétiques des phénomènes de viscosité est traitée par la même méthode.

Les résultats obtenus par ce dernier modèle sont présentés sur la figure 3.4. Ceux-ci ont été obtenus sur un polycarbonate ayant une température de transition vitreuse de XXX °C.

La même année, Ayoub *et al.* [10] proposent un modèle pour les polymères semi-cristallins (appliqué à des polyéthylènes avec des taux de cristallinité différents) dans un formalisme semblable aux articles cités dans ce paragraphe. Toutefois, contrairement au modèle précédent, c'est la contribution visqueuse des différentes phases qui est mise en parallèle et non la contribution à la déformation des chaînes. Cette dernière est homogénéisée en fonction de la fraction volumique de cristallite en une phase représentée par un modèle hyperélastique. D'autre part, le phénomène d'endommagement est ajouté au modèle afin de modéliser le phénomène de rupture de la phase amorphe intercrystalline. La figure 3.5 présente une approche rhéologique des deux derniers modèles évoqués dans cette partie.

**Modèle de Zerbe *et al.* [216]** Zerbe *et al.* [216] proposent en 2017 un modèle pour le comportement en fluage du polyoxyméthylène, un polymère thermoplastique semi-cristallin (figure 3.6). Écrit dans un cadre hypoélastique, ce modèle se concentre sur le comportement en fluage et en recouvrement du matériau. Plusieurs différences par rapport aux modèles précédemment étudiés sont à noter :

- on considère un endommagement de la matière partiellement réversible dans le temps ;
- on retrouve bien un modèle rhéologique composé de branches en parallèle (2 viscoélastiques + 1 hyperélastique). Toutefois, la viscoplasticité est modélisée en série de ce premier assemblage et non comme partie intégrante d'une des branches comme dans les modèles

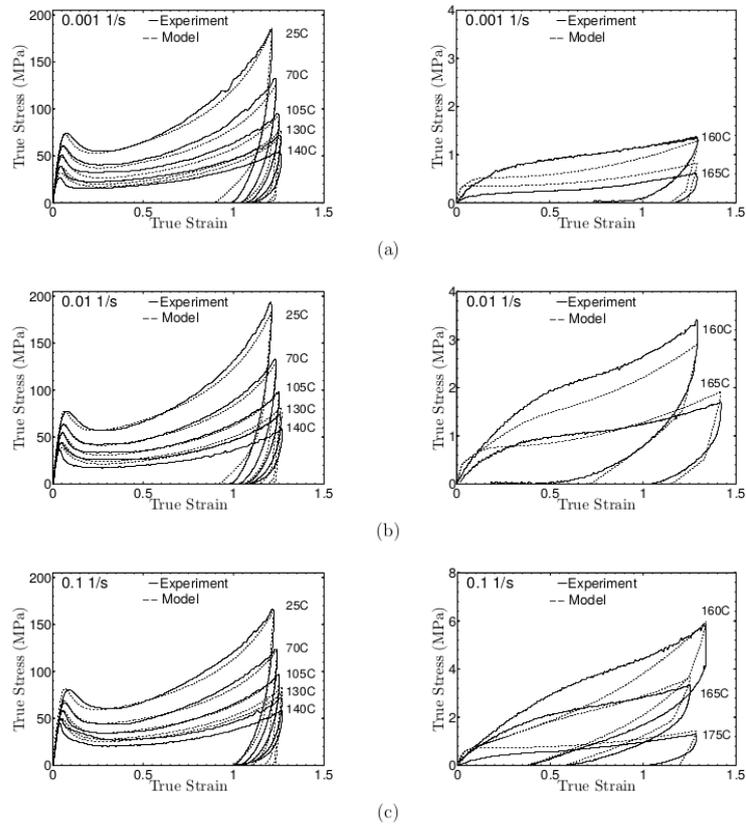


FIGURE 3.4 – Comparaison essais-modèle d’un polycarbonates pour des essais de traction à différentes températures et différentes vitesses de sollicitation [190]

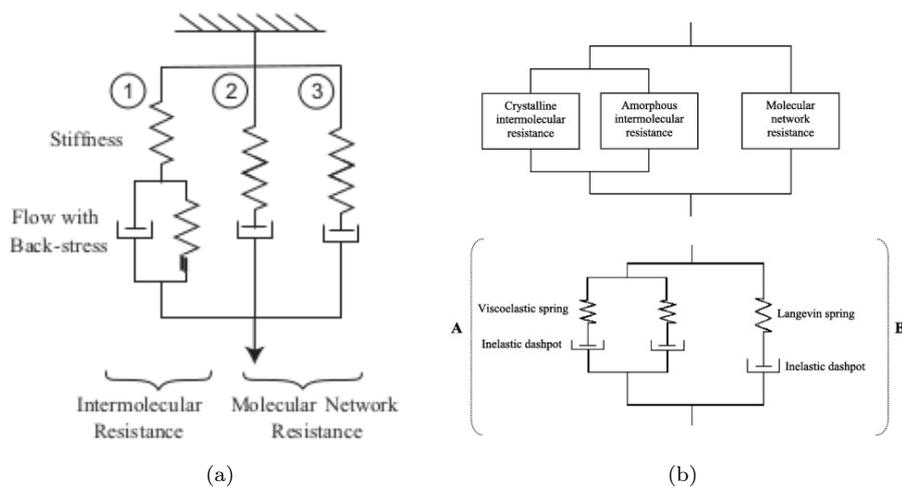
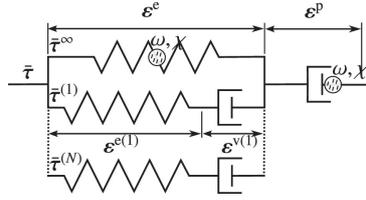


FIGURE 3.5 – Comparaison des modélisations rhéologiques proposées par (a) Srivastava [190] et (b) Ayoub [10]

FIGURE 3.6 – Modèle rhéologique proposée par Zerbe *et al.* [216]

	Segment rigide	Segment souple
TPU	Blocs isocyanate	Bloc éther, ester, ...
TPC	Blocs polyester	Blocs polyéther

TABLEAU 3.1 – Comparaison de composition entre les TPU et les TPC

précédents.

- l'écoulement plastique dépend explicitement de la pression hydrostatique en plus de la partie déviatorique des contraintes.

L'hypothèse d'endommagement partiellement réversible est aussi incluse dans le modèle proposé par Hui [92] sur des copolymère triblocs hydrogels. Plus précisément, les équations prennent en compte la rupture et la reconstruction des liaisons ioniques dans le matériau.

**Modèle Cho-Boyce *et al.*/Qi-Boyce [170, 38]** Ces derniers modèles ont été écrits pour les matériaux TPU (polyuréthanes). Tout comme les TPE-E qui font l'objet de notre étude, ils appartiennent à la famille des copolymères à blocs thermoplastiques élastomères et partagent un certain nombre de points communs :

- ils sont composés d'une suite aléatoire de segments rigides et de segments souples ;
- ils sont semi-cristallins avec des phases amorphes et cristallines, respectivement composées majoritairement segments souples et rigides ;
- ce sont des matériaux haut de gamme utilisés pour des applications spécifiques (chaussure de ski, tuyaux, butées de choc, ...) [176].

La principale différence entre les TPU et les TPC réside dans leur composition, décrite dans le tableau 3.1.

La représentation en terme d'éléments rhéologiques du modèle proposé dans ces articles est reportée sur la figure 3.7. D'un point de vue rhéologique, le modèle proposé ici est très proche de celui de Bergström-Boyce présenté au début de cette partie bibliographique. En pratique, les arguments qui motivent cette modélisation sont différents. On considère ici la réponse du matériau comme la superposition des réponses des deux phases le composant :

- La première branche hyperélastique devient, de plus, endommageable afin de prendre en compte l'adoucissement du matériau. Le comportement obtenu (ressemblant à celui de caoutchoucs non visqueux) modélise la contribution de la phase amorphe.
- La seconde branche est étendue pour capturer les effets viscoplastiques du matériau. Cela est modélisé à l'aide de modèle de viscosité de type Ree-Eyring modifié [67, 175], supposant ce phénomène comme thermiquement activé. La modélisation obtenue (ressemblant à celle proposée pour les thermodurcissables) capture le comportement de la phase rigide du matériau.

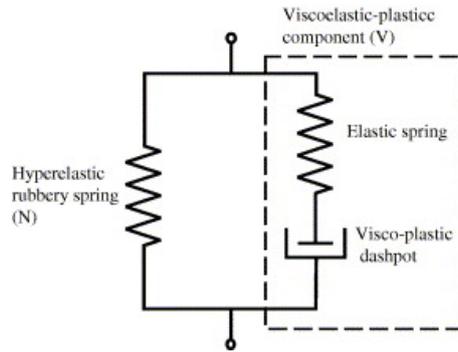


FIGURE 3.7 – Modèle rhéologie proposé par [38] et [170]

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 3.8.

### 3.3.5 Conclusion

Le premier modèle pour le comportement des polymères a été proposé par Bergström-Boyce [26] en 1998. Il possède une structure en deux branches : la première pour le comportement hyperélastique du réseau polymérique, la seconde pour les effets visqueux internes. Cette structure simple s'adapte à la description de polymères viscoélastiques comme les caoutchoucs. Il sert de base à la construction des modèles ultérieurs, développés avec différents formalismes et de complexité variables en fonction des hypothèses effectuées et des effets à capturer.

Aucun modèle n'a été développé spécifiquement pour les TPE-E, toutefois les travaux de Cho *et al.* [38] sur divers TPU sont ceux qui s'approchent le plus de notre matériau. Les résultats obtenus, bien que tout à fait satisfaisants, sont perfectibles. En effet, ce modèle peine à capturer fidèlement l'ensemble du comportement visqueux du matériau et ne pourra donc pas être utilisé dans un cadre thermo-mécanique couplé qui est l'objectif à long terme.

Etant donné la quantité de modèles déjà proposés et leur qualité, nous pensons qu'il est possible d'en faire une synthèse afin d'en proposer un nouveau adapté au matériau de notre étude.

Nous ne nous sommes concentrés ici que sur les modèles isotropes, toutefois certains auteurs ont étendus leurs travaux au cas anisotrope [219, 148, 172]. Ces modèles étant très complexes à mettre en oeuvre, nous supposons que nous resterons dans le cadre isotrope. Cette hypothèse a été testée expérimentalement et proposée dans la partie 2.4.2.

## 3.4 Approche proposée

Dans le but de construire un modèle adapté aux thermoplastiques élastomères, nous proposons de nous appuyer sur la représentation du comportement par des éléments rhéologiques. Cette approche nous permet de proposer des formes de modèles dont la réponse peut être facilement appréhendée. Nous proposons d'autre part de travailler dans un formalisme thermodynamique avec la définition de variables internes, comme proposé par Sidoroff [185]. La description de ce cadre de travail et de ses possibilités fera l'objet de la fin de ce chapitre.

Une fois le cadre de travail défini, nous construirons deux modèles de complexité croissante. Un premier modèle phénoménologique hyperélastique, plastique, endommageable sera proposé. Ce

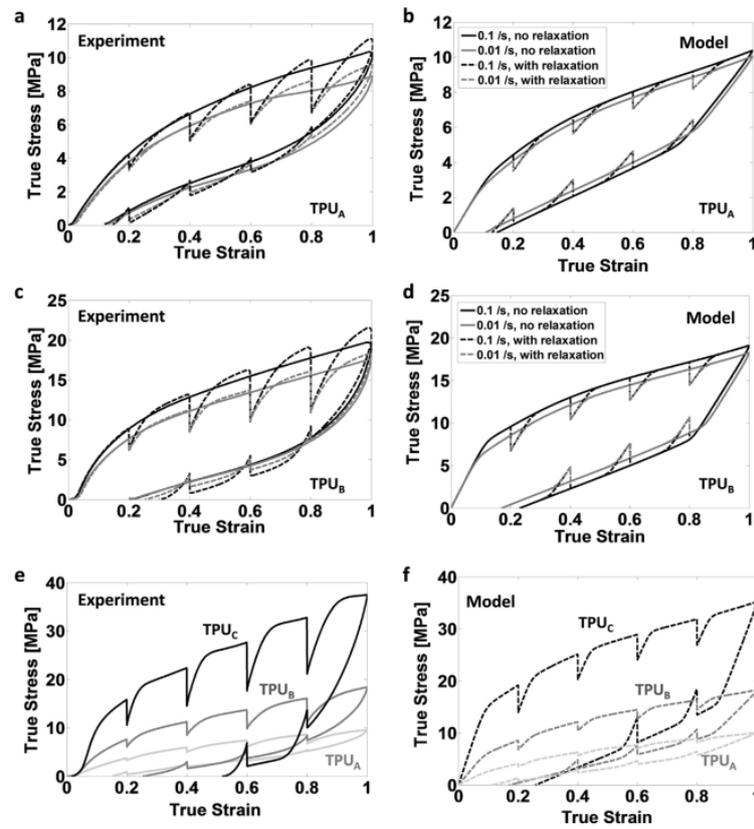


FIGURE 3.8 – Résultats du modèle de Cho *et al.* [38] sur des matériaux TPU avec différents taux de segments rigides (30% pour TPU<sub>A</sub>, 43% TPU<sub>B</sub>, 56 %TPU<sub>C</sub>)

modèle ne comportant aucun élément dont le comportement dépend du temps, il sera donc appelé modèle PSV (phénoménologique sans viscosité). Celui-ci a pour but de capturer de la manière la plus simple possible les comportements caractéristiques des TPE-E : hyperélasticité, plasticité et endommagement. D'un point de vue industriel, ce modèle sera adaptable à l'ensemble des matériaux thermoplastiques élastomères avec des paramètres facilement identifiables et un coût de calcul limité.

Toutefois, le chapitre 2 a mis en évidence la part importante des effets visqueux dans la réponse mécanique du matériau. Un second modèle, construit comme une extension du premier, sera proposé. Celui-ci sera visco-hyperélastique, viscoplastique et endommageable. Il sera nommé modèle PC ou phénoménologique complet. Celui-ci a pour objectif de générer des résultats proches de la réalité et pouvant ensuite être post-traités à l'aide d'un critère de fatigue.

Tous ces modèles étant construits selon le même formalisme mathématique, la description de ce dernier fera l'objet de la fin de ce chapitre.

## 3.5 Présentation du formalisme et des notions utilisées

### 3.5.1 Présentation du cadre thermodynamique

Cette partie a pour objectif la description du formalisme et la définition des variables utilisées dans cette partie. Nous chercherons à être le plus synthétique possible, une approche plus détaillée pouvant être trouvée dans [146, 145, 23, 123, 122] avec des notations similaires à celles utilisées ici.

On note  $\mathbf{F}$  le tenseur gradient de la déformation et on définit le jacobien  $J$  comme le déterminant de  $\mathbf{F}$  :

$$J = \det(\mathbf{F}) \quad (3.4)$$

On définit respectivement les tenseurs de Cauchy-Green droit et gauche à partir du tenseur déformation  $\mathbf{F}$  respectivement comme

$$\mathbf{C} = (\mathbf{F}^t) \cdot \mathbf{F} \text{ et } \mathbf{B} = \mathbf{F} \cdot \mathbf{F}^t \quad (3.5)$$

avec  $\mathbf{F}^t$  la transposée du tenseur  $\mathbf{F}$  et  $(\mathbf{A} \cdot \mathbf{B})_{ij} = \mathbf{A}_{ik} \mathbf{B}_{kj}$  le produit tensoriel.

Les invariants de la déformation sont calculés comme :

$$I_1 = \text{tr}(\mathbf{C}) = \text{tr}(\mathbf{B}) \quad (3.6)$$

$$I_2 = \frac{1}{2} (I_1^2 - \text{tr}(\mathbf{C} \cdot \mathbf{C})) = \frac{1}{2} (I_1^2 - \text{tr}(\mathbf{B} \cdot \mathbf{B})) \quad (3.7)$$

$$I_3 = \det(\mathbf{C}) = \det(\mathbf{B}) \quad (3.8)$$

Le tenseur des contraintes en description eulérienne ou tenseur de Cauchy est noté  $\boldsymbol{\sigma}$ . Les tenseurs de Piola Kirchhoff 1 et 2 sont notés respectivement  $\boldsymbol{\pi}$  et  $\mathbf{S}$ . On suppose ici l'absence de densité de couple,  $\boldsymbol{\sigma}$  et  $\mathbf{S}$  sont donc symétriques. Ces tenseurs sont reliés entre eux par les relations :

$$\boldsymbol{\sigma} = J^{-1} \mathbf{F} \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}^t \quad (3.9)$$

$$\boldsymbol{\pi} = J\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{F}^{-t} \quad (3.10)$$

On définit de plus l'énergie libre  $\Psi$  du système. Par des considérations d'objectivité, on montre dans le cas de l'hyperélasticité que  $\Psi$  est une fonction scalaire exprimée à partir du tenseur de Cauchy-Green droit ou gauche. Dans le cas des matériaux isotropes,  $\Psi$  peut s'écrire à partir des invariants de la déformation définis plus haut. Plus généralement, des variables internes  $\mathcal{A}_i$  peuvent apparaître dans le calcul de l'énergie libre [185, 186, 90, 23]. On peut donc écrire  $\Psi$  comme :

$$\Psi = \Psi(\mathbf{C}, \mathcal{A}_i) \quad (3.11)$$

avec  $\mathcal{A}_i$  pouvant être un scalaire, un vecteur ou un tenseur.

D'après le premier principe de la thermodynamique, la conservation de l'énergie du système  $e$  s'écrit en configuration lagrangienne :

$$\rho_0 \dot{e} = \delta w + \delta q = 2\mathbf{S} : \dot{\mathbf{C}} + \rho_0 r - \text{div}_X(\vec{q}) \quad (3.12)$$

avec “:” le produit doublement contracté entre deux tenseurs défini comme  $(\mathbf{A} : \mathbf{B})_{ij} = \mathbf{A}_{ij}\mathbf{B}_{ij}$ ,  $\delta w$  et  $\delta q$  des quantités infinitésimales de travail et de chaleur,  $r$  une production d'énergie et  $\vec{q}$  un flux d'énergie sortant. En définissant  $\eta$  l'entropie, il vient d'après le second principe de la thermodynamique :

$$\rho_0 \dot{\eta} \geq \frac{\delta q}{T} \iff \rho_0 T \dot{\eta} - \frac{1}{T} \vec{q} \cdot \vec{\text{grad}}_X(T) + \text{div}_X(\vec{q}) - \rho_0 r \geq 0 \quad (3.13)$$

avec  $T$  la température,  $\vec{\text{grad}}_X$  et  $\text{div}_X$  les opérateurs gradient et divergence dans la configuration lagrangienne. D'après la définition de l'énergie libre :

$$\Psi = e - \eta T \iff \dot{\Psi} = \dot{e} - \dot{\eta} T - \eta \dot{T} \quad (3.14)$$

Ainsi, en définissant  $\mathcal{D}$  la densité volumique de dissipation du système se calcule à l'aide de 3.12, 3.13 et 3.14 comme :

$$\begin{aligned} \mathcal{D} &= \rho_0 T \dot{\eta} - \frac{1}{T} \vec{q} \cdot \vec{\text{grad}}_X(T) + \text{div}_X(\vec{q}) - \rho_0 r \geq 0 \\ &= 2\mathbf{S} : \dot{\mathbf{C}} - \dot{\Psi}(\mathbf{C}, T, \mathcal{A}_i) - \rho_0 \eta \dot{T} - \frac{1}{T} \vec{q} \cdot \vec{\text{grad}}_X T \geq 0 \\ &= \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}}{2} - \left( \frac{\partial \Psi}{\partial \mathcal{A}_i} \bullet \dot{\mathcal{A}}_i \right) - \left( \rho_0 \eta + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \frac{1}{T} \vec{q} \cdot \vec{\text{grad}}_X T \geq 0 \end{aligned} \quad (3.15)$$

avec “ $\bullet$ ” le produit scalaire adapté à la dimension de  $\mathcal{A}_i$ .

On suppose que la dissipation  $\mathcal{D}$  résulte uniquement des déformations totales, des variables internes et de la condition thermique, il vient donc :

$$\rho_0 \eta = - \frac{\partial \Psi}{\partial T} \quad (3.16)$$

L'étude proposée ici ne prend pas en compte l'influence de la température. Dans ce cas, on impose la

positivité que la dissipation issue des phénomènes mécaniques dans l'équation 3.15. Cette condition est plus restrictive que l'originale et l'équation précédente devient :

$$\mathcal{D} = \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \dot{\mathbf{C}} - \left( \frac{\partial \Psi}{\partial \mathcal{A}_i} \bullet \dot{\mathcal{A}}_i \right) \geq 0 \quad (3.17)$$

On peut alors définir le potentiel de dissipation  $\varphi(\dot{\mathbf{C}}, \dot{\mathcal{A}}_i)$  tel que :

$$\mathcal{D} = \dot{\varphi} = \frac{\partial \varphi}{\partial \dot{\mathbf{C}}} : \dot{\mathbf{C}} + \frac{\partial \varphi}{\partial \dot{\mathcal{A}}_i} \bullet \dot{\mathcal{A}}_i \quad (3.18)$$

Ce potentiel doit être positif, convexe et nul à l'origine. Et par identification entre 3.17 et 3.18 il vient :

$$\begin{cases} \frac{\partial \varphi}{\partial \dot{\mathbf{C}}} = \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} = \mathbf{S}_v \\ \frac{\partial \varphi}{\partial \dot{\mathcal{A}}_i} = - \frac{\partial \Psi_i}{\partial \mathcal{A}_i} = -\mathcal{W}_i \end{cases} \quad (3.19)$$

En définissant le pseudo-potential de dissipation  $\varphi^*(\mathbf{S}_v, \mathcal{W}_i)$  comme le potentiel dual de  $\varphi$  par une transformée de Legendre-Fenchel, il vient que :

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{C}} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial \mathbf{S}_v} \\ \dot{\mathcal{A}}_i = - \frac{\partial \varphi^*}{\partial \mathcal{W}_i} \end{cases} \quad (3.20)$$

### 3.5.2 Hyperélasticité dans le cas de solides incompressibles

On ne considère ici que des phénomènes élastiques et réversibles, l'équation 3.17 se réduit donc à :

$$\forall \dot{\mathbf{C}} \quad \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \dot{\mathbf{C}} = 0 \iff \mathbf{S} = 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \quad (3.21)$$

Il a été vu dans la partie 2.4.3 que le matériau est incompressible à température ambiante. Dans ce cas,  $\dot{\mathbf{C}}$  n'est plus une variable arbitraire dans l'équation 3.21. On montre que [23] :

$$\text{Matériau incompressible} \iff \text{Pas de variation de volume} \quad (3.22)$$

$$\iff J = 1 \quad (3.23)$$

$$\iff \dot{J} = 0 \quad (3.24)$$

$$\iff \frac{1}{2} J \mathbf{C}^{-1} : \dot{\mathbf{C}} = 0 \quad (3.25)$$

D'après ce qui précède et dans le cas où  $\Psi$  est écrit en fonction des invariants de la déformation, l'équation 3.21 devient :

$$\mathbf{S} = 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} + p J \mathbf{C}^{-1} \quad (3.26)$$

avec  $p$  un terme homogène à une pression. Dans le cas purement incompressible, ce terme est évalué à partir d'une formulation mixte et des conditions aux limites.

On considérera dans toute la suite une décomposition volumétrique-déviatorique en définissant le

tenseur unimodulaire  $\bar{\mathbf{A}}$  comme

$$\bar{\mathbf{A}} = \det(\mathbf{A})^{1/3} \mathbf{A} \quad (3.27)$$

$\bar{\mathbf{A}}$  a pour propriété  $\det(\bar{\mathbf{A}}) = 1$ .

Les tenseurs de Cauchy-Green droits et gauche ainsi que les invariants de la déformation introduits dans les équations 3.5 à 3.8 peuvent donc être redéfinis à partir du tenseur  $\bar{\mathbf{F}}$ .

$$\bar{I}_1 = I_1(\bar{\mathbf{C}}) = \text{tr}(J^{-2/3}(\mathbf{F}^t) \cdot \mathbf{F}) = I_1(\bar{\mathbf{B}}) = J^{-2/3} I_1(\mathbf{C}) \quad (3.28)$$

$$\bar{I}_2 = I_2(\bar{\mathbf{C}}) = J^{-4/3} I_2(\mathbf{C}) \quad (3.29)$$

On peut montrer [23] que, lorsque l'énergie libre  $\Psi$  est écrit en fonction des grandeurs unimodulaires  $\bar{\mathbf{C}}$  ou  $\bar{\mathbf{B}}$  (on la notera alors  $\bar{\Psi}$ ), alors la pression  $p$  dans l'équation 3.26 est identifiable à la pression hydrostatique dans le matériau.

Dans ce cas, le tenseur  $\mathbf{S}$  se calcule comme :

$$\mathbf{S} = 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \mathbf{C}} + p J \mathbf{C}^{-1} \quad (3.30)$$

$$= 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}} \frac{\partial \bar{\mathbf{C}}}{\partial \mathbf{C}} + p J \mathbf{C}^{-1} \quad (3.31)$$

$$= J^{-2/3} \text{DEV}_{\mathbf{C}}(\bar{\mathbf{S}}) + p J \mathbf{C}^{-1} \quad (3.32)$$

avec  $\mathbf{1}$  le tenseur identité d'ordre 2,

$$\bar{\mathbf{S}} = 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}} = 2 \left( \left( \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_1} + I_1 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_2} \right) \mathbf{1} - \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_2} \bar{\mathbf{C}} \right) \quad (3.33)$$

et

$$\text{DEV}_{\mathbf{C}}(\mathbf{A}) = \left[ \mathbf{A} - \frac{1}{3} \text{tr}(\mathbf{A} \cdot \mathbf{C}) \cdot \mathbf{C}^{-1} \right] \quad (3.34)$$

le déviateur en configuration lagrangienne.

En configuration eulérienne, les équations 3.32, 3.33 et 3.34 deviennent respectivement :

$$\boldsymbol{\sigma} = J^{-5/3} \text{dev}(\bar{\boldsymbol{\sigma}}) + p \mathbf{1} \quad (3.35)$$

$$\bar{\boldsymbol{\sigma}} = 2 \left( \left( \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_1} + I_1 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_2} \right) \mathbf{B} - \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{I}_2} \mathbf{B} \cdot \mathbf{B} \right) \quad (3.36)$$

$$\text{dev}(\mathbf{A}) = \left[ \mathbf{A} - \frac{1}{3} \text{tr}(\mathbf{A}) \mathbf{1} \right] \quad (3.37)$$

### 3.5.3 Modèles hyperélastiques

Une synthèse comparative sur les différents potentiels hyperélastiques a été effectuée par Arrunda et Boyce [27] en 2000, Marckmann et Verron [135] en 2006 et Steinmann *et al.* [191] en 2012. On n'explique ici que les modèles qui seront utilisés dans ce manuscrit.

En considérant des arguments sur la physique des chaînes de polymères, Treloar [200, 201] propose une énergie libre dépendante uniquement du premier invariant de la déformation :

$$\bar{\Psi}_{NH} = \frac{\mu}{2}(\bar{I}_1 - 3) \quad (3.38)$$

Ce modèle est connu sous le nom de modèle Néo-Hookéen. Il est le plus simple proposé et s'applique pour des déformations faibles par rapport à l'extension maximale des chaînes de polymère [90, 179]. Ce modèle a par la suite été étendu afin de prendre en compte la limite d'extension d'une chaîne par Kuhn et Grün [114] puis d'un réseau de chaînes par Arruda *et al.* [8]. Ce dernier est connu sous le nom de modèle 8 chaînes et l'expression de la partie déviatorique du tenseur de Cauchy s'écrit :

$$\text{dev}(\boldsymbol{\sigma}) = \frac{\mu_n \sqrt{N}}{J} \mathcal{L}^{-1} \left( \frac{\lambda_c}{\sqrt{N}} \right) \text{dev}(\bar{\mathbf{B}}) \quad (3.39)$$

avec  $\mu_n = nk_b T$  le module élastique,  $n$  la densité de chaînes,  $k_b$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température,  $\lambda_c = \sqrt{\frac{I_1}{3}}$  l'étirement moyen,  $\mathcal{L}^{-1}$  l'inverse de la fonction de Langevin et  $\sqrt{N}$  la limite d'extensibilité des chaînes.

Le comportement de la phase amorphe est donc piloté par deux grandeurs physiques qui sont la densité de chaîne  $n$  et la longueur des chaînes  $\sqrt{N}$ . Afin de respecter la conservation de la masse, ces grandeurs sont reliées ensemble par la condition  $nN = C$  avec  $C$  une constante.

Dans le cas où  $\frac{\lambda_c}{\sqrt{N}} \ll 1$ , alors  $\mathcal{L}^{-1} \left( \frac{\lambda_c}{\sqrt{N}} \right) \approx \frac{3\lambda_c}{\sqrt{N}}$  et  $\text{dev}(\boldsymbol{\sigma}) = \frac{\mu_n}{J} \text{dev}(\bar{\mathbf{B}})$  : on retrouve le résultat du modèle Néo-Hookéen avec  $\mu = \mu_n$ . D'autre part, on rappelle que  $\lim_{x \rightarrow 1} \mathcal{L}^{-1}(x) = +\infty$  et donc on doit donc avoir  $|\frac{\lambda_c}{\sqrt{N}}| < 1$ .

Ce modèle présente le fort avantage d'être écrit avec des paramètres ayant un sens physique. Il sera utilisé dans ces travaux lorsque des mécanismes issus de la physique des polymères seront proposés.

Dans le cadre des modèles, nous préférons utiliser un modèle ne présentant pas de point de divergence, à savoir le modèle GDM proposé par Gornet *et al.* [79]. Celui-ci est basé sur le modèle de Hart-Smith [85] auquel est ajouté un terme dépendant du second invariant de la déformation :

$$\bar{\Psi}_{GDM} = \bar{\Psi}_{Hart-smith}(I_1) + \bar{\Psi}_{I_2}(I_2) = h_1 \int e^{h_3(\bar{I}_1-3)^2} dI_1 + 3h_2 \int \frac{1}{\sqrt{I_2}} dI_2 \quad (3.40)$$

Chagnon *et al.* [34] ont montré qu'il existe une équivalence entre les paramètres des modèles Néo-Hookéen, Hart-Smith [85], 8 chaînes [8] et Gent [74].

### 3.5.4 Milieu à plusieurs configurations

Dans le cas de milieu à deux configurations, Bilby, Kröner et Lee [21, 113, 121] proposent une décomposition multiplicative du gradient de la transformation  $\mathbf{F}$  (décomposition BKL) de la manière suivante :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p \quad (3.41)$$

Cette approche est fréquemment utilisée dans le cadre de transformations élastoplastiques. On considère ainsi un état intermédiaire de déformation du matériau (associé à  $\mathbf{F}_p$ ) pouvant être

associé à l'élongation résiduelle de ce dernier.

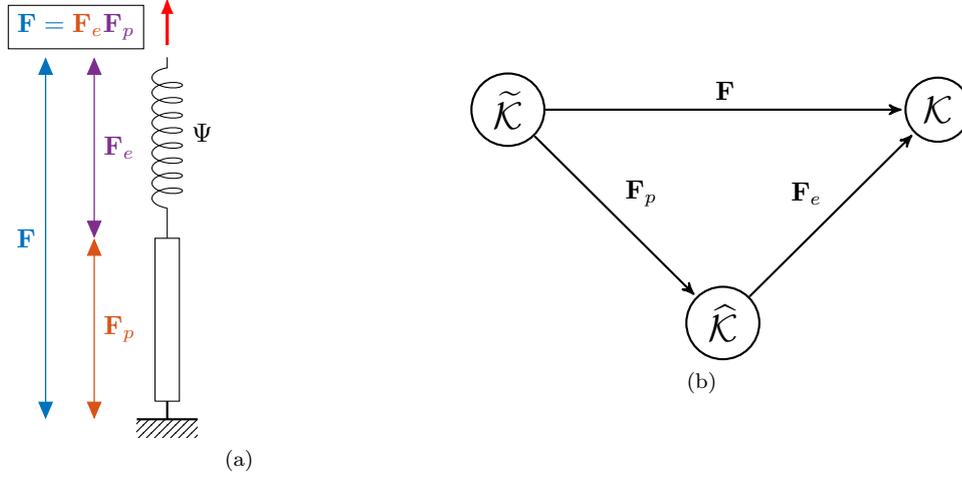


FIGURE 3.9 – Décomposition du tenseur déformation : modèle rhéologique (a) et espaces (b)

Dans cette partie, on supposera l'évolution de  $\mathbf{F}_p$  au cours du temps connue. On suppose de plus que le système possède un comportement hyperélastique fonction uniquement de  $\mathbf{F}_e$ . On a supposé précédemment que  $\Psi$  pouvait s'écrire uniquement en fonction des invariants des tenseurs de Cauchy-Green droit ou gauche, dans ce cas on montre que :

$$I_1^e = \text{tr}(\mathbf{b}_e) = \text{tr}(\mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_e^t) = \text{tr}(\mathbf{C} \cdot \mathbf{C}_p^{-1}) \quad (3.42)$$

$$I_2^e = \frac{1}{2}(I_1^2 - \text{tr}(\mathbf{C} \cdot \mathbf{C}_p^{-1} \cdot \mathbf{C} \cdot \mathbf{C}_p^{-1})) \quad (3.43)$$

et il vient :

$$\bar{\Psi} = \bar{\Psi}(\bar{\mathbf{b}}_e) = \bar{\Psi}(\bar{\mathbf{C}}, \bar{\mathbf{C}}_p^{-1}) \quad (3.44)$$

Et l'équation 3.17 devient :

$$\mathcal{D} = \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}}{2} - \left( 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}_p} : \frac{\dot{\mathbf{C}}_p}{2} \right) \geq 0 \quad (3.45)$$

On peut donc généraliser l'équation 3.33 au travers du calcul des contraintes dans plusieurs configurations comme :

$$\bar{\mathbf{S}} = 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}} = 2 \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \cdot \left( \left( \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_1} + I_1 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_2} \right) \mathbf{1} - \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_2} \bar{\mathbf{C}} \cdot \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \right) \quad (3.46)$$

$$\bar{\mathbf{S}}_p = 2 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial \bar{\mathbf{C}}_p} = 2 \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \cdot \bar{\mathbf{C}} \cdot \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \cdot \left( \left( \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_1} + I_1 \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_2} \right) \mathbf{1} - \frac{\partial \bar{\Psi}}{\partial I_2} \bar{\mathbf{C}} \cdot \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \cdot \bar{\mathbf{C}} \cdot \bar{\mathbf{C}}_p^{-1} \right)$$

Ces deux équations ayant des formes similaires, on peut remarquer que :

$$\bar{\mathbf{C}} \cdot \bar{\mathbf{S}} = \bar{\mathbf{C}}_p \cdot \bar{\mathbf{S}}_p \quad (3.47)$$

$$\bar{\mathbf{S}} \cdot \bar{\mathbf{C}} = \bar{\mathbf{S}}_p \cdot \bar{\mathbf{C}}_p \quad (3.48)$$

$$\bar{\boldsymbol{\sigma}} = \bar{\mathbf{F}}_p \cdot \bar{\mathbf{S}}_p \cdot \bar{\mathbf{F}}_p^t = \bar{\mathbf{F}} \cdot \bar{\mathbf{S}} \cdot \bar{\mathbf{F}}^t \quad (3.49)$$

Ces relations peuvent être démontrées à partir de l'assemblage en série de deux éléments rhéologiques. Ainsi, d'après la troisième loi de Newton (principe d'action-réaction), l'effort est le même de part et d'autre du ressort présenté sur la figure 3.9. Des opérations de passage entre les différentes configuration permettent alors de retrouver ce résultat par les équations 3.49. Les calculs sont présentés en détail dans l'annexe C.

On montre de même que :

$$\mathbf{S}^D \cdot \mathbf{C} = \text{dev}(\bar{\mathbf{S}} \cdot \mathbf{C}) = \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p = \text{dev}(\bar{\mathbf{S}}_p \cdot \mathbf{C}_p) \quad (3.50)$$

$$\mathbf{C} \cdot \mathbf{S}^D = \text{dev}(\mathbf{C} \cdot \bar{\mathbf{S}}) = \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D = \text{dev}(\mathbf{C}_p \cdot \bar{\mathbf{S}}_p) \quad (3.51)$$

$$\text{dev}(\boldsymbol{\sigma}) = \mathbf{F} \cdot \mathbf{S}^D \cdot \mathbf{F}^t = \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{F}_p^t \quad (3.52)$$

en notant  $\mathbf{S}^D = \text{DEV}_C(\bar{\mathbf{S}})$  et  $\mathbf{S}_p^D = \text{DEV}_{C_p}(\bar{\mathbf{S}}_p)$ .

### 3.6 Conclusion

Premièrement, ce chapitre a fait l'objet d'une synthèse bibliographique sur les modèles de comportement des polymères. Dans le cas des élastomères, la majorité des auteurs s'accorde sur un modèle à deux branches rhéologiques ou modèle de Zener. Toutefois, la modification de ce modèle pour la prise en compte de la plasticité peut prendre diverses formes et aucune ne fait consensus à ce jour. Ainsi, bien qu'il n'en existe pas de spécifiquement adaptés aux thermoplastiques élastomères copolyester-ether, quelques modèles sont proposés pour des matériaux au comportement proche comme les TPU. Toutefois, ces modèles ne permettent pas de reproduire de manière fidèle les effets visqueux des TPE-E. Cela implique une erreur dans le calcul des dissipations issues des phénomènes mécaniques et donc des résultats peu fidèles dans le cadre d'une étude thermomécanique couplée. D'autre part, l'absence de phénomènes visqueux à long temps caractéristique peut masquer des effets ayant une importance primordiale lors d'essais de longue durée tels que ceux de fatigue à grand nombre de cycle.

Nous proposons donc dans ces travaux de construire un modèle adapté aux TPE-E. Pour ce faire, nous supposons que le matériau est et reste isotrope et incompressible dans la zone de travail (de 0 à 30 % de déformation). Nous proposons une démarche incrémentale en construisant des modèles de complexité croissante s'inscrivant tous dans le cadre décrit dans cette partie et dont les deux modèles décrits dans le chapitre 4 constituent les premières étapes.



# Chapitre 4

## Proposition de modèles de comportement adaptés aux TPE-E

**Résumé :** Dans ce chapitre, deux modèles phénoménologiques de comportement sont proposés. Le premier est hyperélastique-plastique endommageable sans viscosité. Il permet de retrouver les grandes caractéristiques du comportement du matériau avec peu de paramètres pouvant être identifiés rapidement. Un second modèle est construit comme une extension du premier avec la prise en compte de phénomènes visqueux et de la plasticité cinématique. Une implémentation du premier modèle dans un logiciel éléments finis est effectuée et validée dans le cas du chargement d'une structure en torsion.

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Modèle phénoménologique sans viscosité</b>	<b>102</b>
4.1.1	Introduction	102
4.1.2	Modélisation de la plasticité à écrouissage isotrope	102
4.1.3	Modélisation de l'endommagement isotrope	104
4.1.4	Résumé des équations et schéma d'intégration	105
4.1.5	Identification	106
4.1.6	Résultats	108
4.1.7	Conclusion	109
<b>4.2</b>	<b>Modèle phénoménologique complet</b>	<b>110</b>
4.2.1	Introduction	110
4.2.2	Modélisation de la viscosité	111
4.2.3	Modélisation de l'écrouissage cinématique	113
4.2.4	Théorie endochronique	115
4.2.5	Schéma d'intégration temporelle	116
4.2.6	Résumé des équations du modèle	117
4.2.7	Identification	117
4.2.8	Résultats	118
4.2.9	Modification du modèle, résumé des équations et des paramètres	120
4.2.10	Identification	121

4.2.11 Résultats . . . . .	122
4.2.12 Conclusion . . . . .	125
<b>4.3 Résultats obtenus après implémentation dans un logiciel éléments finis . . . . .</b>	<b>126</b>
4.3.1 Validation dans le cas d'un seul élément . . . . .	126
4.3.2 Comparaison avec les résultats en torsion . . . . .	126
<b>4.4 Conclusion . . . . .</b>	<b>128</b>

---

## 4.1 Modèle phénoménologique sans viscosité

### 4.1.1 Introduction

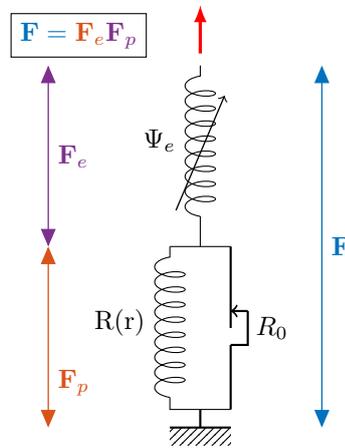


FIGURE 4.1 – Représentation rhéologique du premier modèle proposé

Pour ce premier modèle, nous avons cherché à modéliser les principaux traits de comportement du matériau : l'hyperélasticité, l'endommagement et la plasticité. Le modèle rhéologique le plus simple contenant ces trois propriétés est présenté sur la figure 4.1.

On postule que le comportement global du matériau peut être décomposé en deux configurations. Cette étape est effectuée par une décomposition multiplicative du gradient de la déformation  $\mathbf{F}$ , il vient :  $\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p$ .

Plus précisément, la configuration  $\mathbf{F}_p$  permet de modéliser les déformations résiduelles du matériau comme de la plasticité isotrope dont le formalisme sera décrit dans la partie 4.1.2. La seconde  $\mathbf{F}_e$  est utilisée pour capturer l'hyperélasticité et l'endommagement du matériau. La description de la modélisation de l'endommagement sera faite dans la partie 4.1.3.

Les équations obtenues seront résumées dans la partie 4.1.4, un schéma d'intégration sera de plus proposé. Pour finir, une identification du modèle sur des données expérimentales sera effectuée et les résultats seront présentés à la fin de cette section.

### 4.1.2 Modélisation de la plasticité à écrouissage isotrope

Cette partie a pour objectif d'étendre les développements de la partie précédente pour prendre en compte la cinétique d'évolution de la variable interne  $\mathbf{F}_p$ . On s'intéressera au cas de la plasticité

avec un écrouissage isotrope piloté par une variable interne scalaire  $r$ . Dans ce cadre, les équations 3.17 et 3.20 deviennent :

$$\mathcal{D} = \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}}{2} - \left( 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}_p} : \frac{\dot{\mathbf{C}}_p}{2} \right) - \frac{\partial \Psi}{\partial r} \dot{r} \geq 0 \quad (4.1)$$

et

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{C}} &= 2 \frac{\partial \varphi^*}{\partial \mathbf{S}_v} \\ \dot{\mathbf{C}}_p &= -2 \frac{\partial \varphi^*}{\partial \mathbf{S}_p} \\ \dot{r} &= -\frac{\partial \varphi^*}{\partial R} \end{cases} \quad (4.2)$$

en notant  $\mathbf{S}_v = \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}}$ ,  $\mathbf{S}_p = 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}_p}$  et  $R = \frac{\partial \Psi}{\partial r}$ .

En travaillant dans la cadre des matériaux standards généralisés dans le cas quasi-statique, la loi d'évolution se calcule à partir du principe du maximum de dissipation plastique et à l'aide d'une fonction seuil de plasticité  $\Phi$ . Les calculs sont présentés en détail dans [123] en petites déformations et [188, 187, 186, 23] en grandes déformations.

De manière classique, Simo [188, 187, 186] propose une fonction seuil de plasticité de la forme :

$$\Phi = \|\text{dev}(J\boldsymbol{\sigma})\| - R \leq 0 \quad (4.3)$$

avec  $\|\mathbf{A}\| = \sqrt{\text{tr}(\mathbf{A} \cdot \mathbf{A}^t)}$ . En injectant 3.52 dans 4.3, il vient :

$$\Phi = \sqrt{\text{tr}(\mathbf{C} \cdot \mathbf{S}^D \cdot \mathbf{C} \cdot \mathbf{S}^D)} - R = \sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)} - R \quad (4.4)$$

Et dans ce cadre de travail, les équations 4.2 deviennent :

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{C}} &= \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{S}_v} \\ \dot{\mathbf{C}}_p &= -\dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{S}_p} \\ \dot{r} &= -\dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial R} \end{cases} \quad (4.5)$$

avec  $\dot{\lambda}$  un scalaire déterminé par les conditions de Karush-Kuhn-Tucker (KKT) :

$$\dot{\lambda} \Phi = 0, \Phi \leq 0 \text{ et } \dot{\lambda} \geq 0 \quad (4.6)$$

Dans le cas plus général, on peut choisir de définir des fonctions seuils qui dépendent de la pression hydrostatique, comme proposé par Zerbe *et al.* [216]. Dans ce cas, la fonction critère de plasticité  $\Phi$  peut s'écrire sous la forme :

$$\Phi = \sqrt{(1 - \alpha) \|\text{dev}(J\boldsymbol{\sigma})\|^2 + \alpha \langle \bar{I}_1 \rangle} - R \leq 0 \quad (4.7)$$

avec  $\alpha \in [0, 1]$  un paramètre et  $\langle x \rangle = (|x| + x)/2$ .

Lorsque ce n'est pas le cas, on considère les mécanismes de plasticité comme incompressibles. La formulation des lois proposées ici permet en effet d'assurer la conservation de l'incompressibilité au cours du temps. La démonstration est faite en annexe D.

### 4.1.3 Modélisation de l'endommagement isotrope

L'endommagement d'un matériau désigne sa perte de raideur (phénomène aussi connu sous le nom d'adoucissement) au cours du temps. Kachanov [101] ainsi que Lemaitre et Chaboche [123] proposent un formalisme pour modéliser ce phénomène en définissant une nouvelle fonction énergie libre de la forme :

$$\widehat{\Psi} = (1 - d)\Psi \quad (4.8)$$

avec  $d$  un paramètre pilotant l'endommagement.

Dans le cas unidimensionnel de l'élasticité en petites perturbations, il vient :

$$\widehat{\Psi} = (1 - d)\Psi = (1 - d)\varepsilon E \varepsilon \quad (4.9)$$

$$\sigma = (1 - d)E \varepsilon = (1 - d)\sigma_0 \quad (4.10)$$

$$(4.11)$$

Plusieurs auteurs [149, 102, 111] ont par la suite proposé d'étendre ce formalisme aux grandes déformations en utilisant le modèle Néo-Hookéen défini par l'énergie libre :  $\bar{\Psi} = \frac{1}{2}\mu(\bar{I}_1 - 3)$ . Ainsi dans ce cas, la prise en compte de l'endommagement s'écrit :

$$\widetilde{\Psi} = (1 - d)\frac{\mu}{2}(\bar{I}_1 - 3) \quad (4.12)$$

En utilisant la formulation thermodynamique développée jusqu'à présent, on montre que la variable duale de  $d$  est  $\bar{\Psi} = \frac{1}{2}\mu(\bar{I}_1 - 3)$ . Toutefois, dans le cas des caoutchoucs en grandes déformations, Chagnon *et al.* [35] ont montré qu'il était possible de considérer le maximum du premier invariant  $I_1^{\max}$  comme variable de pilotage. Une loi d'évolution exponentielle est de plus proposée. Avec ces considérations, il vient :

$$\widetilde{\Psi} = \frac{\tilde{\mu}}{2}(\bar{I}_1 - 3) \quad (4.13)$$

$$\tilde{\mu} = (1 - d_\mu)\mu \quad (4.14)$$

$$d_\mu = d_\mu^\infty \left( 1 - \exp\left(-\frac{I_1^{\max}}{\eta_\mu}\right) \right) \quad (4.15)$$

$$I_1^{\max} = \max_{\tau \leq t} (I_1(\tau)) \quad (4.16)$$

Le formalisme précédent atteint ses limites dans le cas où le matériau est décrit par plusieurs grandeurs physiques dont les endommagements sont couplés. Afin d'illustrer ce point, on s'intéresse au modèle physique "8 chaînes" pour lequel la partie déviatorique de la contrainte de Cauchy s'écrit :

$$\sigma^d = \frac{\mu_n \sqrt{N}}{J} \frac{1}{3\lambda_c} \mathcal{L}^{-1} \left( \frac{\lambda_c}{\sqrt{N}} \right) dev(\bar{\mathbf{B}}) \quad (4.17)$$

avec  $\mu_n = nk_b T$  le module élastique,  $n$  la densité de chaîne de polymère,  $k_b$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température,  $\lambda_c = \sqrt{\frac{I_1}{3}}$  l'étirement moyen,  $\bar{\mathbf{B}} = \bar{\mathbf{F}}\bar{\mathbf{F}}^t$  le tenseur de Cauchy-Green gauche,  $\mathcal{L}^{-1}$  l'inverse de la fonction de Langevin et  $\sqrt{N}$  la limite d'extensibilité des chaînes de polymères.

Dans le cas où  $\frac{\lambda_c}{\sqrt{N}} \ll 1$ , alors  $\mathcal{L}^{-1}\left(\frac{\lambda_c}{\sqrt{N}}\right) \approx \frac{3\lambda_c}{\sqrt{N}}$  et  $\boldsymbol{\sigma}^d = \frac{\mu_n}{J} \text{dev}(\bar{\mathbf{B}})$  : on retrouve le résultat du modèle Néo-Hookéen. Dans ce cas, l'endommagement s'interprète comme une diminution de la densité moyenne de chaîne au cours de l'essai.

Toutefois, la conservation de la masse impose que :

$$n_{t=0}N_{t=0} = n(t)N(t) = \text{constante} \quad (4.18)$$

Ce qui peut aussi s'écrire comme :

$$\mu_{t=0}N_{t=0} = \mu(t)N(t) = \text{constante} \quad (4.19)$$

Ainsi, l'adoucissement du matériau entraîne une augmentation de la limite d'extensibilité des chaînes d'après l'équation 4.18 ou 4.19. Ainsi [169, 38] choisissent  $\lambda_c = \sqrt{\frac{I_1}{3}}$  comme variable de pilotant l'endommagement avec une loi d'évolution saturante définie comme :

$$\dot{\lambda}_{lock} = c_N \left(1 - \frac{\lambda_{0,lock}}{\lambda_{ss,lock}}\right) \frac{\lambda_{ss,lock}^2 - \lambda_{ss,lock}}{(\lambda_{ss,lock} - \lambda_c)^2} \dot{\lambda}_c \quad (4.20)$$

avec  $\lambda_{lock}(t) = \sqrt{N(t)}$ ,  $c_N$  un paramètre pour contrôler la vitesse d'adoucissement,  $\lambda_{0,lock}$  et  $\lambda_{ss,lock}$  les limites d'extensibilité de chaîne initialement et à saturation.

Afin de prendre en compte la conservation de la masse avec un formalisme plus proche celui proposé par Lemaitre et Chaboche, Gornet *et al.* [79] réécrivent le modèle GDM (équation 3.40). Les équations obtenues seront présentées dans la partie suivante.

#### 4.1.4 Résumé des équations et schéma d'intégration

On propose un premier modèle quasi-statique, hyperélastique endommageable et plastique avec écrouissage isotrope, le modèle rhéologique est présenté sur la figure 4.1

Comportement	loi	Modèle	Paramètre
Loi de composition	Série	$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p$	
Hyperélasticité	Modèle Hart-Smith	$\bar{\Psi}_{HS} = \tilde{h}_1 \int e^{\tilde{h}_3(\bar{I}_1-3)^2} d\bar{I}_1$	
Endommagement	Piloté par $I_1^{\max}$	$I_1^{\max} = \max_{\tau \leq t} (\bar{I}_1^e(\tau))$	
		$\tilde{h}_1 = (1 - d_1)h_0$	$h_0$
		$d_1 = d_1^\infty \left(1 - \exp\left(-\frac{I_1^{\max}}{\eta_1}\right)\right)$	$d_1^\infty, \eta_1$
		$\tilde{h}_3 = \frac{b}{(3(a/\tilde{h}_1-1)^2)}$	$a, b$
Plasticité	Fonction seuil	$\Phi = \sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)} - \sqrt{\frac{2}{3}}R(r) \leq 0$	$R(r)$
	Loi d'évolution	$\dot{\mathbf{C}}_p = -\dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{S}_p}$ et $\dot{r} = \sqrt{\frac{2}{3}}\dot{\lambda}$	
	Conditions KKT	$\dot{\lambda}\Phi = 0, \Phi \leq 0, \dot{\lambda} \geq 0$	

TABLEAU 4.1 – Résumé des équations du modèle 1

Les équations du premier modèle sont résumées dans le tableau 4.1. Celles-ci seront résolues avec un algorithme de retour radial [186] explicité sur la figure 4.2. On a vu dans la partie 4.1.2 que cette formulation permettait théoriquement de garantir la conservation de l'incompressibilité lors de l'écoulement. En pratique des erreurs liées à la tolérance de la convergence et à la précision

<p>Donnée : <math>(\mathbf{F})_{n+1}</math>  Prédiction élastique :  <math>(\bar{\mathbf{C}})_{n+1} = (\bar{\mathbf{F}}^t)_{n+1}(\bar{\mathbf{F}})_{n+1}</math>  <math>(\bar{I}_1^e)_{n+1} = (\bar{\mathbf{C}})_{n+1}(\bar{\mathbf{C}}_p^{-1})_n</math>  <math>I_1^{\max} = \max((I_1^{\max})_n, (\bar{I}_1^e)_{n+1})</math>  Calcul des <math>d_{i=1,2,3}</math>  Calcul de <math>(S_p)_{n+1}</math>  Calcul de <math>\Phi_{n+1}</math>  Correction plastique :  <b>Si</b> <math>\Phi_{n+1} &gt; 0</math> :  Calcul de <math>\mathbf{M} = 4 \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \mathbf{C}_p \partial \mathbf{C}}</math>  Calcul de <math>\dot{\lambda} = -\Phi \left/ \left( \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{C}_p} \mathbf{M}^{-1} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{C}} + \frac{\partial \Phi}{\partial r} \frac{\partial R}{\partial r} \frac{\partial \Phi}{\partial r} \right) \right.</math>  Calcul de <math>\dot{\mathbf{C}}_p = -\dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{S}_p}</math>  <math>(\mathbf{C}_p)_{n+1} = (\mathbf{C}_p)_n + \dot{\mathbf{C}}_p</math>  Mise à jour de <math>(\bar{I}_1^e)_{n+1}, I_1^{\max}, d_{i=1,2,3}, (S_p)_{n+1}, \Phi_{n+1}</math>  <b>Si algorithme implicite :</b>  Itération de correction plastique tant que <math> \Phi  &lt; \text{tolérance}</math></p>
---

FIGURE 4.2 – Algorithme de résolution pour le modèle 1

de l'ordinateur conduit à une évolution de  $\det(\mathbf{C}_p)$  au cours de la simulation. On peut choisir, pour y remédier, d'ajouter à l'algorithme la ligne :

$$(\mathbf{C}_p)_{n+1} = \det((\mathbf{C}_p)_{n+1})^{2/3} (\mathbf{C}_p)_{n+1} \quad (4.21)$$

Cela permet d'assurer que  $\det((\mathbf{C}_p)_{n+1}) = 1$ . D'autres méthodes numériques pour la conservation de l'incompressibilité plastique seront présentes plus en détail dans la partie 4.2.5.

Pour finir, on a introduit dans l'algorithme présenté sur la figure 4.2 la dérivée seconde de l'énergie libre  $\mathbf{M}$  définie comme :

$$\mathbf{M} = 4 \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \mathbf{C}_p^2} = 2 \frac{\partial \mathbf{S}_p}{\partial \mathbf{C}_p} \quad (4.22)$$

Cette grandeur est un tenseur d'ordre 4 et peut être calculée à l'aide des règles de l'algèbre des tenseurs d'ordre 4 décrites par [95, 94]. Des exemples peuvent être trouvés dans [90] et [23].

### 4.1.5 Identification

Le modèle proposé ici peut être entièrement déterminé à l'aide de 5 paramètres  $(h_0, d_1^\infty, \eta_1, a, b)$  et une fonction d'évolution  $R(r)$  d'après le tableau 4.1. On propose une stratégie d'identification en deux étapes :

#### Identification de la fonction d'évolution $R(r)$

D'après les conditions KKT définies dans l'équation 4.6, lorsque le matériau plastifie alors :

$$\Phi = \sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)} - \sqrt{\frac{2}{3}} R(r) = \sqrt{\text{tr}(J \text{dev}(\boldsymbol{\sigma}) J \text{dev}(\boldsymbol{\sigma}))} - \sqrt{\frac{2}{3}} R(r) = 0 \quad (4.23)$$

Or dans le cas de la traction uniaxiale d'un matériau incompressible, on montre que :

$$\sqrt{\text{tr}(J\text{dev}(\boldsymbol{\sigma})J\text{dev}(\boldsymbol{\sigma}))} = \sqrt{\frac{2}{3}}\boldsymbol{\sigma}_{11} \quad (4.24)$$

et donc lorsque le matériau plastifie alors :

$$\boldsymbol{\sigma}_{11} = R(r) \quad (4.25)$$

D'autre part, on montre que :

$$\dot{\mathbf{C}}_p = -\dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \mathbf{S}_p} = -\dot{\lambda} \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \iff \|\mathbf{C}_p^{-1} \cdot \dot{\mathbf{C}}_p\| = \|\dot{\lambda}\| = \dot{\lambda} \quad (4.26)$$

Et il est possible de montrer que :

$$\|\mathbf{C}_p^{-1} \cdot \dot{\mathbf{C}}_p\| = \sqrt{\frac{3}{2}} \left| \frac{\dot{\mathbf{C}}_p^{11}}{\mathbf{C}_p^{11}} \right| \quad (4.27)$$

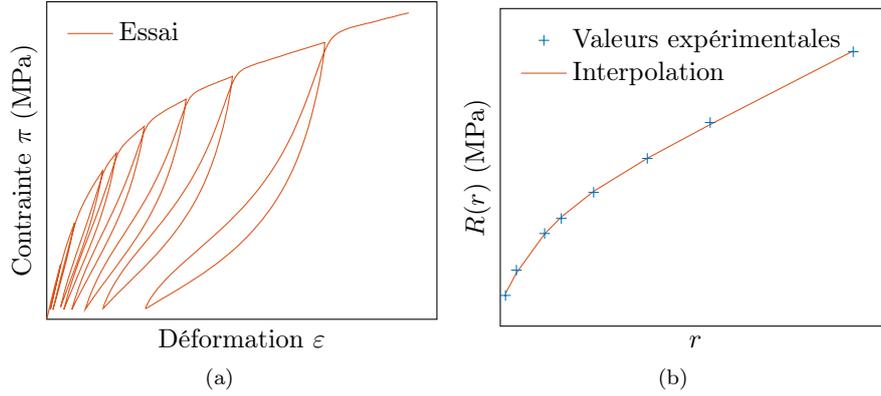


FIGURE 4.3 – (a) Données expérimentales utilisées pour l'identification et (b) interpolation de la fonction d'érouissage

Et dans le cas où les déformations plastiques sont monotones (croissantes en traction), on a :

$$\dot{\lambda} = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\dot{\mathbf{C}}_p^{11}}{\mathbf{C}_p^{11}} = \sqrt{\frac{3}{2}} \dot{r} \iff r = \ln(\mathbf{C}_p^{11}) = 2 \ln(\mathbf{F}_p^{11}) \quad (4.28)$$

La fonction  $R(r)$  peut donc être directement interpolée à partir des données récupérées sur une courbe d'essai cyclé en traction. La forme d'évolution proposée est représentée sur la figure 4.3b et son équation est de la forme :

$$R(r) = R_0 + Ar + B(1 - \exp(-Cr)) \quad (4.29)$$

Le choix de cette forme est motivé par l'analyse de l'évolution de la structure microscopique des TPE-E sous contrainte présentée dans la partie 1.2.4. Elle permet en effet de mettre en évidence

trois domaines d'évolution. Le premier correspond à la zone élastique où la contrainte est plus faible que  $R_0$ . Le second correspond à la zone de fort réarrangement des structures cristallines correspondant au terme linéaire de cette fonction. La troisième correspond à la zone de transition modélisée par une exponentielle décroissante, diminuant ainsi le poids de ce terme avec l'augmentation de la plasticité cumulée.

### Identification des paramètres du modèle

Les cinq paramètres du modèle sont identifiés à l'aide d'un algorithme de descente de gradient. La fonction erreur est calculée comme la norme de l'écart entre les contraintes expérimentales et les contraintes obtenues par le calcul soit :

$$\epsilon_{\text{essai}} = \sqrt{\sum_{\mathcal{E}_n} \left[ \left( \frac{y_i - s_i}{N_i} \right)^2 \right]} \quad (4.30)$$

avec  $y_i$  et  $s_i$  les valeurs de contraintes  $\pi$  obtenues par mesure pendant l'essai et par calcul respectivement.

Plus précisément, l'évolution de la contrainte et des variables internes au cours du temps est calculée au point de Gauss à l'aide des équations décrites dans le tableau 4.1 et de l'algorithme de résolution présenté sur la figure 4.2. Le tout est implémenté dans Matlab. L'hypothèse d'incompressibilité du matériau implique que le tenseur gradient de la déformation est de la forme :

$$\mathbf{F}(t) = \begin{bmatrix} \lambda(t) & 0 & 0 \\ 0 & \lambda(t)^{-1/2} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda(t)^{-1/2} \end{bmatrix} \quad (4.31)$$

avec  $\lambda(t) = 1 + \varepsilon(t)$ . Le tenseur  $\mathbf{F}$  est donc calculé à partir des couples  $(t_i, \varepsilon_i)$  provenant de l'essai présenté sur la figure 4.3a. Le pas de temps entre deux incréments successifs est de 0.1 s.

Pour différents jeux de paramètres initiaux testés, l'algorithme d'optimisation converge vers le même minimum. Cela indique que la solution est probablement le minimum global de la fonction erreur. Pour des raisons de confidentialité, les paramètres obtenus ne sont pas explicités dans ce manuscrit.

### 4.1.6 Résultats

Les résultats obtenus à la fin de la procédure d'identification sont représentés sur la figure 4.4 pour des essais de traction monotone et de traction cyclé. Les résultats obtenus pour des essais de type cyclé-interrompu sont présentés sur la figure 4.5. Les données utilisées pour l'identification sont celles des essais présentés dans la partie 2.4.10.

Pour finir, on représente sur la figure 4.6 les résultats obtenus par le modèle à ceux de l'essai alterné traction-compression présenté dans la partie 2.5.2.

Le modèle obtenu donne de bons résultats pour les essais uniaxiaux en traction. Les résultats obtenus lors de l'alternance traction-compression permet de représenter fidèlement l'enveloppe de chargement en traction ainsi que les déformations résiduelles en fin de cycle. Toutefois, un fort écart est observé pour l'enveloppe de chargement au-delà de XX% en compression et pour les

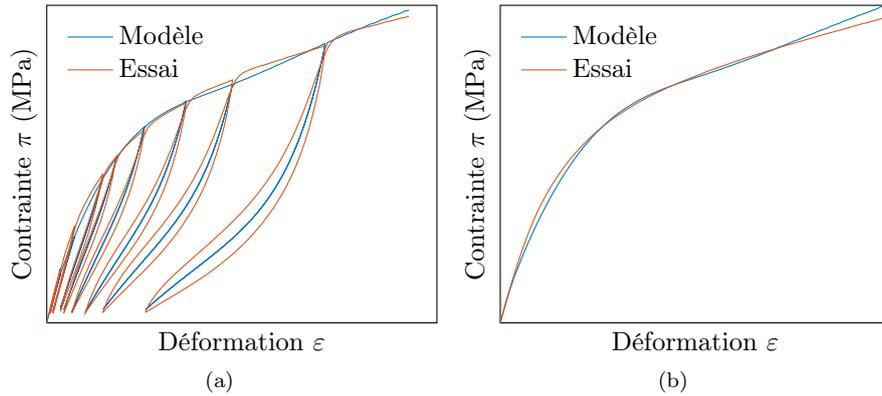


FIGURE 4.4 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction (a) cyclé et (b) monotone

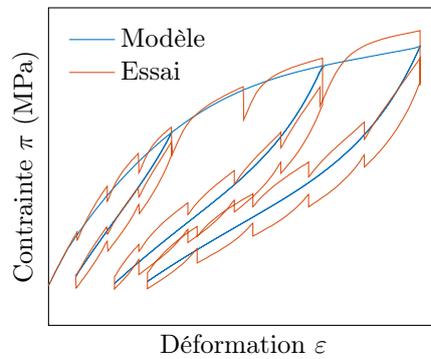


FIGURE 4.5 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation

déformations résiduelles lors des phases de décharge. Ainsi ce modèle simple permet de retrouver de manière correcte les enveloppes de chargement en traction et (partiellement) en compression ainsi que l’endommagement du matériau et les déformations résiduelles en fin de cycle.

#### 4.1.7 Conclusion

Ce premier modèle permet de représenter les principales caractéristiques du matériau : hyperélasticité, plasticité et endommagement. Toutefois, la partie expérimentale a mis en évidence l’existence de phénomènes visqueux régissant l’évolution du matériau. Ce modèle n’est donc représentatif que pour un historique de chargement à une vitesse constante or nous avons vu dans la partie 1.1.3 que les fréquences de sollicitation d’un soufflet varient entre 0 Hz et 30 Hz. D’autre part, les essais de la partie 2.4.11 ont montré une évolution des déformations résiduelles sur le long terme. Ainsi les états mécaniques obtenus ici peuvent donc ne plus être pertinents lors d’essais longs comme ceux de fatigue. Ainsi l’utilisation de ce modèle est limitée à la simulation d’essais courts avec une vitesse de chargement proche de celle de l’essai ayant servi à l’identification. Dans ce cadre, ce premier modèle présente de bons résultats compte tenu de sa simplicité.

Cette partie aura de plus permis de présenter de manière progressive le cadre thermodynamique, le

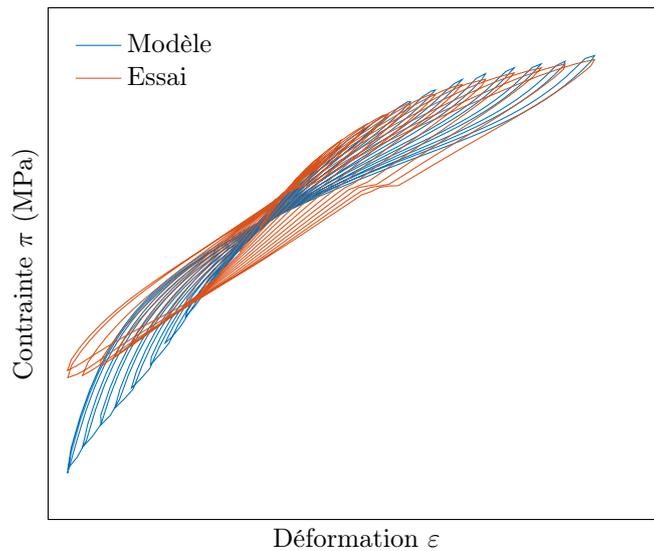


FIGURE 4.6 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d'un essai alterné traction-compression

cas d'un milieu à plusieurs configurations ainsi que des formalismes pouvant être utilisés pour l'hyperélasticité, l'adoucissement et la plasticité du matériau. Ces notions seront reprises et étendues dans la prochaine partie.

## 4.2 Modèle phénoménologique complet

### 4.2.1 Introduction

On propose un second modèle basé sur le premier auquel on a ajouté la prise en compte des effets visqueux et la prise en compte d'une boucle d'hystérésis résiduelle. Ainsi, on propose de modéliser le matériau comme présenté sur la figure 4.7.

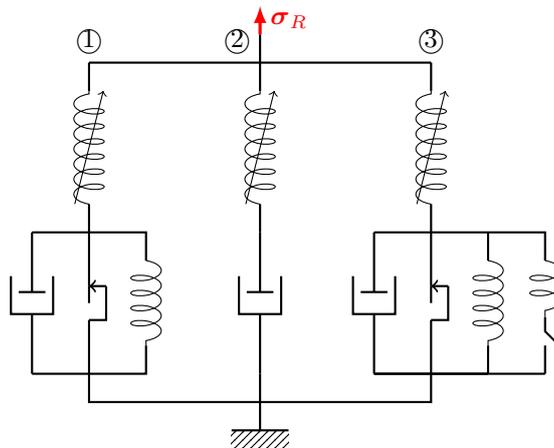


FIGURE 4.7 – Modèle rhéologique 2, prise en compte des effets de vitesse

Ce modèle est une composition de trois branches en parallèle :

1. Une première branche représente le comportement de la phase amorphe du matériau. Elle est construite à partir d'un ressort non-linéaire défini par le potentiel du modèle GDM endommageable [78]. De manière identique à Srivastava [190] et Ayoub [11], on complète cette branche avec de la visco-plasticité avec écrouissage isotrope en série. Ainsi construite, cette branche permet de modéliser l'endommagement du matériau, son comportement à un point d'inflexion et la présence de déformations résiduelles.
2. Une seconde branche représente le comportement visqueux du matériau (branche viscoélastique).
3. Une troisième branche permet de modéliser la boucle d'hystérésis limite du matériau. Ce comportement est modélisé comme visco-élastique endommageable avec de la plasticité à écrouissage isotrope et cinématique. L'écrouissage cinématique est construit avec la théorie endochronique afin d'assurer que la boucle résiduelle soit indépendante de la vitesse de chargement.

En pratique, les trois branches sont assez similaires et les deux premières peuvent être obtenues à partir de la troisième par un bon choix de paramètres. Le début de cette partie sera donc consacré à la modélisation de cette branche et plus particulièrement à la viscosité, à l'écrouissage cinématique et la théorie endochronique.

## 4.2.2 Modélisation de la viscosité

### Modélisation des effets visqueux

Les approches proposées dans la littérature sont de deux familles :

- les formulations intégrales qui considèrent la contrainte à un instant donné comme une fonction de l'historique de chargement ;
- les formulations différentielles, découlant de la théorie des matériaux standards généralisés et sur la définition de variables internes, comme proposé depuis le début de ce chapitre.

Plus précisément, parmi les formulations intégrales on distingue traditionnellement :

- le modèle F.L.V (Finite Linear Viscoelasticity) [41] ;
- le modèle M.F.L.V (Modified Finite Linear Viscoelasticity) [151] ;
- le K-B.K.Z. (Kaye, Bernstein, Kearsley, Zapas) [18, 106].

Plus récemment de nouvelles approches basées sur les dérivées fractionnaires voient le jour pour les élastomères [211, 222, 112, 213]. Ces formulations ne seront pas approfondies car non utilisées dans la suite de ce manuscrit. Les formulations différentielles feront quant à elles l'objet de la suite de cette partie.

### Formulations différentielles

Dans le même cadre que précédemment, l'introduction de la formulation différentielle se fait au travers de la définition d'un potentiel ou d'un pseudo-potentiel de dissipation. La plasticité quasi-statique définie précédemment à l'aide d'une fonction seuil  $\Phi$  peut être étendue en définissant un pseudo-potentiel de dissipation  $\varphi^*$  comme :

$$\varphi^* = \frac{\eta_p}{\nu_p + 1} \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu_p + 1} \quad (4.32)$$

avec  $\eta_p$  et  $\nu_p$  des paramètres du matériau.

L'avantage de cette formulation est la grande flexibilité qu'elle apporte. En effet, la définition de  $\Phi$  permet de modéliser :

1. la viscoélasticité :  $\Phi = \|\text{dev}(\mathbf{J}\boldsymbol{\sigma})\|$  ;
2. la viscoélasticité à seuil :  $\Phi = \|\text{dev}(\mathbf{J}\boldsymbol{\sigma})\| - R_0$ , avec  $R_0$  une constante ;
3. la viscoplasticité :  $\Phi = \|\text{dev}(\mathbf{J}\boldsymbol{\sigma})\| - (R_0 + R)$ , avec  $R_0$  une constante et  $R$  une variable interne représentant l'écroutissage isotrope.

Dans les trois cas, la loi d'évolution de la variable interne  $\mathbf{C}_p$  s'écrit comme :

$$\dot{\mathbf{C}}_p = - \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu} \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \cdot \mathbf{C}_p \quad (4.33)$$

En adoptant le point de vue eulérien, l'équation 4.33 se réécrit :

$$\dot{\mathbf{D}}_p = \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu} \frac{\text{dev}(\mathbf{J}\boldsymbol{\sigma})}{\|\text{dev}(\mathbf{J}\boldsymbol{\sigma})\|} \quad (4.34)$$

Le comportement visqueux s'écrit donc comme le produit d'une grandeur scalaire dépendant de  $\Phi$  et d'un vecteur unitaire définissant l'orientation de l'écoulement visqueux.

D'un point de vue rhéologique, les trois comportements énumérés précédemment sont représentés sur la figure 4.8.

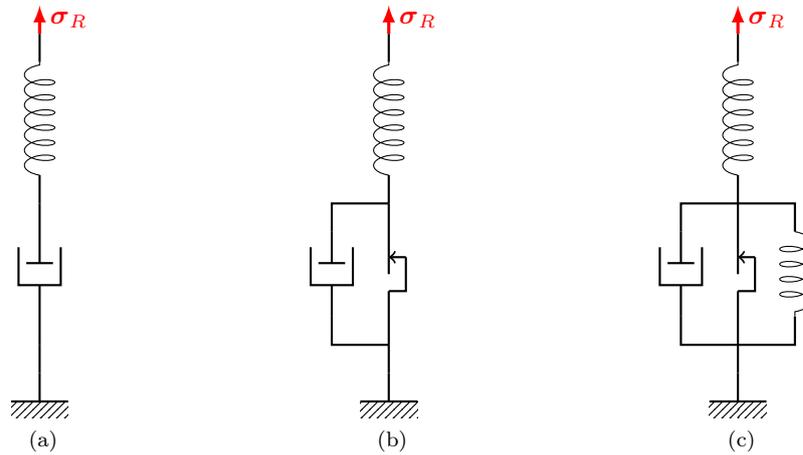


FIGURE 4.8 – Modèle rhéologique viscoélastique (a), viscoplastique parfait (b), viscoplastiques avec écroutissage isotrope (c)

On peut noter ici que la grandeur  $\Phi$  présentée précédemment peut s'interpréter comme un calcul d'une norme de la contrainte vue par l'amortisseur visqueux. L'intensité de l'écoulement visqueux évoqué précédemment est donc fonction de la contrainte vue par l'amortisseur.

### Formulation différentielle étendue

Dans le cas général, l'équation 4.33 peut s'écrire [123] :

$$\dot{\mathbf{C}}_p = \dot{\lambda} \mathbb{P} = \Lambda(\Phi) \frac{\partial \Omega}{\partial \mathbf{S}_p} \quad (4.35)$$

Comme évoqué précédemment,  $\mathbb{P} = \frac{\partial \Omega}{\partial \mathbf{S}_p}$  est un tenseur norme indiquant la direction de l'écoulement et  $\dot{\lambda} = \Lambda(\Phi)$  son amplitude.

Cette formulation générale permet d'inclure un grand nombre d'approche de la viscosité. Tous les exemples donnés ici ont en commun une cinétique thermiquement activé et la présence d'une barrière énergétique à franchir afin d'activer l'effet. Argon [7] propose de modéliser l'inclusion de défaut dans les chaînes moléculaires avec une loi de la forme :

$$\dot{\lambda} = \dot{\gamma}_0 \exp \left( -\frac{As}{T} \left( 1 - \left( \frac{\|\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{b}\|}{\sqrt{3}s} \right)^{5/6} \right) \right) \quad (4.36)$$

avec  $\boldsymbol{\sigma}$  la contrainte dans le matériau,  $\mathbf{b}$  une résistance du matériau d'origine entropique,  $s$  une variable d'érouissage,  $T$  la température absolue et  $(\dot{\gamma}_0, A)$  des paramètres.

En s'inspirant d'une cinétique de type Eyring [67], une loi de Ree-Eyring [174, 175] est utilisée pour modéliser un écoulement viscoplastique par [170, 38] et s'écrit sous la forme :

$$\dot{\lambda} = \frac{\dot{\lambda}_0}{2} \left[ \exp \left( -\frac{\Delta G_I}{k_b T} \left( 1 + \frac{\|J\text{dev}(\boldsymbol{\sigma})\|}{s} \right) \right) - \exp \left( -\frac{\Delta G_I}{k_b T} \left( 1 - \frac{\|J\text{dev}(\boldsymbol{\sigma})\|}{s} \right) \right) \right] \quad (4.37)$$

$$= \dot{\lambda}_0 \exp \left( -\frac{\Delta G_I}{k_b T} \right) \sinh \left( \frac{\Delta G_I}{k_b T} \frac{\|J\text{dev}(\boldsymbol{\sigma})\|}{s} \right) \quad (4.38)$$

avec les mêmes notations que précédemment et  $\Delta G_I$  l'énergie libre d'activation pour l'écoulement viscoplastique.

### 4.2.3 Modélisation de l'érouissage cinématique

Cette partie sera consacrée à la prise en compte de l'érouissage cinématique. Comme proposé par Shutov *et al.* [183, 184], on considère une nouvelle décomposition de Kröner-Lee (ou décomposition multiplicative) du gradient de déformation plastique. Il vient :

$$\mathbf{F}_p = \mathbf{F}_{pe} \cdot \mathbf{F}_{pp} \quad (4.39)$$

Le schéma rhéologique proposé pour la modélisation de cet effet est présenté sur la figure 4.9. On propose de définir un potentiel hyperélastique  $\Psi_k = \Psi_k(\mathbf{F}_{pe})$ . L'élément rhéologique associé à  $\mathbf{F}_{pp}$  correspond à de la viscosité endochronique. Pour la description du formalisme, on supposera l'absence de phénomènes d'endommagement.

Dans ce cas, la dissipation s'écrit :

$$\mathcal{D} = \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}}{2} - \left( 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}_p} + 2 \frac{\partial \Psi_k}{\partial \mathbf{C}_p} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}_p}{2} - 2 \frac{\partial \Psi_k}{\partial \mathbf{C}_{pp}} : \frac{\dot{\mathbf{C}}_{pp}}{2} - \frac{\partial \Psi}{\partial r} \dot{r} \geq 0 \quad (4.40)$$

On définit alors :  $\mathbf{S}^v = (\mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}})$ ,  $\mathbf{S}_p^v = 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}_p}$ ,  $\mathbf{S}_k^v = 2 \frac{\partial \Psi_k}{\partial \mathbf{C}_p}$ ,  $\mathbf{S}_{pk}^v = \mathbf{S}_p^v + \mathbf{S}_k^v$ ,  $\mathbf{S}_{pp}^v = 2 \frac{\partial \Psi_k}{\partial \mathbf{C}_{pp}}$ .

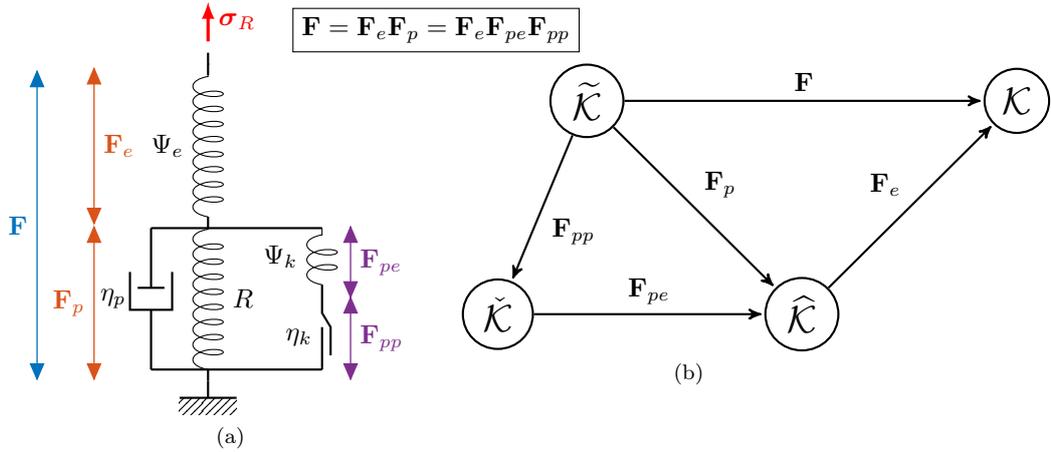


FIGURE 4.9 – Décomposition du tenseur déformation : modèle rhéologique (a) et espaces (b)

On suppose d'abord le potentiel de dissipation  $\Phi$  ne dépend pas de  $\mathbf{C}$  (c'est à dire que le ressort  $\Psi_e$  ne dissipe pas d'énergie). Cela implique que :

$$\forall \dot{\mathbf{C}}, \left( \mathbf{S} - 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \right) : \frac{\dot{\mathbf{C}}}{2} = 0 \Leftrightarrow \mathbf{S} = 2 \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{C}} \quad (4.41)$$

On définit de plus :  $\mathbf{S}^D = \text{DEV}_{\mathbf{C}}(\mathbf{S})$ ,  $\mathbf{S}_p^D = \text{DEV}_{\mathbf{C}_p}(\mathbf{S}_p^v)$ ,  $\mathbf{S}_k^D = \text{DEV}_{\mathbf{C}_p}(\mathbf{S}_k^v)$ ,  $\mathbf{S}_{pk}^D = \text{DEV}_{\mathbf{C}_p}(\mathbf{S}_{pk}^v)$ ,  $\mathbf{S}_{pp}^D = \text{DEV}_{\mathbf{C}_{pp}}(\mathbf{S}_{pp}^v)$ .

Dans le modèle rhéologique proposé sur la figure 4.9, on dispose en série un ressort non linéaire et un ensemble d'éléments en parallèle. D'après [107], cela implique que l'équilibre des contraintes doit être respecté à tout instant entre ces deux groupes d'éléments. En notant  $\mathcal{F}_X$  l'effort dans le composant rhéologique désigné par la lettre  $X$  (figure 4.9), cela s'écrit mathématiquement sous la forme :

$$\mathcal{F}_{\Psi} = \mathcal{F}_{\eta_p} + \mathcal{F}_R + \mathcal{F}_{\Psi_k} \quad (4.42)$$

On a de plus :

$$\mathcal{F}_{\Psi_k} = \mathcal{F}_{\eta_k} \quad (4.43)$$

La difficulté de cette partie réside dans l'écriture de l'équation 4.42 calculée dans une configuration intermédiaire  $\hat{\mathcal{K}}$  à partir de tenseurs des contraintes calculés dans la configuration  $\tilde{\mathcal{K}}$  (voir annexe C).

On propose de transporter les tenseurs d'intérêt dans la configuration intermédiaire  $\hat{\mathcal{K}}$ . Il vient :

$$\mathcal{F}_{\Psi} : \begin{cases} \hat{\mathcal{K}} \rightarrow \hat{\mathcal{K}} \\ \boldsymbol{\sigma}_p = -\det(\mathbf{F}_p)^{-1/3} \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S}_p^v \cdot \mathbf{F}_p^t \end{cases} \quad (4.44)$$

$$\mathcal{F}_{\Psi_k} : \begin{cases} \hat{\mathcal{K}} \rightarrow \hat{\mathcal{K}} \\ \boldsymbol{\sigma}_p^k = \det(\mathbf{F}_p)^{-1/3} \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S}_v^k \cdot \mathbf{F}_p^t \end{cases} \quad (4.45)$$

En modifiant l'équation 4.42, on isole l'effort dans l'amortisseur visqueux :

$$\mathcal{F}_{\eta_p} = \mathcal{F}_{\Psi} - \mathcal{F}_{\Psi_k} - \mathcal{F}_R \quad (4.46)$$

On propose donc une fonction seuil de la forme :

$$\begin{aligned}\Phi &= \|\det(\mathbf{F}_p)^{-1/3} \text{dev}(\boldsymbol{\sigma}_p) - \det(\mathbf{F}_p)^{-1/3} \text{dev}(\boldsymbol{\sigma}_p^k)\| - R \\ &= \det(\mathbf{F}_p)^{-1/3} \|\text{dev}(\boldsymbol{\sigma}_p) - \text{dev}(\boldsymbol{\sigma}_p^k)\| - R\end{aligned}\quad (4.47)$$

En utilisant que des tenseurs dans la configuration  $\tilde{\mathcal{K}}$ , cette fonction peut s'écrire :

$$\begin{aligned}\Phi &= \sqrt{\text{tr}[(\mathbf{S}_p^D + \mathbf{S}_k^D) \cdot \mathbf{C}_p (\mathbf{S}_p^D + \mathbf{S}_k^D) \cdot \mathbf{C}_p]} - R \\ &= \sqrt{\text{tr}[\mathbf{S}_{pk}^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D \cdot \mathbf{C}_p]} - R\end{aligned}\quad (4.48)$$

On défini la fonction seuil de l'élément visqueux endochronique comme :

$$\Phi_k = \sqrt{\text{tr}[\mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_{pp} \cdot \mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_{pp}]} \quad (4.49)$$

On propose donc de définir un pseudo-potentiel de dissipation sous la forme :

$$\varphi^* = \frac{\eta_p}{\nu_p + 1} \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu_p + 1} + \frac{\eta_k}{\nu_k + 1} \left\langle \frac{\Phi_k}{\eta_k} \right\rangle^{\nu_k + 1} \quad (4.50)$$

Et donc on peut écrire :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\mathbf{C}}_p = - \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu_p} \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D}{\sqrt{\text{tr}[\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D]}} \cdot \mathbf{C}_p \\ \dot{r} = \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^{\nu_p} \\ \dot{\mathbf{C}}_{pp} = - \left\langle \frac{\Phi_k}{\eta_k} \right\rangle^{\nu_k} \frac{\mathbf{C}_{pp} \cdot \mathbf{S}_{pp}^D}{\sqrt{\text{tr}[\mathbf{C}_{pp} \cdot \mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_{pp} \cdot \mathbf{S}_{pp}^D]}} \cdot \mathbf{C}_{pp} \end{array} \right. \quad (4.51)$$

En supposant qu'à l'instant  $t = 0$  il n'y a ni déformation du système, ni déformation résiduelle d'un chargement précédent, les conditions initiales s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{C}_p(t = 0) = \mathbf{1} \\ r(t = 0) = 0 \\ \mathbf{C}_{pp}(t = 0) = \mathbf{1} \end{array} \right. \quad (4.52)$$

Le formalisme présenté dans cette partie permet ainsi de prendre en compte la plasticité avec un écrouissage cinématique.

#### 4.2.4 Théorie endochronique

La théorie endochronique a été formulée par Valanis *et al.* [202] puis reprise par Erlicher *et al.* [65]. Cette théorie permet de modéliser des phénomènes dépendant du chemin de charge mais indépendant de la vitesse de chargement. Pour ce faire, on utilise le formalisme présenté précédemment pour la viscosité. Toutefois, l'écoulement dépendra non plus du temps réel mais d'un temps intrinsèque  $z$  avec les propriétés suivantes :

- le temps intrinsèque augmente de manière monotone avec le temps physique  $t$  ;
- le temps intrinsèque n'augmente que si la vitesse de déformation de l'élément endochronique est non nulle ;
- plus la vitesse de déformation est importante, plus le temps intrinsèque s'écoule rapidement.

D'un point de vue mathématique, on définit  $z$  comme :

$$z = k_t \mathcal{L}_p \quad (4.53)$$

avec  $k_t = 1$  et  $\mathcal{L}_p$  la longueur curviligne de la déformation.

On peut définir la dérivée par rapport au temps intrinsèque comme :

$$\frac{\partial \mathbf{C}_p}{\partial z} = \frac{\partial \mathbf{C}_p}{\partial t} \frac{\partial t}{\partial z} = \frac{1}{k_t \mathcal{L}_p} \dot{\mathbf{C}}_p \quad (4.54)$$

Ainsi, à titre d'exemple, l'équation 4.33 devient :

$$\dot{\mathbf{C}}_p = -\frac{1}{k_t \mathcal{L}_p} \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^\nu \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \cdot \mathbf{C}_p \quad (4.55)$$

avec  $\dot{\mathcal{L}}_p = \sqrt{\frac{1}{6}} \left\| \mathbf{C}_p^{-1} \cdot \dot{\mathbf{C}}_p \right\|$ .

### 4.2.5 Schéma d'intégration temporelle

On s'intéresse dans cette partie aux méthodes d'intégration temporelle du système d'équations 4.51.

Les équations du système 4.51 sont considérées ligne par ligne. On obtient les trois équations différentielles non-linéaire suivantes :

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{C}}_p &= \mathbf{f}_1(\mathbf{C}, \mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) \mathbf{C}_p & (1) \\ \dot{r} &= f_2(\mathbf{C}, \mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) & (2) \\ \dot{\mathbf{C}}_{pp} &= \mathbf{f}_3(\mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) \mathbf{C}_{pp} & (3) \end{cases} \quad (4.56)$$

Ces trois équations peuvent être résolues de manière étagée, c'est à dire séparément en considérant à chaque fois que toutes les variables sauf celle en rouge sont constante. La résolution par étage est faite plusieurs fois avec les valeurs mises à jour jusqu'à convergence de la solution. On peut aussi voir ce problème sous forme matriciel en écrivant :

$$\begin{bmatrix} \dot{\mathbf{C}}_p \\ \dot{r} \\ \dot{\mathbf{C}}_{pp} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{f}_1(\mathbf{C}, \mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) & 0 & 0 \\ 0 & f_2(\mathbf{C}, \mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) & 0 \\ 0 & 0 & \mathbf{f}_3(\mathbf{C}_p, r, \mathbf{C}_{pp}) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \mathbf{C}_p \\ r \\ \mathbf{C}_{pp} \end{bmatrix} \quad (4.57)$$

Ce système d'équation est composé de deux équations vectorielles (1 et 3) ainsi qu'une équation scalaire. Toutes les trois sont sous la forme  $\dot{\mathbf{A}} = \mathbf{f}(\mathbf{A})\mathbf{A}$ . En définissant  $Y = [\mathbf{C}_p, \mathbf{C}_{pp}, r]^t$ , le système d'équations 4.57 se réécrit de manière réduite sous la forme :

$$\dot{Y} = \mathbf{f}(Y)Y \quad (4.58)$$

L'équation 4.58 est donc une équation différentielle non linéaire du premier ordre. Sa résolution n'est toutefois pas aisée à cause des couplages entre les différents termes. Les différents schéma d'intégration temporelle sont présentés à titre indicatif dans l'annexe E. Pour une formulation plus détaillée ainsi qu'une comparaison des résultats obtenus pour le cas de l'écoulement cinématique présenté dans la partie précédente, le lecteur peut se référer aux travaux de Shutov *et al.* [96, 183, 184].

L'objectif étant dans un premier temps d'étudier la réponse du modèle, nous choisissons dans cette partie des travaux d'utiliser une intégration temporelle à l'aide d'une méthode d'Euler implicite. Ce choix, bien que plus coûteux en temps de calcul, permet d'assurer l'équilibre entre les différents éléments rhéologiques à la fin de chaque pas de temps. D'autres schémas d'intégration ne nécessitant pas le calcul d'une matrice tangente pourront être envisagés lors de l'implémentation dans le cadre éléments finis.

### 4.2.6 Résumé des équations du modèle

L'ensemble des lois et des paramètres utilisés pour définir ce modèle est présenté dans le tableau 4.2. Le modèle complet compte 26 paramètres et 6 variables internes.

Branches	Comportement	Loi	Variables
1	Hyperélasticité	GDM	$h_1, h_2, h_3$
	Endommagement	exponentiel	$d_{i=1,2}^\infty, \eta_{i=1,2}, a, b$
	Plasticité	exponentielle	$R_1 + \alpha_1 r + \beta(1 - \exp(\gamma r))$
2	Effets Visqueux	linéaire	$\eta_p$
	Hyperélasticité	Neo-Hookeen	$\mu^{ve}$
	Endommagement	exponentiel	$d_\mu^{ve,\infty}, \eta_\mu^{ve}$
3	Effets Visqueux	linéaire	$\eta_{ve}$
	Hyperélasticité	Neo-Hookeen	$\mu^{vp}$
	Endommagement	exponentiel	$d_\mu^{vp,\infty}, \eta_\mu^{vp}$
	Iso. Plasticité	linéaire	$R_3 + \alpha_1 r$
	Iso. Effets Visqueux	linéaire	$\eta_p$
	Kin. Hyperélasticité	Neo-Hookeen	$\mu^{vp,kin}$
	Kin. Effets visqueux	linéaire	$\eta_{kin}$

TABLEAU 4.2 – Synthèse des modèles utilisés et des paramètres associés

### 4.2.7 Identification

De même que dans la partie 4.1.5, ce modèle est implémenté dans Matlab au point de Gauss. Les valeurs de temps et de déformation des essais choisis pour l'optimisation sont utilisées comme entrée pour le calcul du tenseur gradient de la déformation  $\mathbf{F}$ . Les hypothèses d'isotropie et d'incompressibilité sont conservées.

Les paramètres du modèle sont tous identifiés en même temps à l'aide d'une méthode de descente de gradient sur un essai en compression cyclé interrompu. Plus précisément, la fonction erreur utilisée  $\epsilon$  est calculée comme :

$$\epsilon_{\text{essai}} = \sqrt{\sum_{\mathcal{E}_n} \left[ \left( \frac{y_i - s_i}{N_i} \right)^2 \right]} \quad (4.59)$$

avec  $y_i$  et  $s_i$  les valeurs de contraintes  $\pi$  obtenues par mesure pendant l'essai et par calcul respectivement.

Dans ce cas, le résultat final de l'optimisation dépend fortement du choix du jeu de paramètre initial et les résultats présentés dans la partie suivante correspondent aux meilleurs obtenus. Ainsi il est probable que le minimum global de la fonction erreur ne soit pas atteint et que ces résultats correspondent uniquement à un minimum local. De même que dans la partie 4.1.5, les coefficients obtenus ne sont pas explicités pour des raisons de confidentialité.

## 4.2.8 Résultats

### Résultats obtenus suite à l'identification

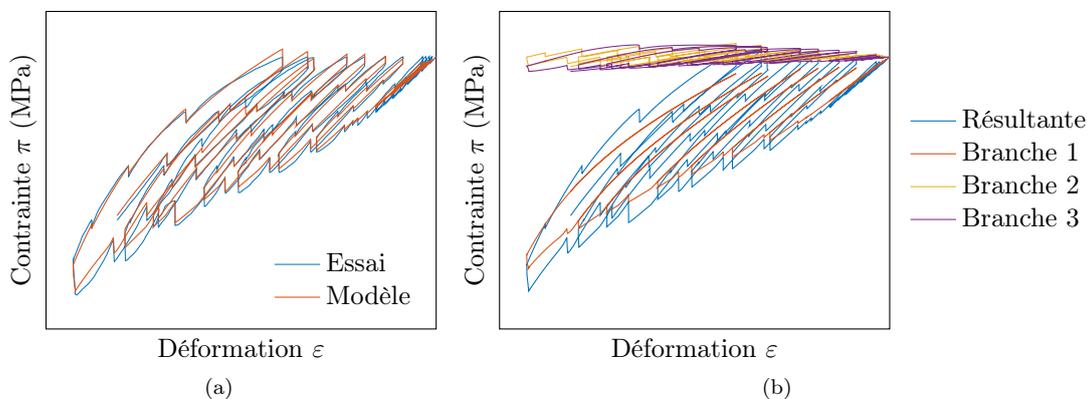


FIGURE 4.10 – (a) Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d'un essai cyclé en compression interrompu par des phases de relaxation. (b) Décomposition de la contribution des différentes branches au comportement final du modèle.

Les paramètres du modèle sont identifiés sur l'essai de compression présenté partie 2.5.1. Celui-ci a été réalisé sur une éprouvette HA avec une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 7.57 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec des phases de relaxation d'une durée de 15 minutes.

Les résultats obtenus suite à la procédure d'identification sont présentés sur la figure 4.10a. On représente de plus la contribution des différentes branches du modèle sur la figure 4.10b. On peut constater que les résultats obtenus sont encourageants et permettent de représenter fidèlement le comportement du matériau pour cet essai. La branche 1 (hyperélastique-plastique-endommageable, correspondant au modèle présenté précédemment avec la prise en compte des phénomènes de viscoplasticité) a une contribution prépondérante au comportement global.

### Résultats sur d'autres types d'essais

Afin de valider les paramètres obtenus suite à l'optimisation, nous comparons les résultats du modèle à ceux d'essais pour différents cas de chargement. Les résultats pour l'essai de traction monotone et de traction cyclé sont présentés respectivement sur la figure 4.11a et sur la figure 4.11b.

Les résultats pour un essai de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation différent de celui utilisé pour l'optimisation des paramètres est présenté sur la figure 4.12a. Pour les trois

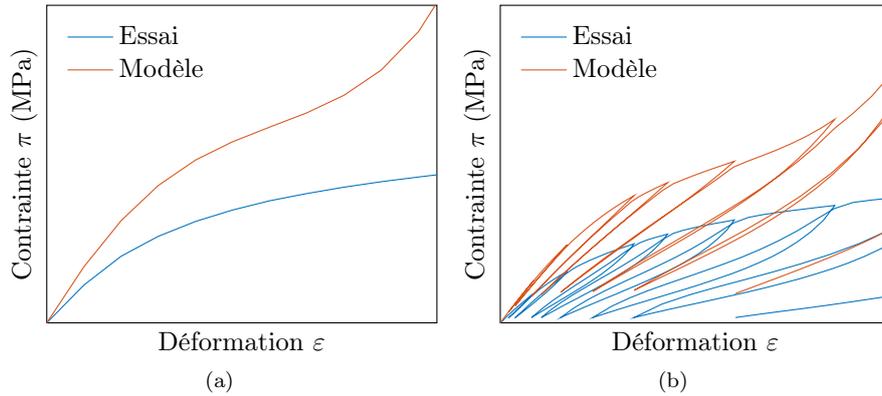


FIGURE 4.11 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction (a) monotone et (b) cyclé

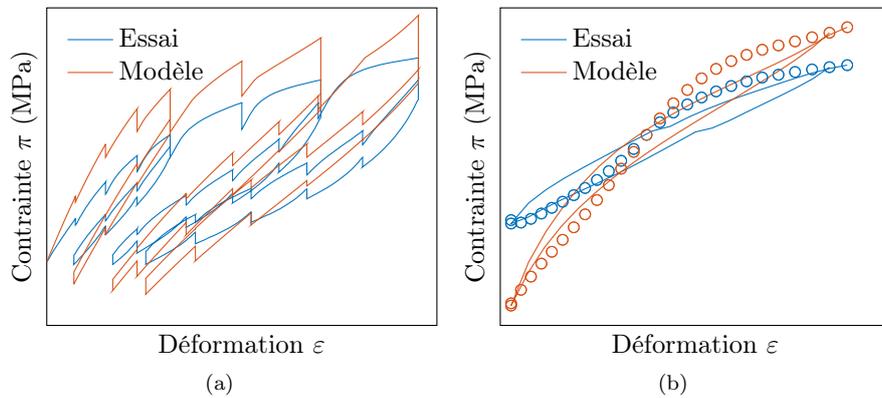


FIGURE 4.12 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai (a) de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation et (b) de traction-compression alternée (représentation tronquée)

derniers essais mentionnés, les courbes expérimentales sont celles ayant été présentées dans la partie 2.4.10. Les résultats obtenus pour un essai cyclé alterné traction-compression (dont la courbe expérimental a été présentée dans la partie 2.5.2) sont présentés sur la figure 4.12b. Afin de faciliter la lecture, nous avons choisi la représentation tronquée déjà utilisée (partie 2.4.5) : les cercles représentent les extrema et seule la dernière boucle du modèle et de l’essai a été tracée.

Dans le cas des essais de traction cyclé interrompus, l’évolution de la contrainte au cours du temps est tracée sur la figure 4.13a. Les temps caractéristiques de relaxation du modèle semblent être très supérieurs à ceux de l’essai. La contribution des différentes branches au résultat du modèle est représentée sur la figure 4.13b. Conformément à ce qui a été remarqué précédemment, la première branche a un rôle prépondérant dans le résultat obtenu.

Dans chacun des cas, un fort écart est observé entre les données expérimentales et les résultats du modèle. Cette différence dans les résultats semble pouvoir être liée aux temps caractéristiques des phénomènes de viscosité du modèle. En effet, l’essai ayant servi pour l’identification a été effectué à une vitesse différente des essais utilisés ensuite pour la validation. Ainsi des phénomènes

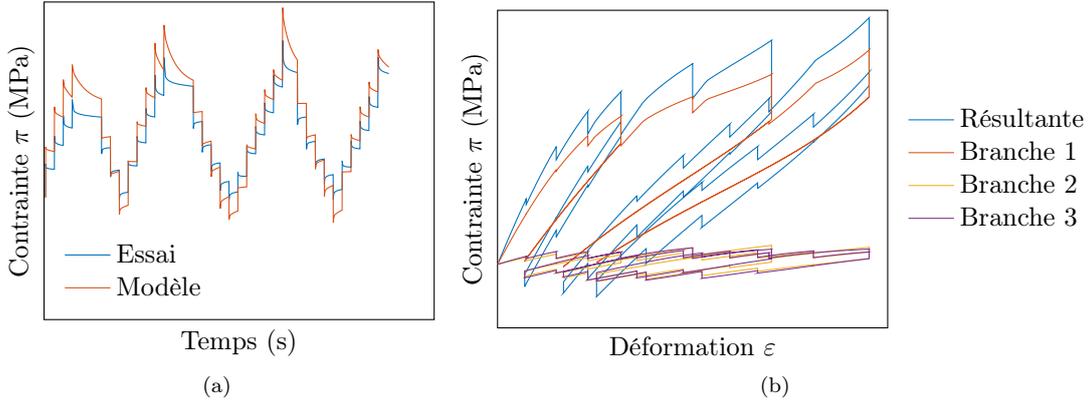


FIGURE 4.13 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation. (a) Evolution de la contrainte au cours du temps. (b) Décomposition de la contribution des différentes branches du modèle.

visqueux avec des temps caractéristiques peuvent ne pas être présents dans l’essai initial. Cette analyse est de plus encouragée par les résultats de l’essai cyclé de traction sur la figure 4.13a) : les composantes visqueuses du modèle ont des cinétiques trop lentes pour capter correctement les boucles d’hystérésis du matériau. Afin de remédier à cela, quelques modifications sont proposées à la fois pour le modèle et pour la stratégie d’optimisation du choix des paramètres du modèle.

#### 4.2.9 Modification du modèle, résumé des équations et des paramètres

Afin de diminuer le nombre de paramètres à optimiser, plusieurs modifications sont proposées :

- l’endommagement est retiré pour les branches ② (visco-hyperélastique) et ③ (viscoplastique avec écrouissage cinématique) ;
- le modèle GDM endommageable utilisé pour la branche ① est remplacé par un modèle de type Hart-Smith endommageable ;
- la viscosité endochronique est remplacé par de la viscoplasticité parfaite.

Le schéma rhéologique correspondant est présenté sur la figure 4.14.

Ainsi les lois d’évolution deviennent :

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{C}}_p &= - \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^\nu \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D}{\sqrt{\text{tr}[\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pk}^D]}} \mathbf{C}_p \\ \dot{\gamma} &= \left\langle \frac{\Phi}{\eta_p} \right\rangle^\nu \\ \dot{\mathbf{C}}_{pp} &= - \left\langle \frac{\Phi_k}{\eta_k} \right\rangle^{\nu_k} \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pp}^D}{\sqrt{\text{tr}[\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_{pp}^D]}} \mathbf{C}_p \end{cases} \quad (4.60)$$

avec :

$$\Phi_k = \sqrt{\text{tr}[\mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_{pp} \cdot \mathbf{S}_{pp}^D \cdot \mathbf{C}_{pp}]} - \sqrt{\frac{2}{3}} R_0^k \quad (4.61)$$

et  $R_0^k$  une constante.

En supposant qu’à l’instant  $t = 0$  il n’y a ni déformation du système, ni déformation résiduelle d’un chargement précédent, les conditions initiales s’écrivent :

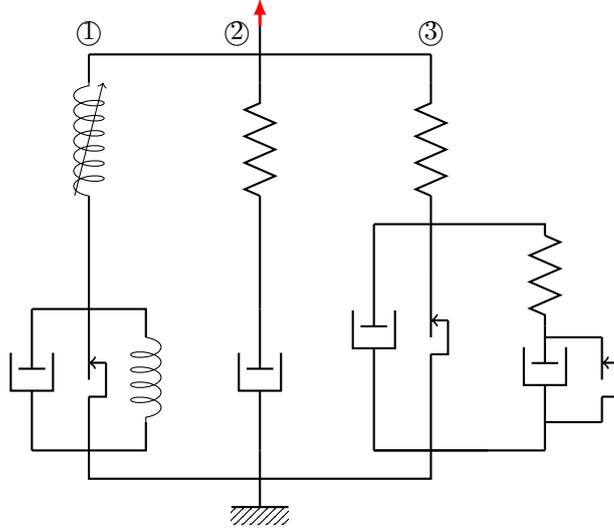


FIGURE 4.14 – Schéma rhéologique du nouveau modèle proposé

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathbf{C}_p(t=0) = \mathbf{1} \\ r(t=0) = 0 \\ \mathbf{C}_{pp}(t=0) = \mathbf{1} \end{array} \right. \quad (4.62)$$

Ainsi les équations du problème sont récapitulées dans le tableau 4.3.

Branche	Comportement	Loi	Modèle	Variables
1	Composition		$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e^1 \mathbf{F}_p^1$	
	Hyperélasticité	Hart-Smith	$\bar{\Psi} = \int \tilde{h}_1 \exp(\tilde{h}_3 (\bar{I}_1 - 3)^2)$	
	Endommagement	exponentiel	$\tilde{h}_1 = (1 - d_1^\infty (1 - \exp(-I_1^{\max}/\eta_1))) h_1^0$ $\tilde{h}_3 = \frac{b}{(3(a/h_1 - 1)^2)}$	$h_1^0, \eta_1, d_1^\infty$ $a, b$
	Plasticité	exponentielle	$R_1 + \alpha_1 r + \beta(1 - \exp(\gamma r))$	$R_1, \alpha, \beta, \gamma$
	Effets Visqueux	linéaire	4.60-(1,2)	$\eta_p$
2	Composition		$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e^2 \mathbf{F}_p^2$	
	Hyperélasticité	Neo-Hookeen	$\bar{\Psi} = \frac{1}{2} \mu^{ve} (I_1 - 3)^2$	$\mu^{ve}$
	Effets Visqueux	linéaire	4.60-1	$\eta_{ve}$
3	Composition		$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e^3 \mathbf{F}_p^3 = \mathbf{F}_e^3 \mathbf{F}_{pe}^3 \mathbf{F}_{pp}^3$	
	Hyperélasticité	Neo-Hookeen	$\bar{\Psi} = \frac{1}{2} \mu^{vp} (I_1 - 3)^2$	$\mu^{vp}$
	Plasticité 1	constant	$R_3$	$R_3$
	Effets Visqueux 1	linéaire	4.60-1	$\eta_{vp}^1$
	Hyperélasticité cinématique	Neo-Hookeen	$\bar{\Psi} = \frac{1}{2} \mu^{vp, kin} (I_1 - 3)^2$	$\mu^{vp, kin}$
	Plasticité cinématique	constant	$R_1^k$	$R_1^k$
Effets visqueux	linéaire	4.60-3	$\eta_{kin}$	

TABLEAU 4.3 – Synthèse des modèles utilisés et des paramètres associés

Le modèle complet est donc entièrement caractérisé par 18 paramètres et par 5 variables internes.

#### 4.2.10 Identification

Les paramètres du modèle sont tous identifiés en même temps à l'aide d'une méthode de descente de gradient sur un essai sapin et un essai cyclé. Plus précisément, la fonction erreur utilisée  $\epsilon$  est

calculée comme :

$$\epsilon = \epsilon_{\text{cyclé-interrompu}} + \epsilon_{\text{cyclé}} \quad (4.63)$$

Afin d'améliorer la pertinence de la fonction erreur, on décompose les essais de références en  $n$  sous-domaines  $\mathcal{E}_n$  devant avoir une importance égale lors de l'optimisation. Chacun de ces ensembles ne doit donc pas dépendre du nombre de point qu'il contient. Ainsi pour l'essai cyclé et l'essai cyclé interrompu on définit l'erreur de l'essai comme :

$$\epsilon_{\text{essai}} = \sqrt{\sum_{\mathcal{E}_n} \left[ \sum_{i \in \mathcal{E}_n} \left( \frac{y_i - s_i}{N_i} \right)^2 \right]} \quad (4.64)$$

avec  $y_i$  et  $s_i$  les valeurs de contraintes  $\pi$  obtenues par mesure pendant l'essai et par calcul respectivement.

#### Définition des sous-domaines $\mathcal{E}_n$ pour un essai cyclé-interrompu

Dans le cas des essais cyclé interrompu, on distingue deux types de sous-domaines correspondant aux deux différentes phases de l'essai : la phase de relaxation et la phase de déplacement.

#### Définition des sous-domaines $\mathcal{E}_n$ pour un essai cyclé

Dans le cas des essais cyclé interrompu, on distingue trois types de sous-domaines. Le premier correspond à l'ensemble de points entre le début d'une boucle et le point d'inversion du sens de chargement. Le second regroupe les points entre cette même inversion et le moment où la déformation est identique à celle du début de la boucle. Le dernier ensemble fait la jonction entre la fin de la boucle et le début de la suivante.

Comme pour l'identification de la partie 4.2.7, les résultats obtenus dépendent du jeu de variable choisi initialement. On présentera à nouveau les meilleurs résultats obtenus mais il est fortement probable que ceux-ci ne correspondent pas au meilleur choix de paramètres possible pour le modèle. De même que dans la partie 4.1.5, les coefficients obtenus ne sont pas explicités pour des raisons de confidentialité.

### 4.2.11 Résultats

#### Résultats obtenus suite à l'identification

Les résultats obtenus à la fin de l'identification sont présentés sur la figure 4.15. Contrairement au cas précédent, on retrouve bien des boucles d'hystérésis dans le cas de l'essai cyclé. Les résultats obtenus pour l'essai sapin sont satisfaisants eux aussi et permettent de retrouver à la fois le phénomène de relaxation des contraintes mais aussi celui de boucle d'hystérésis limite. Ainsi la modification du modèle, de la stratégie d'identification à l'aide d'une nouvelle définition de l'erreur et de l'utilisation de deux essais différents semble permettre d'améliorer les résultats obtenus.

Pour compléter l'analyse des résultats obtenus sur les essais cyclés interrompus par des phases de relaxation, la contribution des différentes branches à la réponse globale du modèle est représentée sur la figure 4.16a. Comme dans le cas précédent, la première branche (hyperélastique-endommageable et viscoplastique isotrope) est celle qui apporte la plus grande contribution au

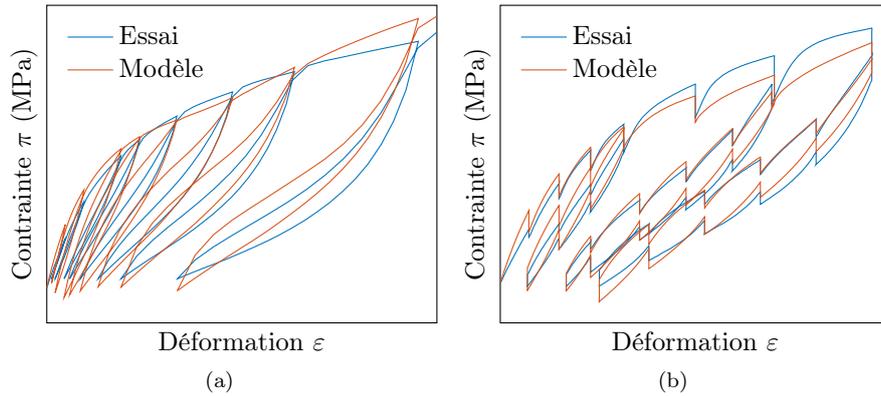


FIGURE 4.15 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction (a) cyclé et (b) cyclé interrompu

comportement final. La contribution de la seconde branche (viscoélastique) présente de fortes variations entre les phases de sollicitation et les phases de relaxation des contraintes. Une retour à contrainte nulle à la fin de chacune des phases de fluage peut être constaté. La troisième branche (viscoplastique avec écrouissage cinétique) est la seule responsable de la boucle d’hystérésis résiduelle. De plus, on constate que la contrainte au sein de cette branche varie peu lors des phases de fluage. Pour finir, on constate que à la fois la raideur mais aussi les déformations résiduelles de la première branche sont différentes de celles du modèle résultant, excluant des démarches a priori de détermination de paramètres comme effectué pour le modèle précédent (partie 4.1.5).

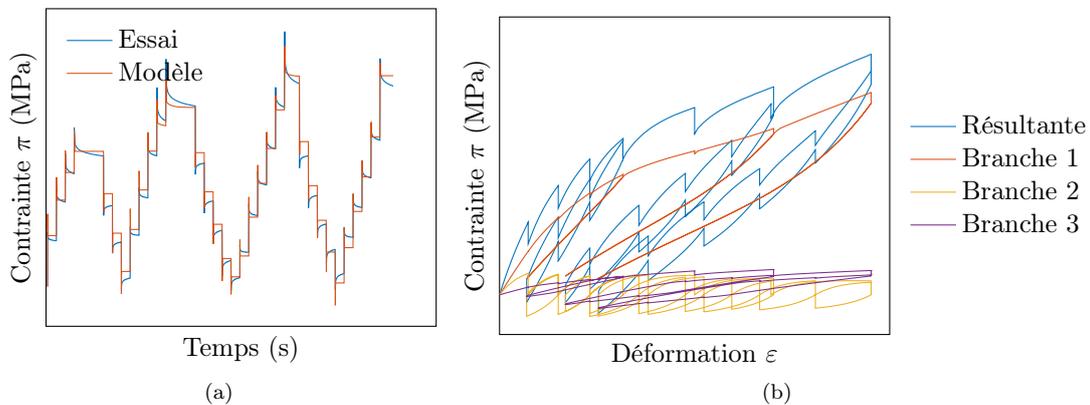


FIGURE 4.16 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d’un essai de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation. (a) Evolution de la contrainte au cours du temps. (b) Contributions des différentes branches du modèle.

L’évolution de la contrainte au cours du temps est tracée sur la figure 4.16a. Ainsi, il est possible de constater que la cinétique de diminution de la contrainte lors des phases de fluage est beaucoup plus rapide pour notre modèle que pour le matériau. Plus précisément, les deux courbes présentent des profils de décroissance similaires pendant les premières secondes. Ainsi, et contrairement au cas précédent, le processus d’identification des paramètres sur deux types d’essais différents a favorisé une cinétique d’évolution courte (permettant d’obtenir des boucles d’hystérésis dans le

cas de l'essai cyclé) et échoue à capter les effets visqueux d'une durée de plus de quelques secondes. Ceci permet d'expliquer l'augmentation de l'écart entre le comportement du matériau et le modèle pour l'essai de traction cyclé (figure 4.15a).

### Résultats sur d'autres types d'essais

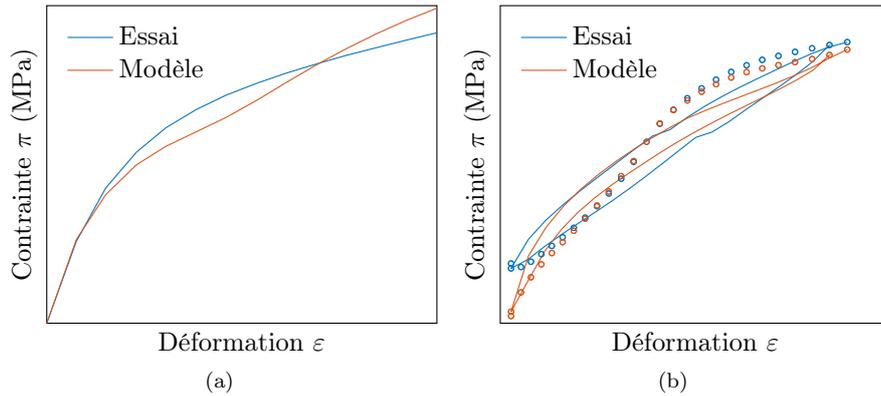


FIGURE 4.17 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d'un essai (a) de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation et (b) de traction-compression alternée (représentation tronquée)

De même que précédemment, on compare les résultats du modèle à ceux d'un essai de traction (figure 4.17a) et d'un essai de traction-compression alterné (figure 4.17b, représentation tronquée). Dans le cas de l'essai de traction (figure 4.17a), les résultats obtenus par le modèle, bien que proche de ceux de l'essai, ne coïncident pas toutefois. Sur la plage de déformations correspondant à l'utilisation des soufflets (de 0 à XX %) les résultats obtenus sont satisfaisants.

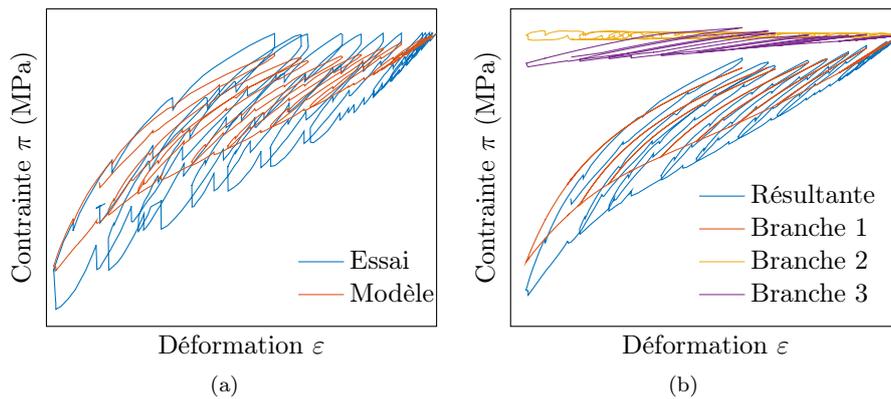


FIGURE 4.18 – (a) Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d'un essai de traction cyclé interrompu par des phases de relaxation et (b) Contributions des différentes branches du modèle

Dans le cas de l'essai cyclé de traction-compression alterné (figure 4.17b), un faible écart est constaté pour les extrema des différents cycles. Les écarts observés en compression peuvent de plus être dus au flambement de l'éprouvette lors de l'essai pour des déformations supérieures à

XX %. Le modèle permet de retrouver une forme de boucle d'hystérésis proche de celle de l'essai mais avec une aire toutefois plus faible. Ceci peut être lié à l'absence de phénomène visqueux avec un temps caractéristique dépassant les quelques secondes comme évoqué précédemment.

Pour finir, la comparaison de la réponse de cette seconde version du modèle avec les résultats de l'essai ayant servi pour la première identification est présentée sur la figure 4.18a. La contribution des différentes branches rhéologiques à la réponse globale du modèle est présentée sur la figure 4.18b. Il est ainsi possible de constater que la contribution de la branche viscoélastique est très faible comparée aux deux autres et comparée à ce qui avait été obtenu pour l'autre essai cyclé-interrompu présenté précédemment (figure 4.16b). Cette constatation rejoint les remarques précédemment faites sur l'absence dans le modèle de phénomène visqueux avec des temps caractéristiques supérieurs à quelques secondes.

#### 4.2.12 Conclusion

Cette partie a abouti à la proposition d'un modèle hyperélastique, viscoplastique (isotrope et cinématique), endommageable composé de trois branches rhéologiques en parallèle. Une première identification des paramètres a permis de montrer que le modèle proposé permettait de reproduire les principales caractéristiques du comportement du matériau : hyperélasticité, plasticité, endommagement, effets visqueux. Toutefois, le choix de paramètre obtenu ne permettait pas de reproduire des phénomènes avec des cinétiques courtes, comme illustré à l'aide d'un essai de traction cyclé. Une seconde version de ce modèle, simplifié afin d'en diminuer le nombre de paramètres, a donc été proposée. Grâce à une nouvelle stratégie d'identification il a été possible d'obtenir des résultats permettant de représenter fidèlement le comportement du matériau à la fois pour un essai de traction cyclé et un essai de traction cyclé interrompu. Les résultats obtenus sont de plus satisfaisant pour des essais de traction monotone et des essais cyclés alternés traction-compression.

Le modèle obtenu présente toutefois la lacune de ne posséder aucun phénomène visqueux avec un temps caractéristique supérieur à quelques secondes, contrairement au matériau. Ainsi il est possible de constater un écart croissant au cours du temps entre les résultats du modèle et ce de l'essai. Afin de remédier à ce problème, il est possible d'envisager d'ajouter au modèle des branches rhéologiques viscoélastiques en parallèle, comme effectué par de nombreux auteurs [53, 204, 216].

Pour finir, la stratégie d'identification des paramètres présentée dans la partie 4.2.10 est basée sur l'utilisation de deux types d'essai décomposés en ensemble de points d'importance égale. Toutefois les résultats obtenus dépendent encore du jeu de paramètre initialement choisi pour l'algorithme de minimisation de l'erreur. Ainsi cette procédure d'identification doit encore être améliorée et perfectionnée. Pour ce faire il est nécessaire de séparer les contributions des trois branches afin de pouvoir identifier séparément leur comportement. Pour cela, on peut d'abord constater que le comportement hystérétique limite en fin de relaxation lors des cycles provient exclusivement de la troisième branche (viscoélastique-plastique avec écrouissage isotrope et cinématique). De plus, comme seules des viscosités linéaires ont été utilisées pour le modèle, on peut tenter de décomposer la relaxation des contraintes mesurée lors de l'essai comme une somme de plusieurs exponentielles avec des temps caractéristiques distincts. Pour finir, en fin de phase de relaxation seules la première branche (hyperélastique endommageable avec de la viscoplasticité isotrope) et la troisième (viscoélastique-plastique avec écrouissage isotrope et cinématique) contribuent au

comportement. Ainsi ces trois conditions peuvent être utilisées pour identifier a priori certains paramètres, certaines relations entre les paramètres ou du moins des ordres de grandeurs.

### 4.3 Résultats obtenus après implémentation dans un logiciel éléments finis

#### 4.3.1 Validation dans le cas d'un seul élément

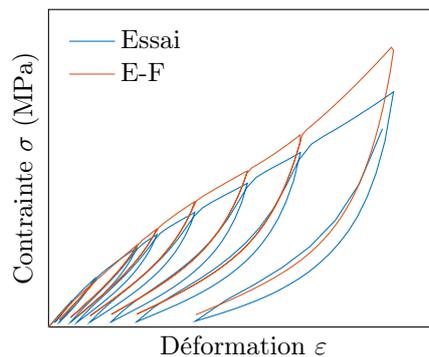


FIGURE 4.19 – Comparaison des résultats expérimentaux et de ceux du modèle dans le cas d'un essai alterné traction-compression

Le premier modèle (phénoménologique sans viscosité) est implémenté dans le code commercial Abaqus faisant de la résolution de problèmes par la méthode des éléments finis. L'implémentation se fait au travers de l'écriture d'une loi UMAT (pour User-Material) codée en Fortran 90.

Un premier test de validation est réalisé sur un seul élément cubique composé de fonctions d'interpolation linéaires (C3D8H). Une formulation hybride basée sur une décomposition déviatorique-volumétrique est utilisée. Le champ de pression est constant au sein de cet élément. Pour finir, une intégration complète (8 points de Gauss) est réalisée.

Cet élément est sollicité en traction cyclée, la comparaison entre les résultats d'essai et les résultats obtenus sont présentés sur la figure 4.19. On constate que la solution numérique permet de représenter correctement les résultats de l'essai.

#### 4.3.2 Comparaison avec les résultats en torsion

Dans un second temps, le modèle est testé sur l'essai de torsion alterné, présenté précédemment dans la partie 2.5.4. Pour rappel l'essai est réalisé sur une éprouvette de type HA <sup>(1)</sup>.

##### Maillage

Cette géométrie est maillée à l'aide d'éléments hexaédriques avec des fonctions d'interpolation quadratiques (C3D20). Comme précédemment, une formulation hybride est utilisée et la pression est constante au sein de cet élément. Une intégration complète sur les 27 points de Gauss de l'élément est choisie.

(1). Eprouvette Haltère Axisymétrique avec un diamètre de 9.2 mm et un longueur utile de 9.2 mm

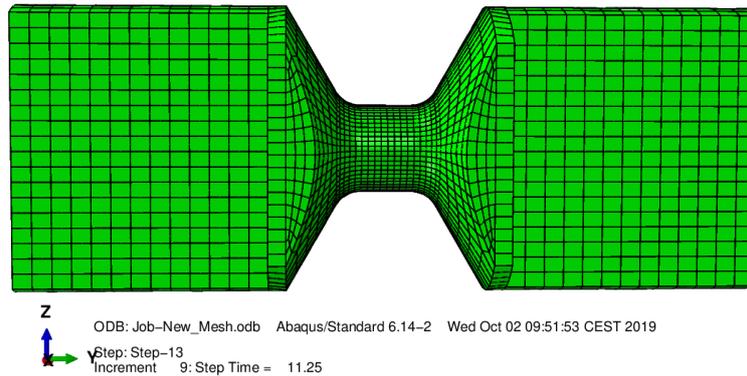


FIGURE 4.20 – Maillage de l'éprouvette AH.

Les parties mortes de l'éprouvette sont maillées avec des éléments de taille 2 mm. La partie centrale (ou zone utile) de l'éprouvette est maillée avec des éléments de taille 0.7 mm. Des éléments d'une taille moyenne de 1 mm permettent de faire la jonction entre ces deux parties. Le maillage obtenu est présenté sur la figure 4.20. Il est composé de 54077 noeuds et 12080 éléments.

### Conditions aux limites

Une liaison encastrement est utilisée pour les des deux surfaces planes d'une des partie morte de l'éprouvette. Les deux surfaces planes de l'autre partie morte sont reliées à un point de référence sur l'axe de l'éprouvette et lui-même soumis à une consigne en angle autour de l'axe Y avec tous les autres degrés de liberté bloqués. Cela permet de modéliser respectivement la prise de l'éprouvette dans le mors fixe et dans le mors mobile. L'angle de torsion évolue de manière alternée entre  $+\theta_0$  et  $-\theta_0$  avec  $\theta_0 \in [10^\circ, 37.5^\circ, 67.5^\circ]$ .

### Résultats

Des illustrations des résultats obtenus par la méthode des éléments finis pour la contrainte de Von Mises sont présentés sur la figure 4.21. La comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats du modèle se fait au travers de la valeur du couple de torsion et de la force axiale de l'éprouvette. Les résultats sont présentés pour cycles avec des amplitudes angulaire différentes sur les figures 4.22 et 4.23. La réponse tracée est obtenue à la suite d'un premier cycle nécessaire à l'accommodation des phénomènes de plasticité et d'endommagement.

Dans le cas des petits angles tels que sur les figures 4.22a et 4.22b, on observe peu d'écart entre les résultats obtenus par simulation et par essai. Dans un cas avec des amplitudes angulaires plus grandes (figures 4.23a), un écart plus important entre la simulation et le modèle est observé. Plus précisément, les déformations résiduelles obtenues sont similaire et l'erreur est principalement commise pour la raideur du matériau.

L'étude de la force de réaction axiale du matériau, représentée sur la figure 4.23b, semble indiquer une évolution de la contrainte de compression à angle nul au cours des cycles dans le cas de l'essai. Cette tendance n'est pas retrouvée dans la simulation. Cet écart peut être expliqué soit par des effets plastiques structuraux que l'on ne retrouve pas avec le modèle, soit par un déplacement longitudinal de la traverse au cours de l'essai.

### Surcoût du modèle en temps CPU

Afin d'estimer le surcoût CPU découlant de la prise en compte de l'endommagement et de la plasticité, on compare le temps de calcul entre le modèle proposé et un modèle Néo-Hookéen (NH). Ces deux modèles ont été implémentés dans les lois externes de type UMAT. A titre informatif, on comparera aussi avec le temps du modèle hyperélastique Néo-hookéen interne au logiciel Abaqus. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.4.

	NH interne	NH UMAT	Modèle proposé
Temps total de calcul	9831 s	30345 s	18782 s
Nombre total d'itération	313	712	413
Temps moyen par itération	31.4 s	42.62 s	45.5 s
Temps moyen par point de Gauss	$9.62e^{-5}$ s	$1.39e^{-4}$ s	$1.31e^{-4}$ s

TABLEAU 4.4 – Etude de l'influence de la prise en compte des phénomènes de plasticité et d'endommagement sur le temps de calcul. Comparaison avec le temps mis par un modèle hyperélastique de type Néo-Hookéen interne au logiciel et implémenté dans une UMAT.

La loi hyper-élastique-plastique endommageable implémentée par nos soins a pour conséquence une augmentation du temps de calcul de XX % par rapport à une loi hyperélastique interne et de XXX % par rapport à une loi hyperélastique externe. Ainsi il semblerait que l'allongement du temps de calcul soit principalement dû à l'utilisation d'une loi matériau utilisateur externe au logiciel. Toutefois l'essai de torsion utilisé fait peu varier la variable interne de plasticité et il est possible que les écarts constatés soient plus importants pour des simulations plus complexes et nécessitant donc plus d'itérations avant la convergence de chaque pas de temps.

## 4.4 Conclusion

Afin de modéliser le comportement du matériau thermoplastique élastomère faisant l'objet de ces travaux, deux modèles phénoménologiques ont été proposés dans ce chapitre. Ces deux modèles de complexité croissante sont construits à l'aide des éléments rhéologiques et du formalisme présentés dans le chapitre II.

Le premier modèle avait pour objectif de reproduire les caractéristiques principales du comportement du matériau (forts allongements élastiques, déformations résiduelles et perte de raideur) sans prendre en compte l'effet de la vitesse de chargement. Ainsi nous avons proposé un modèle hyperélastique endommageable avec de la plasticité isotrope. Nous avons de plus présenté une méthode permettant l'identification de l'ensemble des 8 paramètres à partir d'un seul essai de traction cyclé. Les résultats obtenus permettent de simuler fidèlement les courbes de première charge ainsi que la perte de raideur et les déformations résiduelles dans le cas d'essais de traction monotone, cyclée et cyclée interrompue. Toutefois, dans le cas des essais alternés traction-compression, un écart entre le modèle et l'essai est constaté pour les chargements en compression et lors des phases de décharge. Cette différence est principalement due à l'absence de phénomène visqueux dans la modélisation. Ainsi, étant donné les bons résultats obtenus, ce modèle a été implémenté dans le cadre éléments finis et les premiers résultats obtenus sont encourageants.

Afin de prendre en compte la dépendance temporelle du comportement du matériau, un nouveau modèle phénoménologique est proposé. Celui-ci peut être vu comme une extension du précédent

avec la transformation de la plasticité en viscoplasticité et l'ajout de deux branches : l'une visco-élastique et l'autre viscoplastique avec un écrouissage cinématique. Une méthode d'identification des paramètres a été proposée ; celle-ci s'appuie sur une minimisation d'une fonction erreur entre les résultats du modèle et ceux de deux essais de traction, l'un cyclé et l'autre cyclé-interrompu. Les résultats obtenus sont très encourageants pour l'ensemble des cas étudiés (essai de traction monotone, alternance traction-compression, essai de traction cyclé-interrompu à une vitesse différente). Toutefois, ce modèle ne permet pas de représenter fidèlement les phénomènes visqueux du matériau ayant une cinétique de plus de quelques secondes. Ainsi les résultats peuvent être améliorés par l'ajout de branches rhéologiques viscoélastiques en parallèle du modèle proposé et ainsi pouvoir modéliser des phénomènes avec un temps caractéristique plus long. Une fois la forme définitive du modèle atteinte et le nombre correcte de branches choisies, le modèle phénoménologique avec prise en compte des effets visqueux sera implémenté dans un logiciel éléments finis commercial.

D'un point de vue plus concret, les deux modèles présentés dans cette partie peuvent avoir des applications distinctes pour la modélisation des soufflets en entreprise. Le premier, plus simple et ne prenant pas en compte la viscosité, peut être utilisé dans les phases de pré-dimensionnement nécessitant des calculs devant être effectués rapidement et pour lesquels une marge d'erreur dans les résultats peut être tolérée. Le second modèle serait quant à lui utilisé pour des calculs nécessitant plus de précision dans les résultats tels que ceux qui seront ensuite post-traités à l'aide d'un critère de fatigue.

D'un point de vue plus général, les deux modèles présentés dans ce chapitre sont purement phénoménologiques. Ainsi les différentes branches et les différents paramètres peuvent difficilement être reliés à des mécanismes et des grandeurs spécifiques au matériau. Par conséquent, l'étude d'un autre matériau ou d'autres conditions expérimentales (température, graisse) devront être faites via l'interpolation entre des jeux de paramètres identifiés sur des essais faits dans un grand nombre de configurations expérimentales. Il pourrait donc être pertinent d'essayer de proposer un modèle dont la constitution n'est pas justifiée par des arguments phénoménologiques mais par des arguments physiques. Ainsi, afin d'étudier l'influence de paramètres liés à la constitution du matériau (quantité de segments rigides, évolution de la structure cristalline, ...) il serait pertinent d'utiliser des grandeurs ayant une signification physique telles que le taux de cristallinité ou la fraction molaire de segments rigides. Cette approche pourrait permettre d'identifier et de modéliser des mécanismes tels que la fatigue mécanique ou le vieillissement qui seront étudiés dans la partie [III](#).

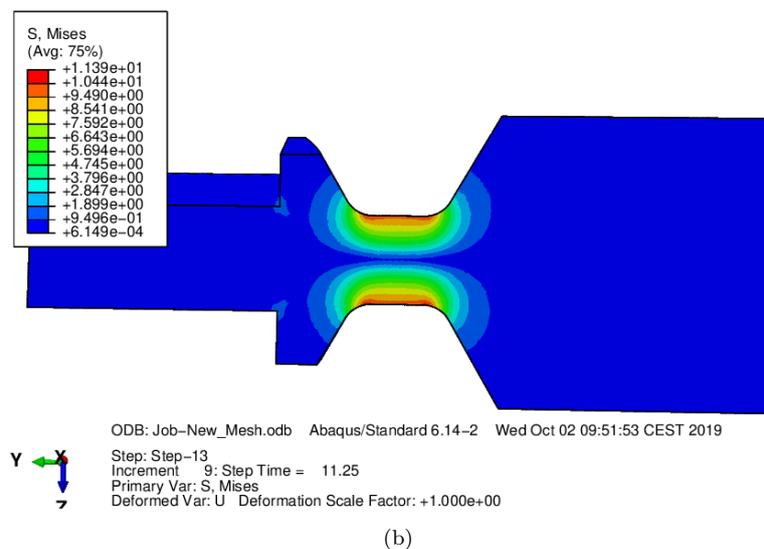
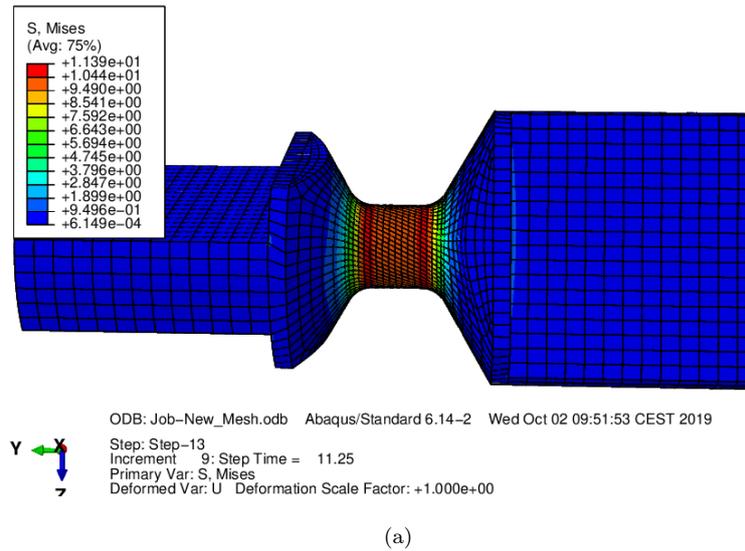


FIGURE 4.21 – Contrainte de Von Mises dans l'éprouvette pour un chargement de torsion avec un angle de  $60^\circ$ . (a) vue de la surface de l'éprouvette et (b) vue en coupe réalisée au milieu de l'éprouvette.

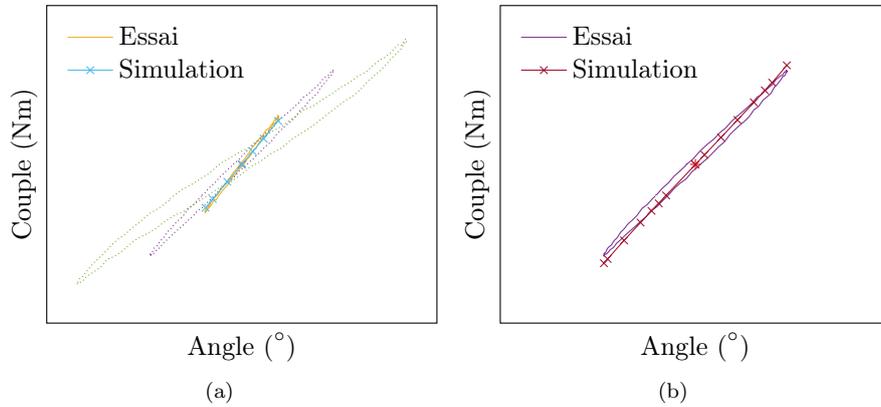


FIGURE 4.22 – Comparaison en l’essai et les résultats obtenus pour le couple mesuré lors d’un essai de torsion pour dans angles allant jusqu’à (a)  $10^\circ$  et (b)  $37.5^\circ$ . Les courbes d’essais pour les angles de  $37.5^\circ$  et  $67.5^\circ$ , sont présentés sur la figure (a) a titre indicatif.

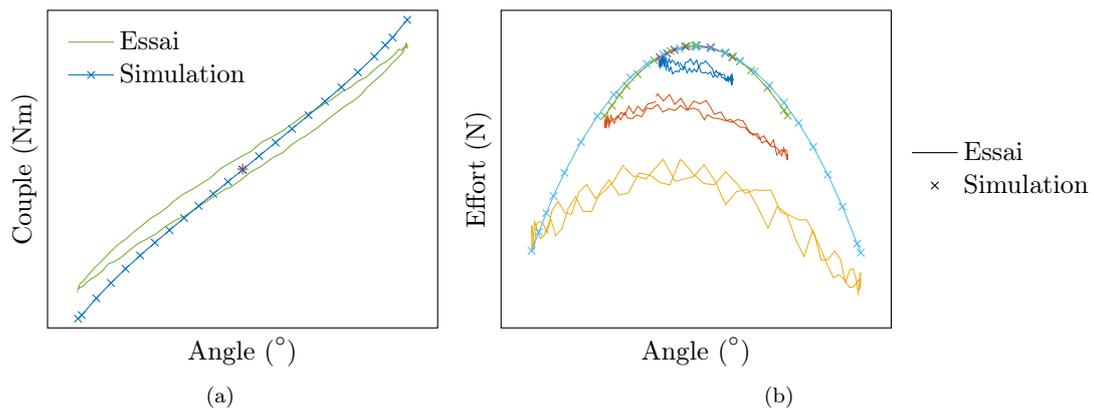


FIGURE 4.23 – (a) Comparaison en l’essai et les résultats obtenus pour le couple mesuré lors d’un essai de torsion pour dans angles allant jusqu’à  $67.5^\circ$ . (b) Comparaison de l’effort dans l’axe de l’éprouvette en fonction de l’angle de torsion.



Troisième partie

Etude de durabilité : vers la fatigue



# Chapitre 5

## Etude de la fatigue à grand nombre de cycle des TPE-E

**Résumé :** Ce chapitre présente les premiers travaux pour la détermination d'un critère de fatigue. Une courbe de Wöhler est construite et permet d'estimer la limite de fatigue du matériau pour un cas de chargement alterné à température constante. Ce résultat est ensuite comparé à ceux obtenus pour différents indicateurs d'une méthode rapide de détermination de la limite de fatigue. Trois d'entre eux (inflexion de la courbe de traction, plasticité et dérivée initiale de la température) permettent de trouver des résultats cohérents. Cette méthode est donc appliquée pour étudier l'influence du rapport de charge sur la durée de vie et permet de construire un premier critère de fatigue. Pour finir, l'influence de la température et du procédé de fabrication sont étudiés.

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>136</b>
<b>5.2</b>	<b>Bibliographie sur la fatigue des polymères</b>	<b>137</b>
5.2.1	Introduction	137
5.2.2	Fatigue des Caoutchoucs	137
5.2.3	Bibliographie sur la fatigue des polymères semi-cristallins	138
5.2.4	Fatigue des thermoplastiques	139
5.2.5	Conclusion	139
<b>5.3</b>	<b>Courbe de Wöhler du matériau</b>	<b>140</b>
5.3.1	Méthodes	140
5.3.2	Choix d'un critère de fin de vie	142
5.3.3	Courbe de Wöhler en déplacement	142
5.3.4	Conclusion	143
<b>5.4</b>	<b>Méthode rapide de détermination de la limite de fatigue</b>	<b>143</b>
5.4.1	Bibliographie	143
5.4.2	Approche proposée et méthode	146
5.4.3	Etude de différents indicateurs	148
5.4.4	Conclusion partielle	152

5.4.5	Résultats pour des éprouvettes diabolo . . . . .	156
5.4.6	Conclusion . . . . .	160
<b>5.5</b>	<b>Influence du ratio <math>R_{\epsilon^v}</math>, de la température et du procédé . . . . .</b>	<b>162</b>
5.5.1	Influence du ratio $R_{\epsilon}$ sur la durée de vie . . . . .	162
5.5.2	Influence de la température ambiante et du procédé . . . . .	163
<b>5.6</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>165</b>

## 5.1 Introduction

Comme expliqué dans la partie 1.1.6, Trelleborg boots s’engage sur la durabilité de ses soufflets et plus précisément sur la fonction d’étanchéité afin de maintenir la graisse dans les joints homocinétiques. Malgré cela, il est possible d’observer une rupture des soufflets sur les véhicules (figure 5.1a) ou sur lors d’essai sur banc (figure 5.1b).



FIGURE 5.1 – Exemple de soufflet rompu en fatigue (a) sur véhicule, (b) sur banc.

La majorité de ces ruptures sont la conséquence du phénomène de fatigue à grand nombre de cycle qui fait l’objet de cette partie. Afin de s’émanciper de la géométrie du soufflet comme paramètre, nous travaillerons sur des éprouvettes du même type que celles utilisées pour la caractérisation du comportement du matériau (partie 2.2). Cela permettra de construire un critère sur des grandeurs mécaniques facilement mesurables sur ce type d’éprouvettes. Ce critère pourra ensuite être comparé aux grandeurs mécaniques obtenues par la méthode des éléments finis pour le cas du soufflet.

Dans un premier temps, des essais de durabilité seront effectués. Concrètement, ces tests permettent de déterminer le nombre de cycle avant la rupture du matériau pour un chargement donné. La répétition de ces essais pour différentes amplitudes de chargement permet de construire une courbe de Wöhler. L’analyse de ce type de courbe (donnant le nombre de cycle à rupture en fonction de l’amplitude de chargement) montre que : en règle générale la durée de vie des éprouvettes augmente avec la diminution de l’amplitude de chargement jusqu’à une valeur en dessous de laquelle plus aucune rupture n’est observée. Cette valeur s’appelle la limite de fatigue ou la limite d’endurance.

La connaissance de cette valeur pour un grand nombre de cas de chargement permet la création

d'un critère de fatigue définissant la frontière du domaine d'endurance illimité. Ce critère multiaxial est l'objectif à long termes de ces travaux.

En pratique, le temps de réalisation d'une courbe de Wöhler est de l'ordre de plusieurs semaines à plusieurs mois. Afin de réduire cette durée, de nouvelles méthodes rapides de détermination de la limite de fatigue ont vu le jour. Par ces approches, le temps de détermination de la limite de fatigue est réduit à quelques heures. Ces méthodes s'appuient sur le suivi d'une grandeur dont un changement dans l'évolution correspond à l'apparition des mécanismes de fatigue. Dans le cas où cet indicateur n'a pas encore été identifié, au moins une courbe de Wöhler doit être construite pour servir de référence et valider les choix effectués.

Ainsi dans cette partie, après une introduction bibliographique sur la fatigue des polymères, une courbe de Wöhler sera construite pour un cas de chargement proche de celui constaté pour les soufflets. Les résultats obtenus seront ensuite comparés avec ceux de la méthode rapide de détermination de la limite de fatigue. Pour finir, l'influence du procédé et de la température d'essai sur la durée de vie seront étudiés.

## 5.2 Bibliographie sur la fatigue des polymères

### 5.2.1 Introduction

De même que pour les modèles de comportement, il n'existe pas (à notre connaissance) de bibliographie portant spécifiquement sur la fatigue des TPC. Toutefois, un grand nombre d'articles peuvent être trouvés sur la fatigue des caoutchoucs [139, 138, 199] et des Polyéthylènes de masse molaire très élevée [143] (UHMPE). Cette partie a pour objectif de résumer les résultats et les approches importantes pour chacun des deux matériaux. De plus, une synthèse sera faite des quelques articles spécifiques aux thermoplastiques élastomères.

### 5.2.2 Fatigue des Caoutchoucs

Ce résumé s'appuie sur les synthèses faites par Mars et Fameti en 2002 et 2004 et celle de Tee *et al.* en 2018 concernant la fatigue des caoutchoucs [139, 138, 199].

De manière générale, il n'existe pas à ce jour de critère universel de la fatigue aboutissant à la prévision d'une durée de vie d'un matériau. Une première raison résulte du processus multi-mécanismes de la fatigue : l'apparition des fissures (90 à 95% de la durée de vie) et la propagation jusqu'à la rupture. Une seconde raison est liée à la multiplicité des définitions possibles pour la fin de vie. Par exemple : dans le cas des soufflets, la rupture complète de la pièce peut être choisie comme critère. Toutefois, la fonction principale du soufflet est perdue dès lors qu'il n'est plus étanche et donc l'apparition de la première fissure traversant l'épaisseur semble être un indicateur plus approprié pour définir la fin de vie. En pratique, l'apparition de la première fissure visible à l'œil (ou à la caméra) sera un critère préférentiellement utilisé car plus aisé à déterminer. Toutefois cette approche présente l'inconvénient de posséder une grande part de subjectivité. Dans le cas où la fatigue à grand nombre de cycle est étudiée sur des éprouvettes pour lesquelles il est possible de mesurer les états mécaniques au cours du temps, on utilisera en général des critères basés sur la diminution de contrainte ou de raideur de la pièce. A ce titre, certains auteurs ont proposé

récemment d'utiliser la variation d'une grandeur définie à l'aide de la dérivée de la raideur au cours du temps [163].

De nombreux critères sont proposés pour la prédiction de la durée de vie en fatigue des pièces en caoutchouc. Nous ne nous intéresserons ici qu'aux critères liés à l'initiation des fissures. En effet, pour l'application voulue, la rupture complète n'est pas pertinente car l'existence de fissure suffit à faire perdre aux soufflets de joints homocinétiques leur étanchéité. Les critères existants peuvent être basés sur des indicateurs calculés à partir de grandeurs mécaniques comme la déformation, la contrainte, la densité d'énergie élastique, la densité d'énergie de fissuration ou une loi d'accumulation des dommages (de type Miner généralisé). Chacun d'eux est applicable pour des conditions particulières et aucun ne semble faire consensus à ce jour [168].

Des études sur les phénomènes de nucléation ont abouti à l'identification de plusieurs scénarii pour expliquer l'origine des phénomènes de fatigue. Ainsi il a été montré que l'initiation des fissures peut se faire :

- dans les vides laissés à l'intérieur de la matière lors de la mise en forme de l'éprouvette ;
- suite à la décohésion entre la matrice et des inclusions ou la rupture d'inclusions ;
- dans des cavités créées par la rupture de chaînes lors de sollicitations mécaniques ;
- à la proximité d'agglomérats (de silice, ...).

Le phénomène de nucléation est donc fortement lié à la taille et la densité de cavités présentes dans le matériau. Le Saux *et al.* [119] proposent d'ailleurs de coupler cette grandeur (mesurée à l'aide d'un tomographe) à l'élévation de température du matériau sollicité. Grâce à cette méthode et à quelques hypothèses supplémentaires, ils arrivent à tracer des courbes de Wöhler complètes du matériau assez fidèles à celles obtenues par la méthode traditionnelle. Cette approche a été complétée et simplifiée par la même équipe, constituant ainsi un protocole viable de la méthode d'auto-échauffement pour les caoutchoucs [141].

D'autre part, différents facteurs affectant la durée de vie des caoutchoucs ont été identifiés. Ainsi dans le cas des caoutchoucs naturels, la durée de vie est réduite pour des chargements alternés traction-compression ( $R=-1$ ) car le renforcement dû à la cristallisation ne peut pas intervenir. De même, la température (due à l'auto-échauffement ou aux conditions extérieures) ou la présence d'un environnement agressif (solvants ou présence de fluide pouvant être absorbé et induisant un gonflement du polymère) semblent avoir une forte influence sur la durée de vie.

### 5.2.3 Bibliographie sur la fatigue des polymères semi-cristallins

Cette partie présente un résumé établi à partir de la synthèse de Medel *et al.* [143] et des travaux A.Berrehili [20, 19], tous deux sur les UHMWPE (Polyéthylène de masse molaire très élevée). Ces matériaux présentent deux différences majeures comparativement aux caoutchoucs :

- ils possèdent une microstructure très différente à l'état initial ;
- ils possèdent des déformations résiduelles importantes.

Le premier point implique l'existence de mécanismes à l'origine de la fatigue pouvant être différents de ceux des caoutchoucs. En effet la présence de phase cristalline dans le polymère vient limiter la propagation des fissures sous extension et ainsi améliorer sa résistance. La propagation des fissures dans les polymères semi-cristallins est de plus associée à un réarrangement structurel du polymère (rupture des sphérulites, ...) [28, 173].

Le second point implique une différence de traitement des résultats pour prendre en compte les déformations résiduelles dans le critère de fatigue. Toutefois, les études faites sur les métaux peuvent difficilement être transposables à ce type de matériau possédant un comportement viscoélastique une fois la plasticité accommodée [197, 49]. A ce titre, certains auteurs proposent (dans le cas des polycarbonates ou PC) d'utiliser la grandeur de plasticité accumulée comme critère de fatigue du matériau [97].

De même que pour les caoutchoucs, la durée de vie des polymères semi-cristallins dépend :

- de la fréquence de chargement [20, 97, 212, 147] ;
- du type de chargement (forme, contrainte moyenne, amplitude, ...) [97, 44, 43, 108] ;
- de l'environnement (température, hygrométrie, ...) [28, 44, 147, 109].

Pour finir, les sollicitations alternées traction-compression ou compression-compression semblent être les cas où la résistance à la fatigue est la plus faible pour les matériaux semi-cristallins [19].

### 5.2.4 Fatigue des thermoplastiques

Il existe relativement peu de publications sur la fatigue des thermoplastiques élastomères. On peut d'abord citer un article de Mars [137] où il généralise le critère construit sur la densité d'énergie de fissuration qu'il avait proposé pour les caoutchoucs.

Une seconde série d'articles est écrite par M. El Fray [62, 63, 64] sur le comportement de copolymères thermoplastiques dans le cas de blocs d'amplitude de chargement incrémentale (pouvant être vu comme de la fatigue) en fonction de leur proportion en segments rigides et souples. Plusieurs conclusions peuvent être tirés de ces articles :

- lorsque le taux de segments rigides augmente, la raideur du matériau augmente ainsi que la taille des boucles d'hystérésis ;
- le temps caractéristique du fluage dynamique (définie comme l'évolution de la déformation maximale lors d'un essai cyclique piloté en contrainte) diminue lorsque la proportion de segments rigides augmente ;
- les matériaux possédant plus de segments rigides sont moins sensibles aux changements de température ou à un milieu extérieur fluide (avec possibilité d'absorption par le polymère).

A cause de leur positionnement intermédiaire entre les caoutchoucs et les métaux/polymères semi-cristallins, le comportement en fatigue des thermoplastiques élastomères reste très peu étudié à ce jour.

### 5.2.5 Conclusion

Une littérature fournie a pour sujet la fatigue des caoutchoucs et des polymères semi-cristallins. Pour ces deux familles de matériaux de nombreux phénomènes et mécanismes d'endommagement ont été identifiés. Ainsi il existe dans la littérature divers critères de fatigue multiaxiale dont la pertinence pourra être étudiée dans le cas des TPE-E, ces matériaux ayant fait l'objet de très peu de publications sur leur comportement en fatigue.

De manière analogue aux caoutchoucs et aux polymères semi-cristallins, la durée de vie des TPE-E doit sûrement être influencée par la température de l'essai, la présence de graisse et le type de cycle de chargement utilisé. L'objectif à long termes est donc la création d'un critère de fatigue prenant en compte ces trois paramètres. Dans le cadre de premiers travaux sur ce sujet, nous

proposons de restreindre la problématique à l'étude de l'influence de l'amplitude de chargement sur la durée de vie à forme de cycle, température et graisse fixées. Afin que les premiers résultats obtenus puissent rapidement être mis en relation avec la durée de vie de soufflet, nous travaillerons sur des éprouvettes toutes vieilles de manière identique selon le protocole de l'entreprise <sup>(1)</sup> et avec la même graisse. De même, nous travaillerons à 70 °C. Cette température a été choisie supérieure à la température ambiante pour accélérer la rupture des éprouvettes en fatigue par rapport à des essais à température ambiante. De plus, nous verrons dans la partie 6.3 que cette température permet de supposer l'absence de vieillissement chimique lié à la graisse et pouvant dégrader les propriétés du matériau. Les cycles sont de type sinusoïdaux à cause du pilotage de la machine décrite dans la section à venir.

## 5.3 Courbe de Wöhler du matériau

### 5.3.1 Méthodes

Les essais de caractérisation de la durée de vie en fatigue du matériau TPE de cette étude sont effectués sur des éprouvettes de type H8 extrudées <sup>(2)</sup>. Les éprouvettes sont conditionnées <sup>(3)</sup> avant l'essai suivant la procédure en vigueur chez Trelleborg boots.

La machine utilisée pour les essais de fatigue est présentée sur la figure 5.2 et de manière schématique sur la figure 5.2b. Les éprouvettes sont sollicitées grâce au mouvement de translation de la pièce 2. Ce mouvement est obtenu à l'aide d'un système bielle-manivelle actionné par un moteur électrique. Son amplitude dépend de la longueur de la pièce colorée en orange, appelée excentrique. Cette pièce, fixée au rotor du moteur, est obtenue par usinage. Plusieurs excentriques ont été fabriqués, permettant un choix discret de l'amplitude de déplacement de la pièce 2 parmi les valeurs suivantes :  $\pm 5$  mm,  $\pm 7.5$  mm,  $\pm 10$  mm,  $\pm 12.5$  mm et  $\pm 15$  mm.

La pièce 1 est fixée pendant l'essai mais sa position peut être modifiée à l'arrêt afin d'ajuster l'écartement initial avec la pièce 2. Les essais effectués sont donc pilotés en déplacement avec une amplitude choisie manière discrète et une longueur moyenne de manière continue.

Les éprouvettes sont testées par groupe de six afin de tester la répétabilité. Elles sont maintenues grâce à des mors à serrage manuel. L'effort de chacune d'entre elles est mesuré par un capteur de force fixé à la pièce 1 et d'une capacité de 200N. D'après ce qui précède, elles sont donc soumises à des sollicitations cycliques et unidirectionnelles dans le sens de leur longueur. La fréquence de sollicitation  $f$  est identique à celle de rotation du moteur. La température  $T$  à l'intérieur de l'enceinte thermique est réglée grâce à un système d'asservissement. Les performances de ce banc de fatigue sont récapitulées dans le tableau 5.1.

Les résultats sont obtenus sous la forme d'un fichier texte contenant le numéro du dernier cycle ainsi que les efforts minimaux et maximaux mesurés au cours d'une période d'une durée 8 secondes. On définit  $d$  le déplacement de la pièce 2 sur le schéma 5.2b. Par convention, on considère que  $d = 0$  lorsque les éprouvettes ne sont soumises à aucun effort. On définit ensuite le rapport de

---

(1). 7 jours immergées dans de la graisse et en étuve à 100 °C.

(2). Section 2 mm  $\times$  8 mm, longueur utile 40 mm, découpées à l'emporte pièce dans un octogone obtenu par extrusion-soufflage dans un moule.

(3). Les éprouvettes sont immergées dans la graisse 7 jours dans une étuve à 100 °C.

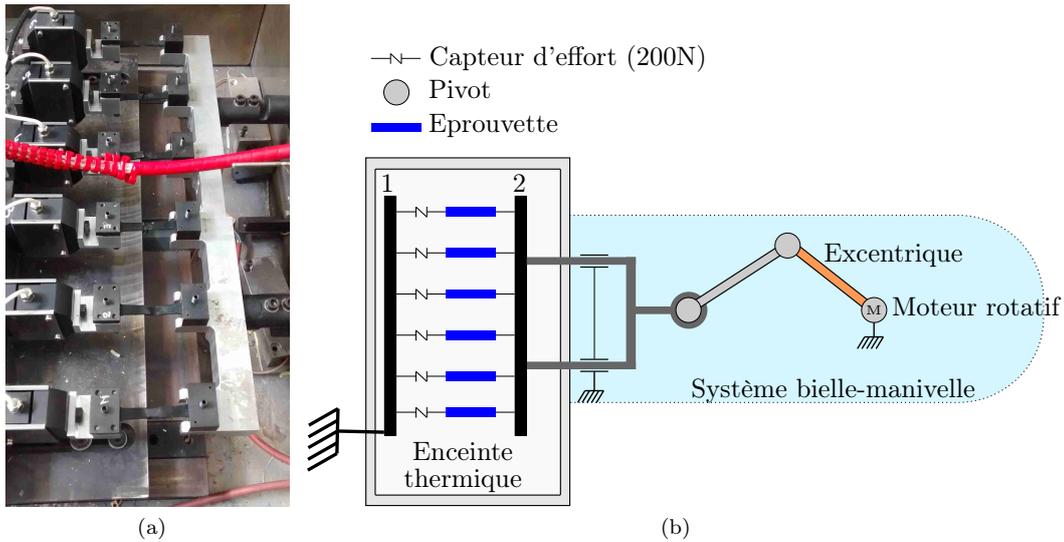


FIGURE 5.2 – (a) Photo et (b) représentation schématique de la machine de fatigue utilisée. Les pièces 1 (fixe) et 2 (mobile) correspondent aux deux traverses situées de part et d'autre de l'ensemble {Eprouvette, cellule de force} et sont colorées en noir.

Caractéristique	Valeur minimale	Valeur maximale
Température	20 °C	150 °C
Fréquence	0 Hz	15 Hz
Effort (1 éprouvette)	0 N	200 N
Amplitude de déplacement	0 mm	30 mm

TABLEAU 5.1 – Caractéristiques du banc d'essai

déplacement comme

$$R_d = d_{min}/d_{max} \quad (5.1)$$

et le déplacement moyen comme

$$\bar{d} = \frac{1}{2}(d_{max} + d_{min}) \quad (5.2)$$

Ainsi, un essai est entièrement caractérisé par le choix des quatre paramètres :  $\{\bar{d}, R_d, T, f\}$  ou de  $\{d_{max}, R_d, T, f\}$ .

Lorsqu'il n'est pas fait mention du contraire, les essais de cette partie sont réalisées dans les conditions estimées comme proches de celles vécues par le soufflet. Seule l'influence du déplacement maximal  $d_{max}$  sera étudié ici. Par conséquent le rapport de déplacement est imposé à -1 ( $R_d = -1$ ) pour tous les essais, la température ambiante est choisie à 70 °C et la fréquence de sollicitation à 5 Hz (fréquence maximale d'utilisation de la machine lorsque le plus grand des excentrique est utilisé).

Compte tenu de l'épaisseur des éprouvettes, le choix de  $R_d$  fait ici a pour conséquence l'apparition de flambement dans la phase où le déplacement est négatif, comme illustré sur la figure 5.3.



FIGURE 5.3 – Déformée de flexion l'éprouvette lors des phases en compression (déplacement négatif)

### 5.3.2 Choix d'un critère de fin de vie

Comme évoqué dans la partie 5.2.2, il n'existe pas de consensus sur la définition de la fin de vie d'une éprouvette. Nous choisissons de considérer l'approche proposée par Ostoja-Kuczynski *et al.* [163] basée sur la variation de raideur de l'éprouvette définie comme :

$$K(N) = \frac{F_{max}(N)}{d_{max}(N)} \quad (5.3)$$

avec  $N$  le nombre de cycle,  $F_{max}$  et  $d_{max}$  respectivement l'effort et le déplacement maximal mesurés au cours d'un cycle.

En supposant une loi d'évolution logarithmique, il vient :

$$K(N) = K_0 \log(N) + B \quad (5.4)$$

Soit en différentiant par rapport au nombre de cycle  $N$  :

$$\frac{dK}{dN} = \frac{K_0}{N} \quad (5.5)$$

On considère donc que la fin de vie est atteinte lorsque

$$\left| N \cdot \frac{dK}{dN} - K_0 \right| > C_0 \quad (5.6)$$

avec  $C_0$  une constante.

Les résultats de fin de vie obtenus par ce critère sont illustrés sur la figure 5.4.

### 5.3.3 Courbe de Wöhler en déplacement

La définition d'un critère de fin de vie permet de tracer la courbe de Wöhler du matériau dans les conditions d'essais étudiées. Les résultats sont présentés sur la figure 5.5. L'essai avec un excentrique de 12.5 mm a été arrêté prématurément, trois éprouvettes n'ayant pas atteint le critère de fin de vie. Toutefois un examen visuel a permis de valider l'amorçage de fissures de fatigue comme présenté sur la figure 5.6. Dans le cas de l'essai avec un excentrique de 10 mm, les 5 éprouvettes restantes ne présentent aucun signe de fissuration en surface. En considérant ces faits,

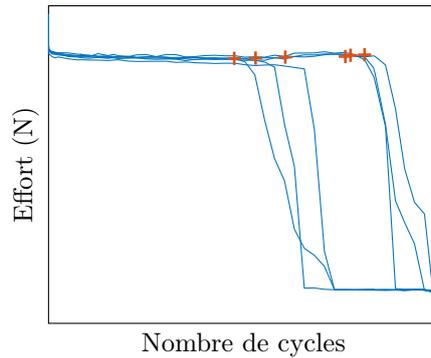


FIGURE 5.4 – Evolution de l'effort maximal de chacune des six éprouvettes testées en fonction du nombre de cycle pour un excentrique de 15 mm, à 70 °C avec des éprouvettes extrudées. Les croix représentent les fins de vie calculées par le critère de Ostoja-Kuczynski *et al.*[163]

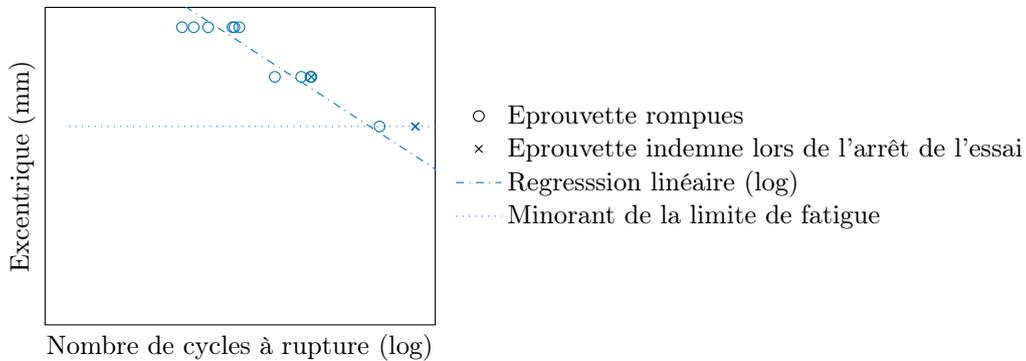


FIGURE 5.5 – Nombre de cycle à rupture en fonction de l'excentrique choisi pour des éprouvettes extrudées et une température ambiante de 70 °C

une modélisation de la courbe de Wöhler du matériau est proposée sous la forme de deux droites tracées sur la figure 5.5.

### 5.3.4 Conclusion

Les essais de fatigue ont été menés sur des éprouvettes H8 (obtenues par le procédé d'extrusion-soufflage et vieilles), à une fréquence de 5 Hz et une température de 70 °C. Dans ce cas, la limite de fatigue du matériau est atteinte pour une amplitude de déplacement comprise entre 10 mm et 12.5 mm.

La limite de fatigue obtenue sera utilisée comme référence et comparée aux résultats trouvés grâce à la méthode rapide de détermination de la limite de fatigue présentée dans la partie suivante.

## 5.4 Méthode rapide de détermination de la limite de fatigue

### 5.4.1 Bibliographie

Les courbes de Wöhler permettent, pour une sollicitation donnée de déterminer le nombre de cycle avant l'apparition de fissure dont la taille critique engendre la fin de vie de l'éprouvette. Le



FIGURE 5.6 – Faciès d’une des éprouvettes non rompue (selon le critère défini dans la partie 5.3.2) au moment de l’arrêt de l’essai avec un excentrique de 12.5 mm et une température ambiante de 70 °C

résultat obtenu est donc binaire : pour un chargement connu et au bout de N cycles, l’éprouvette est/n’est pas en fin de vie. Cette approche ne s’intéresse donc pas à l’évolution de mécanismes internes mais uniquement à un résultat final.

D’un point de vue physique, la fatigue est expliquée par la création et la propagation de fissures microscopiques dans le matériau. La compréhension des résultats obtenus peut donc être améliorée à l’aide d’essais cyclés pour lesquels la quantité et la taille des fissures auraient été suivis in-situ en fonction du nombre de cycle [119]. Cette approche nécessitant des moyens expérimentaux conséquents (tomographe, ...), des méthodes indirectes ont été développées. Celles-ci se concentrent non plus sur la caractérisation des fissures mais sur la conséquence de leur présence.

Plus précisément, la création d’une fissure ainsi que sa propagation dégagent de l’énergie sous forme thermique et diminuent la raideur de la structure (par diminution de sa section utile). De plus, la sollicitation mécanique du matériau peut entraîner des frottements entre les bords libres des fissures nouvellement créés, dissipant de l’énergie sous forme de chaleur. Les mécanismes précédemment cités étant irréversibles, ils conduisent à un échauffement croissant de la pièce. La température de celle-ci peut de plus varier au cours d’un cycle à cause d’effet thermo-élastique (supposé réversible). Ainsi, dans le cas d’une pièce soumise à un chargement périodique, la mesure de la valeur de la température moyennée sur un cycle donnerait une image de la quantité de fissure créée et présente dans cette même pièce. Afin d’amplifier ce phénomène et ainsi faciliter sa mesure, il est possible de considérer l’élévation de la température après plusieurs cycles de chargement à amplitude constante. La mesure de l’élévation de la température doit ensuite être effectuée pour des blocs de différentes amplitudes afin de capturer l’évolution des mécanismes de fatigue en fonction de l’amplitude des cycles de chargement.

Pour ce faire, il semble possible de faire se succéder les blocs de chargement. Deux conditions sont toutefois à respecter : l’amplitude des blocs ne doit qu’augmenter et le temps entre deux blocs consécutifs doit être suffisant pour que la température de l’éprouvette redescende à température ambiante. Cette dernière précaution permet de découpler les mesures de température entre elles. Dans le cas d’un pilotage en déformation, la consigne et la réponse en température du matériau peuvent avoir les allures présentées sur la figure 5.7.

En mesurant cet auto-échauffement du matériau, on peut donc suivre de manière indirecte l’évo-

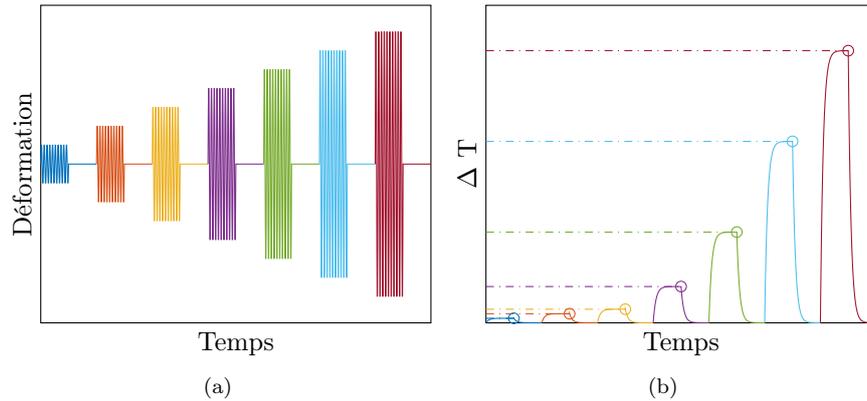


FIGURE 5.7 – Mise en place d’une méthode rapide de détermination de la limite de fatigue, (a) consigne en déplacement au cours du temps et (b) élévation de la température du matériau.

lution de la fissuration du matériau en fonction de l’amplitude du chargement imposé. Cette approche est connue sous le nom de méthode d’auto-échauffement et a donné de bons résultats pour les métaux [116, 69, 144, 47, 57] et les composites [166, 80, 153]. Dans ces deux cas, l’allure de la variation de la température au cours du temps est proche de celle présentée sur la figure 5.7b. Lorsque l’on trace la température à l’équilibre d’un bloc en fonction de l’amplitude de la consigne (la déformation ici), la courbe obtenue ressemble à celle présentée sur la figure 5.8. La limite de fatigue correspond au niveau de déformation où la rupture de pente est observée. Ce changement de comportement est associé à l’apparition des mécanismes de fatigue.

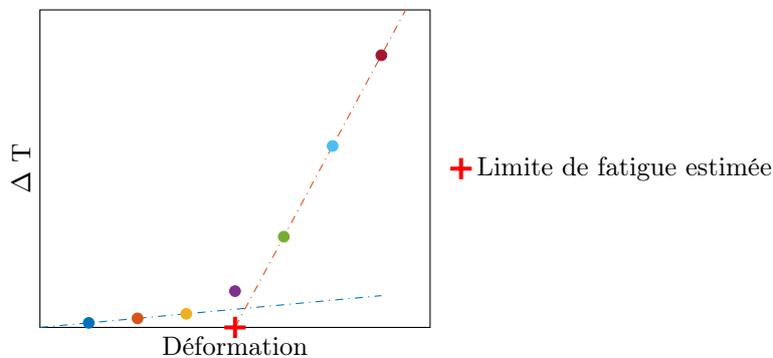


FIGURE 5.8 – Evolution de la température du matériau en fonction de la déformation maximale du cycle

Depuis quelques années, de nombreux travaux tentent d’appliquer cette approche aux polymères. Toutefois, à cause du comportement visqueux de ce type de matériau, la distinction des mécanismes dissipatifs agissant comme des sources de chaleur peut devenir complexe. Ainsi de nouveaux indicateurs à étudier ont été proposés :

- l’élévation de température [119, 141] ;
- la dérivée de l’élévation de la température [141] ;
- l’aire de boucles d’hystérésis [46] ;
- le fluage dynamique (évolution des états mécaniques extrémaux au fil des cycles)[62, 63] ;

- l'énergie non dissipée sous forme de chaleur [118];
- l'émission acoustique [105, 104].

Dans les cas des métaux, composites et caoutchoucs, la limite de fatigue se situe dans la zone d'élasticité macroscopique du matériau. Comme nous le verrons dans la suite, cette caractéristique n'est pas immédiatement transposable aux polymères semi-cristallins. Nous considérerons donc en plus les déformations résiduelles comme un indicateur à étudier.

Toutefois, l'étude de la fatigue par des méthodes rapides peut présenter quelques limites. D'un point de vue de la méthode, on peut se demander si la réponse du matériau obtenue après une succession de blocs d'amplitude croissante est similaire à celle d'un matériau n'ayant été soumis qu'à une unique amplitude de charge. Cela pose des questions sur l'équivalence entre les résultats des courbes de Wöhler et les résultats de ce type de méthode par bloc. D'autre part, Katunin [103] a montré pour des composites polymériques que l'élévation de température peut modifier le mécanisme pilotant le phénomène de fatigue. Ainsi les résultats obtenus par des méthodes d'auto-échauffement pourraient être faussées par ce type de biais. Ceci est d'autant plus vrai pour des matériaux polymères dont le comportement dépend fortement de la température.

Un autre point problématique de ce type de méthode est la détermination de la limite de fatigue estimée. Même dans le cas simple présenté sur la figure 5.8, on aurait pu être tenté de considérer que la limite de fatigue estimée correspond à la valeur de déformation où les deux courbes de tendance se croisent. Il aurait aussi été possible de choisir le premier point appartenant à la seconde courbe de tendance (point vert). Bien que ces trois valeurs soient relativement proches sur la figure 5.8, l'écart peut être bien plus important dans le cas où la rupture dans l'élévation de température est moins marquée. Ce processus de choix d'indicateur se complique un peu plus dans le cas où on peut observer plusieurs changements de pente [141, 80]. Plus généralement, les évolutions observées peuvent ne pas comporter de phase(s) clairement identifiable(s) comme linéaire(s) ou présenter des transitions entre plusieurs allures de comportement (exponentiel puis linéaire, etc.). De manière générale, un indicateur peut être considéré comme fiable lorsqu'il correspond à un seul mécanisme qui modifie l'évolution de l'indicateur de manière nette.

Ainsi, dans le cas où l'indicateur adapté n'est pas connu en amont, les résultats obtenus par ces méthodes rapides doivent donc être confrontés à ceux obtenus par des essais à amplitude constante afin de valider à la fois la méthode expérimentale et le choix de l'indicateur. Dans le cas inverse, c'est à dire où l'indicateur est connu et malgré les précautions citées précédemment, les résultats obtenus sont cohérents avec la limite de fatigue obtenue par des courbes de Wöhler [120] et permettent ainsi de réduire drastiquement le temps nécessaire pour déterminer cette valeur.

#### 5.4.2 Approche proposée et méthode

L'objectif de cette partie est donc la recherche d'un indicateur permettant de déterminer la limite de fatigue par une approche par bloc de taille incrémentale. Pour ce faire, nous allons comparer les résultats de différents indicateurs à la limite de fatigue (déterminée par la courbe de Wöhler présentée sur la figure 5.5).

Des essais sont réalisés sur une machine de fatigue électrique traction-torsion Instron E10000 bi-colonne. Le déplacement mesuré correspond à celui de la traverse. L'effort est mesuré à l'aide d'une cellule de force 1 kN/25 N·m. La machine de fatigue est équipée d'une enceinte thermique

à température régulée.

Afin de rendre possible la comparaison, nous choisissons les conditions expérimentales les plus proches de celles choisies pour la construction de la courbe de Wöhler. Plus précisément :

- le pilotage est fait en déplacement avec un rapport  $R_d = d_{min}/d_{max} = -1$  ;
- la température ambiante est fixée à 70 °C ;
- on utilise des éprouvettes H8 extrudées vieilles.

A cause des limitations de la machine, l'essai est effectué à 3 Hz (au lieu de 5 Hz). D'après les travaux de Janssen *et al.* [97] sur un certain nombre de thermoplastiques (PC, PMMA et HDPE) cela aura pour influence une augmentation de la durée de vie du matériau. Toutefois l'écart entre ces deux fréquences étant relativement faible, nous supposons que cela a une influence négligeable sur la limite d'endurance finale.

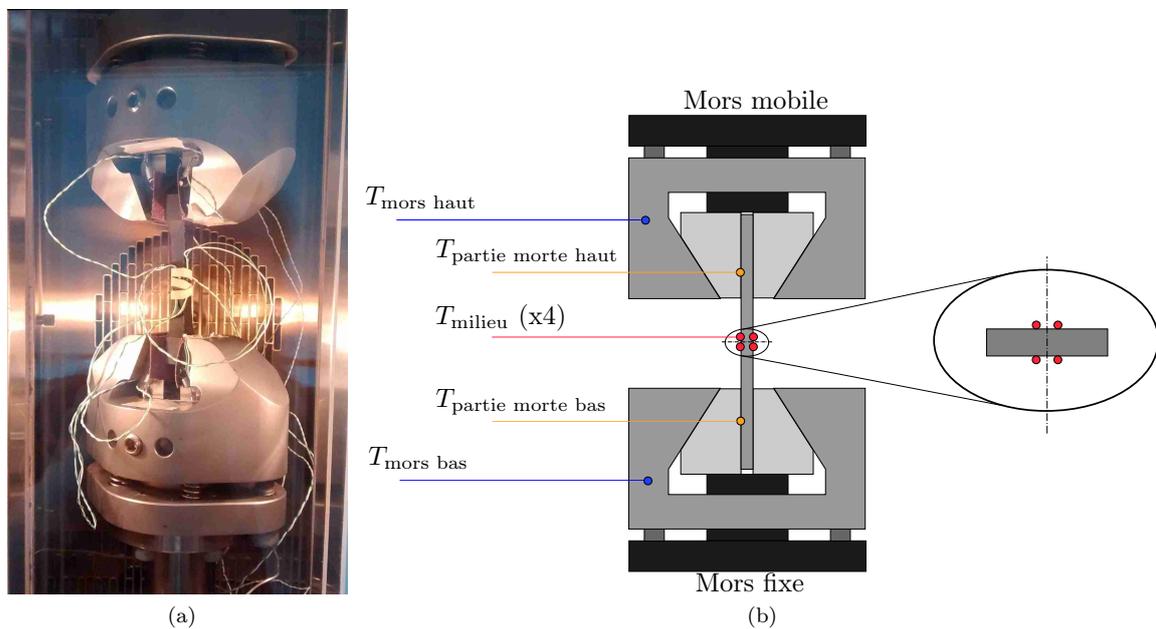


FIGURE 5.9 – (a) Montage pour les essais de détermination rapide de la limite de fatigue. (b) Schéma de principe et positionnement des thermocouples mesurant la température.

Afin de mettre en place une méthode de type auto-échauffement, la température est mesurée à l'aide de thermocouples de type K à une fréquence d'échantillonnage de 5 Hz. Les thermocouples sont fixés au centre de l'éprouvette à l'aide de ruban élastique en caoutchouc noué (mesure eulérienne de la température). D'autres mesures de température sont effectuées entre les mors et les parties mortes de l'éprouvette, sur les mors et dans l'air ambiant. Le montage final est présenté sur la figure 5.9a et la position des différents thermocouples sur le schéma sur la figure 5.9b.

Les blocs sont composés de 5000 cycles à amplitude de déplacement constante. Cette amplitude augmente de manière incrémentale d'un bloc de chargement à l'autre. Une pause de 20 minutes est effectuée entre deux blocs. Cette durée a été choisie suffisamment grande pour que la température de l'éprouvette redescende jusqu'à la température ambiante lors des phases de pause. Cela permet ainsi de décorrélérer l'échauffement de chacun des blocs. La consigne de chargement est représentée sur la figure 5.10a.

### 5.4.3 Etude de différents indicateurs

#### a- Introduction des indicateurs étudiés

Dans cette partie nous allons passer en revue divers indicateurs dont la plupart ont déjà été étudiés pour d'autres matériaux dans la littérature. Leur calcul et les motivations physiques ayant guidé ce choix seront de plus explicités. La mesure de certains indicateurs peut toutefois être perturbée par la présence de plusieurs mécanismes modifiant leurs évolutions. Par exemple pour le cas de la température stabilisée présentée dans la partie bibliographique 5.4.1, l'énergie dissipée sous forme de chaleur peut provenir de la création, du frottement et de la propagation des fissures de fatigue ou des effets visqueux du matériau. Il est donc possible que la dissipation visqueuse soit prépondérante et vienne masquer les dissipations liées aux phénomènes de fatigue. Ainsi nous allons étudier différents indicateurs dont le choix est motivé par des arguments physiques afin de déterminer lequel est/lesquels sont le(s) plus pertinent(s).

#### b- Remarque préliminaire

Nous tenons à expliciter les deux biais classiques que nous voulons éviter ici afin de nous en prémunir :

- le biais de confirmation et plus précisément la recherche biaisée d'information : nous savons quelle valeur chercher (obtenue grâce à la courbe de Wöhler), il est donc aisé de se convaincre que l'indicateur présente une particularité en ce point.
- l'effet cigogne ou "la corrélation n'implique pas la causalité" : il est possible que la valeur obtenue par l'indicateur coïncide avec la valeur cherchée mais que cela soit le fruit du hasard ou d'un autre phénomène.

De plus, l'absence de preuve n'étant pas la preuve de l'absence, les conclusions tirées sur la pertinence d'un indicateur ne sont pas absolues. Il est possible que les résultats obtenus diffèrent avec un autre choix de consigne. Par exemple, il est possible d'effectuer quelques cycles d'adaptation avant le bloc étudié afin d'éliminer les dissipations thermiques issues de la plasticité. On peut aussi se demander si l'état mécanique (extension, contrainte nulle, compression) pendant les phases d'attente peut avoir une influence.

#### c- Courbe Effort-déplacement

Comme présenté dans la partie 1.2, la réponse mécanique du matériau est l'image de l'évolution de sa microstructure sous contrainte. Or il a été vu dans la bibliographie que la présence de phase cristalline avait pour conséquence un renforcement du matériau et donc une augmentation de sa durée de vie en fatigue. Ainsi l'état de la microstructure en fonction de la contrainte peut-être une donnée pertinente à étudier. On profite donc de cette sous-section pour présenter les résultats de l'essai (constitué de cycles d'amplitude incrémentale) qui peuvent être vus comme un premier indicateur.

L'évolution du déplacement imposé et de l'effort au cours du temps sont représentés sur la figure 5.11. L'évolution du déplacement au cours du temps (figure 5.10a) permet de valider que la condition  $R_d = -1$  a bien été respectée. La réponse en effort (figure 5.10b) n'est pas symétrique par rapport à l'axe des abscisses à cause du flambement de l'éprouvette lorsqu'elle est mise en

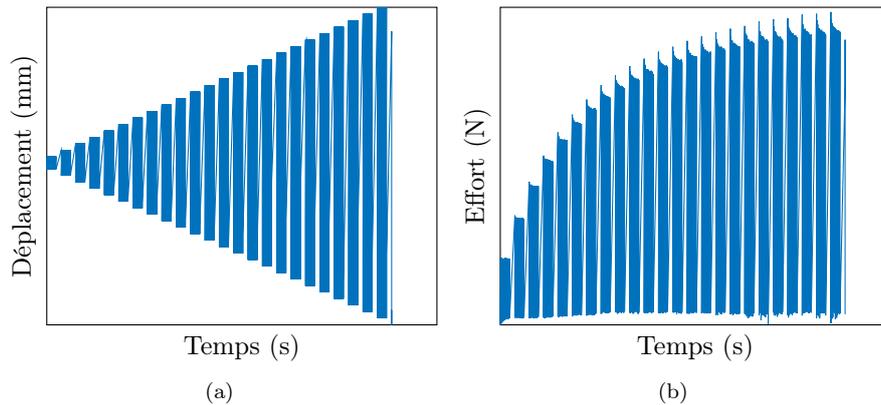


FIGURE 5.10 – (a) Evolution du déplacement (consigne) et (b) de l'effort au cours du temps.

compression. Le seul moyen d'obtenir les états mécaniques dans cette partie du cycle serait de procéder à des simulations par éléments finis. De plus, on constate que l'effort maximal diminue au fil des cycles d'un même bloc de chargement. Ce phénomène est connu sous le nom de fluage dynamique [62, 63] et sera étudié ultérieurement.

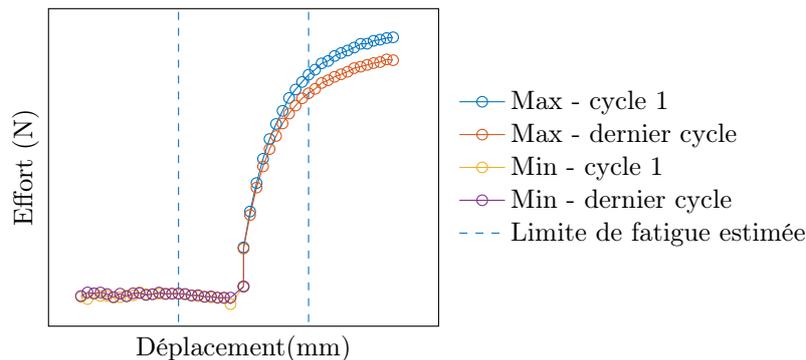


FIGURE 5.11 – Evolution des efforts extrêmes du premier et dernier cycle de chaque bloc de chargement en fonction du déplacement extrême.

Pour finir, il est possible de tracer l'évolution des efforts extrêmes du premier et dernier cycle de chaque bloc de chargement en fonction du déplacement extrême (figure 5.11). On trace de plus sur la même courbe la limite de fatigue obtenue par les essais de type Wöhler.

Comme évoqué précédemment, on observe un écart entre les efforts extrêmes du premier et du dernier cycle. Cette différence augmente avec l'amplitude de déplacement. D'autre part, la limite de fatigue semble correspondre à la zone de forte inflexion qui avait déjà été remarquée lors de l'étude des essais de traction. Toutefois, l'absence d'une nette rupture de pente ne permet pas de définir ce point de manière précise. Cet indicateur sera ré-étudié ultérieurement.

#### d- Mesure de la température

Le choix de l'évolution de la température stabilisée comme indicateur a déjà été discuté dans la partie 5.4.1 lors de la présentation de la méthode d'auto-échauffement utilisée pour les métaux et

les composites.

L'évolution de la température au centre de l'éprouvette au cours du temps est représentée sur la figure 5.12a. On constate que la température finit par se stabiliser pour chacun des bloc. D'autre part, le temps entre deux blocs permet bien un retour à l'équilibre thermique de l'éprouvette avec le milieu ambiant.

La température stabilisée au centre de l'éprouvette est tracée en fonction du déplacement maximal du bloc de chargement correspondant sur la figure 5.12b. On n'observe pas de rupture de pente nette dans l'évolution de l'élévation de la température dans la zone voulue. Un très léger décrochement est toutefois visible aux alentours de la limite de fatigue estimée mais celui-ci n'est pas retrouvé pour tous les essais réalisés pour assurer la répétabilité. Un changement de comportement peut-être observé pour un déplacement maximal de 5 mm mais cela est bien loin de la valeur de la limite de fatigue estimée.

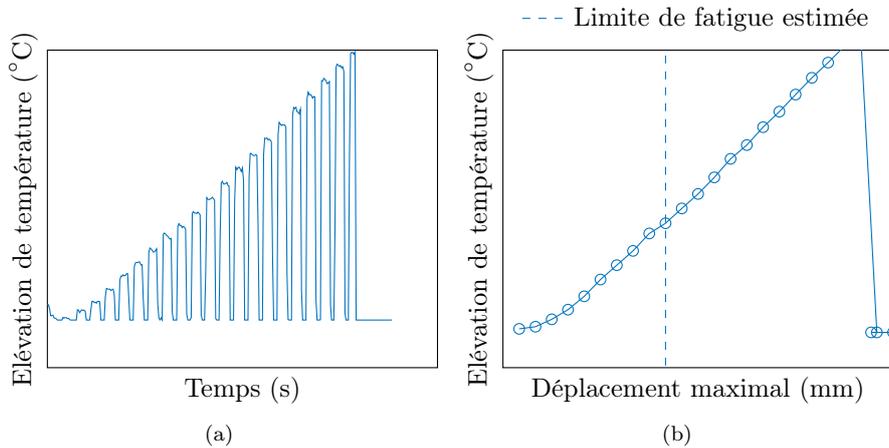


FIGURE 5.12 – Evolution de la température du centre de l'éprouvette en fonction (a) du temps et (b) du déplacement maximal du pas de charge

### e- Augmentation initiale de température

La méthode de la pente initiale ou méthode  $\dot{\theta}$  utilise comme indicateur la dérivée de la fonction température au cours des premiers cycles de chargement d'un bloc comme illustré sur la figure 5.13a. Cette méthode permet de négliger dans l'équation de la chaleur les termes de conduction (dont l'amplitude augmente en même temps que le différentiel de température avec l'extérieur) et de conserver uniquement les termes de création de chaleur. Les résultats obtenus pour les éprouvettes H8 sont présentés sur la figure 5.13b.

De même que pour la température, on observe un léger décrochement aux alentours de la limite de fatigue estimée mais celui-ci n'est pas retrouvé dans les essais de répétabilité. On n'observe donc pas de rupture de pente dans la zone de recherche pouvant suggérer l'apparition d'un nouveau phénomène lié à la fatigue.

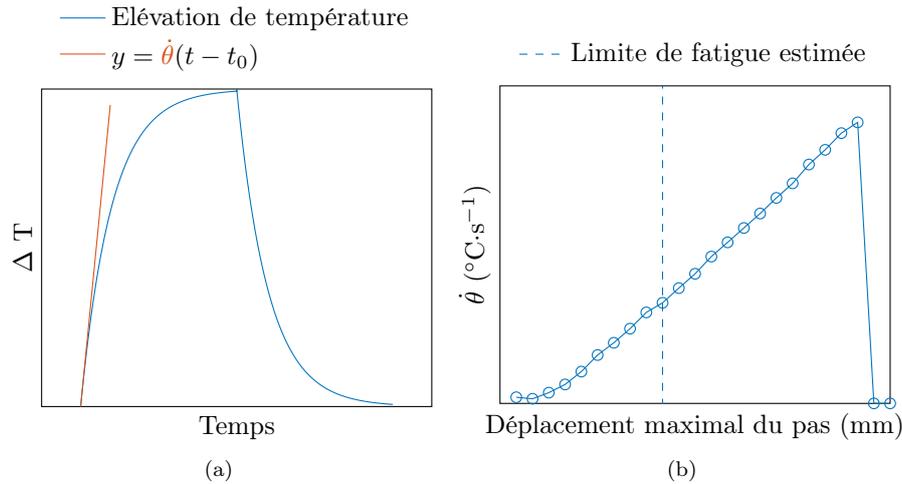


FIGURE 5.13 – (a) Définition de la grandeur  $\dot{\theta}$  et (b) évolution de la dérivée de la température au début du pas de chargement en fonction du déplacement maximal

#### f- Aire des boucles d’hystérésis

Il a été vu dans la partie 2.4.5 que le matériau présente un comportement hystérétique lorsqu’il est soumis à un chargement mécanique cyclique. Ainsi le chemin de charge est différent de celui de décharge. Dans le cas d’un cycle, on peut montrer que l’aire entre ces deux chemins correspond à l’énergie mécanique non récupérable. Cette grandeur sera appelée énergie résiduelle. Celle-ci peut être stockée dans le matériau ou dissipée sous forme de chaleur. Son évolution en fonction du déplacement maximal du bloc est tracée sur la figure 5.14a. Tout comme les deux indicateurs précédents, on ne constate pas de rupture de pente dans l’évolution de cette grandeur.

D’autre part, l’évolution de l’élévation de la température est tracée en fonction de l’énergie résiduelle du cycle sur la figure 5.14b. Une évolution quasi-proportionnelle de ces deux grandeurs peut être constatée, suggérant que la proportion d’énergie mécanique transformée en énergie thermique est identique entre les différents blocs.

#### g- Fluage dynamique

La définition du fluage dynamique a été présentée dans le paragraphe c sur la courbe Effort-Déplacement. Pour rappel, il s’agit de la décroissance de la contrainte maximale au fil des cycles de chargement. Les résultats obtenus sont normés en divisant l’évolution de l’effort au sein d’un bloc par la valeur du premier cycle de ce bloc. Les courbes obtenues sont présentées sur la figure 5.15a. Ainsi cet indicateur est étudié car il est l’image de l’évolution de la microstructure du matériau au fil des cycles. Une rupture dans l’évolution pourrait indiquer le dépassement d’une valeur seuil de “résistance” du matériau.

Ces résultats présentent un fort bruit de mesure ; celui-ci est la conséquence de l’alternance entre les phases de flexion et de tension de l’éprouvette. Le choc créé lors de la mise en tension fait vibrer le mors mobile de la machine de fatigue, ce qui perturbe fortement la mesure. L’amplitude de fluage en fonction du déplacement maximal du bloc est représenté sur la figure 5.15b.

Contrairement aux indicateurs étudiés précédemment, celui-ci présente deux comportements dis-

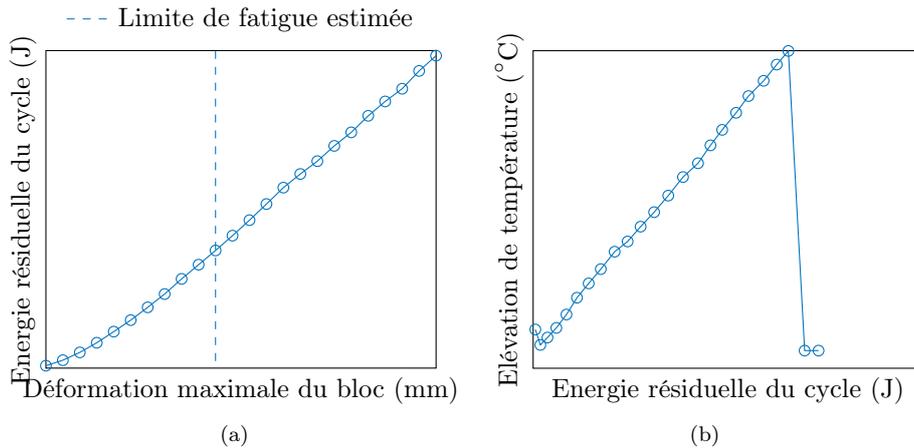


FIGURE 5.14 – (a) Evolution de l’aire de la boucle d’hystérésis en fonction du déplacement maximal du cycle. (b) Evolution de la température au centre de l’éprouvette en fonction de l’aire de la boucle d’hystérésis.

tincts de part et d’autre de la valeur estimée comme la limite de fatigue. Cet indicateur semble être le plus prometteur et sera réétudié dans la suite de ces travaux.

#### h- Plasticité

Le dernier indicateur étudié correspond à l’évolution de la déformation résiduelle (ou déformation à contrainte nulle) du matériau. Toutefois, à cause du caractère hystérétique du comportement du matériau, la déformation à contrainte nulle n’est pas unique dans un cycle et deux valeurs peuvent être mesurées : l’une lorsque le déplacement diminue, l’autre lorsqu’il augmente. On représente sur la figure 5.16 l’évolution de la moyenne de ces deux valeurs en fonction de la déformation maximale (a) et au fil des cycles (b). De même que précédemment, cet indicateur est l’image de l’accommodation du matériau à la contrainte, c’est à dire sa capacité à modifier sa microstructure. L’évolution de la plasticité en fonction de la déformation maximale du cycle ne permet pas de mettre en lumière l’apparition d’un quelconque mécanisme pouvant être lié à la fatigue. L’étude de la saturation de la déformation résiduelle au fil des cycles pour chaque bloc de chargement pourrait être un indicateur pertinent. Toutefois le bruit de mesure ne permet pas de déterminer précisément les points de cette évolution pour des déplacements supérieurs à 10 mm à cause du bruit de mesure évoqué dans le paragraphe g sur le fluage dynamique.

### 5.4.4 Conclusion partielle

#### Retour sur les différents indicateurs

L’étude des différents indicateurs proposés dans la littérature n’a pas permis d’en élire un de manière formelle. Le point d’inflexion de la courbe contrainte-déformation et le fluage dynamique semblent toutefois se distinguer. Néanmoins, il est possible de remettre en question le protocole expérimental proposé.

Par exemple, le choix de solliciter l’éprouvette en traction-flexion limite la zone concernée par l’apparition de fissures de fatigue à un domaine réduit. Il est possible que les effets soient trop minimes

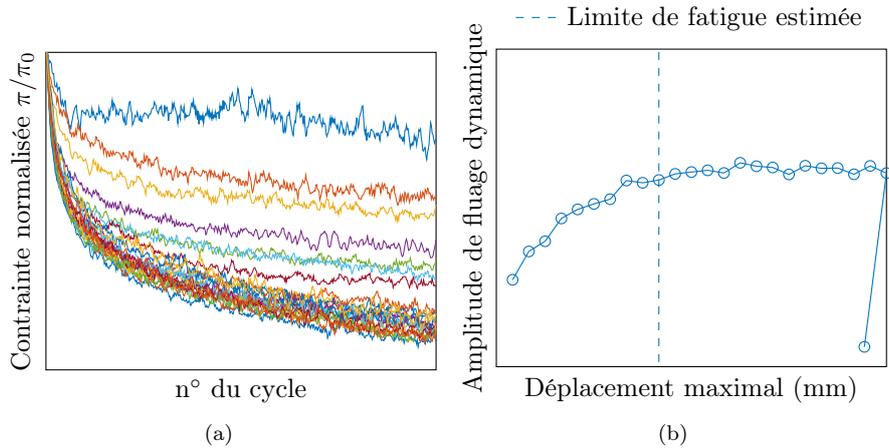


FIGURE 5.15 – (a) Evolution de la contrainte normalisée en fonction du nombre de cycle,  $\pi_0$  est la contrainte du premier cycle. (b) Evolution de l’amplitude du fluage dynamique normalisé ( $1 - \pi_{\text{dernier cycle}}/\pi_0$ ) en fonction du déplacement maximal imposé

ou trop localisés pour être représentatifs lors de mesures à l’échelle de l’éprouvette entière. Afin de remédier à ce point, une solution serait d’utiliser des éprouvettes dont la zone utile concernée par les mécanismes de fatigue est de dimensions conséquentes. Un état mécanique homogène dans cette zone permettrait en outre de faciliter l’analyse des résultats.

D’autre part, lors du premier cycle d’un nouveau bloc de chargement, on constate une forte augmentation du déplacement résiduel. Les dissipations liées à ce mécanismes peuvent venir cacher/perturber celles de la création/propagation de fissure de fatigue. Pour finir, il est possible que l’indicateur le plus pertinent n’ait pas encore été découvert.

### Nouvelle approche proposée

Parmi les remarques faites précédemment, nous avons choisi de nous concentrer sur le choix d’une nouvelle géométrie d’éprouvette. Ces travaux ont été menés en parallèle de ceux pour la modernisation du banc de fatigue de l’entreprise Trelleborg présenté dans la partie 5.3.1. La géométrie proposée doit donc être utilisable sur le nouveau banc dont les caractéristiques dépendent du choix de la géométrie de l’éprouvette. Les contraintes pour le choix de la géométrie étaient donc les suivantes :

- la longueur utile de l’éprouvette doit être la plus grande possible afin de diminuer l’erreur de mesure de la déformation ;
- l’effort maximal à rupture doit être inférieur à 2 kN ;
- l’éprouvette ne doit pas flamber en compression ;
- la section prise dans les mors doit être plus importante que celle de la section utile ;
- le post-traitement des essais de traction doit pouvoir être effectué sans utiliser de calcul par la méthode des élément-finis.

Ces travaux de conception et de validation de faisabilité ont été menés en collaboration avec le fournisseur de la matière. La géométrie finale proposée est présentée sur la figure 5.17. Ces développements n’ayant abouti qu’en fin de thèse, peu d’essais ont pu être réalisés sur ce type

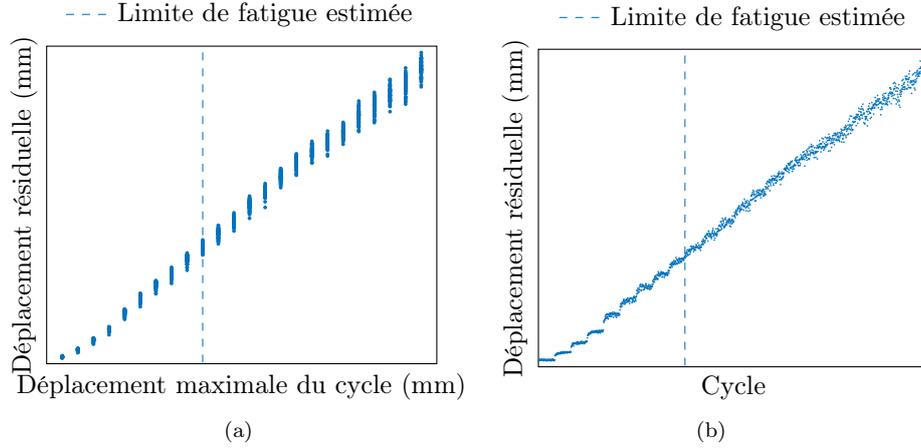


FIGURE 5.16 – (a) Evolution de la moyenne de la déformation résiduelle en fonction (a) de la déformation maximale du cycle et (b) du cycle. Pour (b), la limite de fatigue estimée tracée correspond à premier cycle du bloc pour lequel de déplacement maximal est 10 mm.

d'éprouvette.

Cette géométrie d'éprouvette présente plusieurs avantages qui vont être mis à profit dans la suite de ce chapitre. Premièrement, l'épaisseur de la zone centrale (zone utile) permet d'augmenter la contrainte d'apparition du flambement en compression. Contrairement aux éprouvettes H8, cela permet une mesure précise de l'effort en compression. Deuxièmement, les contraintes dans la zone centrale de l'éprouvette sont uniaxiales pour des chargements en traction-compression. Cela permet un post-traitement aisé des essais. Pour de futurs travaux, cette éprouvette permettra d'effectuer des essais de torsion et des essais multiaxiaux de traction-torsion.

### Équivalence entre les éprouvettes

La principale difficulté est désormais de déterminer une équivalence entre les deux éprouvettes afin de transposer les résultats obtenus par des essais de Wöhler à ceux des éprouvettes diabolos de fatigue. Cette équivalence est d'autant plus difficile à mettre en oeuvre que les essais effectués sur les éprouvettes lamelles (traction-flexion) ne permettent pas d'accéder immédiatement à l'état mécanique du centre de l'éprouvette. On fait donc l'hypothèse suivante : ( $\mathcal{H}_1$ ) la partie centrale de l'éprouvette H8 du côté en traction-compression est soumise à des déformations vraies élastiques (i.e. une fois la plasticité accommodée) alternées avec :

$$R_{\varepsilon_e^v} = \frac{\varepsilon_{e,\min}^v}{\varepsilon_{e,\max}^v} = -1$$

avec  $\varepsilon_e^v$  la déformation vraie élastique définie comme :

$$\varepsilon_e^v = \varepsilon^v - \varepsilon_p^v = \ln\left(\frac{d}{l_0}\right) - \ln\left(\frac{d_p}{l_0}\right) \quad (5.7)$$

Cette hypothèse permet de compenser la méconnaissance de l'état mécanique dans la phase de flambement par la connaissance de la déformation globale et de la déformation résiduelle de l'éprou-

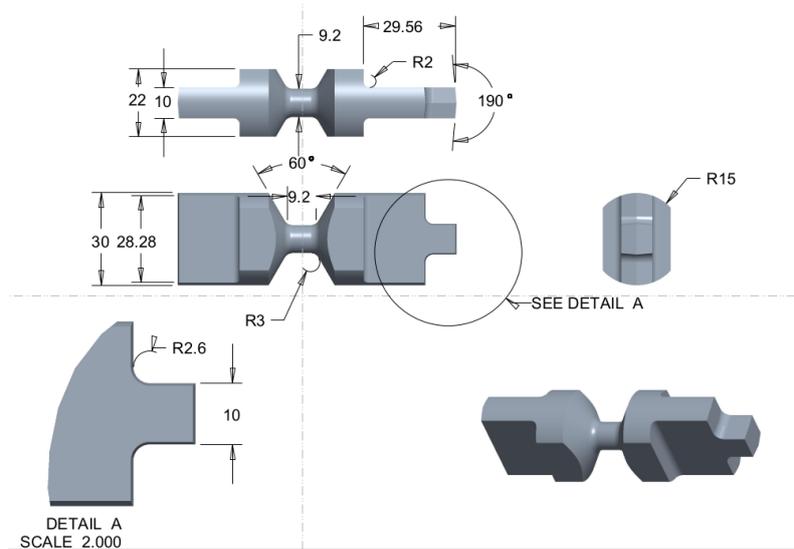


FIGURE 5.17 – Mise en plan de l'éprouvette de fatigue proposée

vette. Ainsi, en utilisant les données de la figure 5.16a, il est possible d'extraire pour le dernier cycle de chaque bloc la valeur du déplacement résiduel. Cette évolution est représentée sur la figure 5.18a.

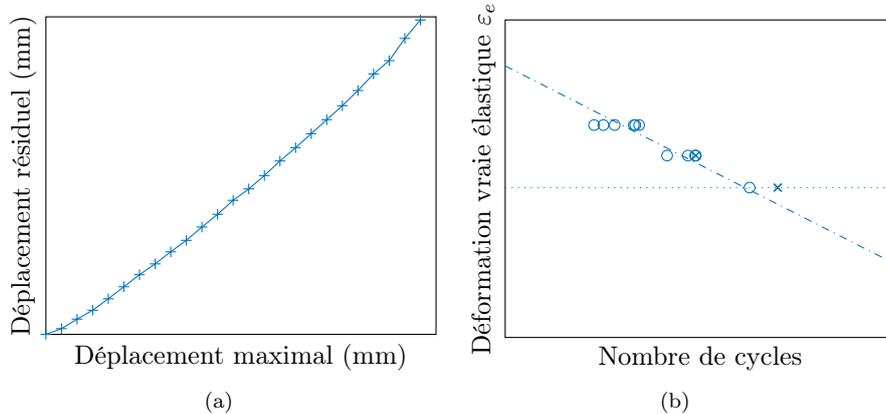


FIGURE 5.18 – (a) Evolution des du déplacement résiduel des éprouvettes H8 en fonction du déplacement maximal pour un essai stepwise. (b) Courbe de Wöhler en déformation vraie.

La courbe de Wöhler en déformation obtenue est tracée sur la figure 5.18b. La limite de fatigue est comprise entre XXXX % et XXXX % de déformation élastique vraie. Afin de comparer ce résultat à ceux obtenus par les éprouvettes diabolo, on tracera pour chacun des cas la limite de fatigue estimée à XX % de déformation vraie.

### 5.4.5 Résultats pour des éprouvettes diabolo

#### a- Méthode

Les essais sont effectués sur la machine Instron E10000 ayant déjà été présentée dans la partie 5.4.2 à la différence de la cellule de force, remplacée par une autre avec une capacité de 10 kN/250 N·m. Les essais sont pilotés en déplacement à une fréquence de 3 Hz (limite de fréquence de la machine pour l'amplitude maximale de déformation de l'essai). La consigne est déterminée de manière à avoir un ratio de déformation vraie :

$$R_{\varepsilon_v} = \frac{\varepsilon_{\min}^v}{\varepsilon_{\max}^v} = -1 \quad (5.8)$$

L'ensemble des résultats sera donné en déformation vraie ou contrainte vraie. Nous verrons plus loin que ce choix nous permet d'avoir de déformations résiduelles nulles ( $\varepsilon_p^v = 0$ ) à la fin d'un cycle et ainsi  $\varepsilon^v = \varepsilon_e^v$ .

De même que précédemment, on effectue des blocs de 5000 cycles, d'amplitude incrémentale et séparés par des pauses d'une durée de 20 minutes. La température est à nouveau mesurée à l'aide de thermocouples de type K maintenus à l'éprouvette par des bandes caoutchouc. La fréquence d'échantillonnage de la mesure de température est de 5 Hz. Tous les essais sont effectués à une température ambiante de 70 °C.

#### b- Courbe Effort-déplacement

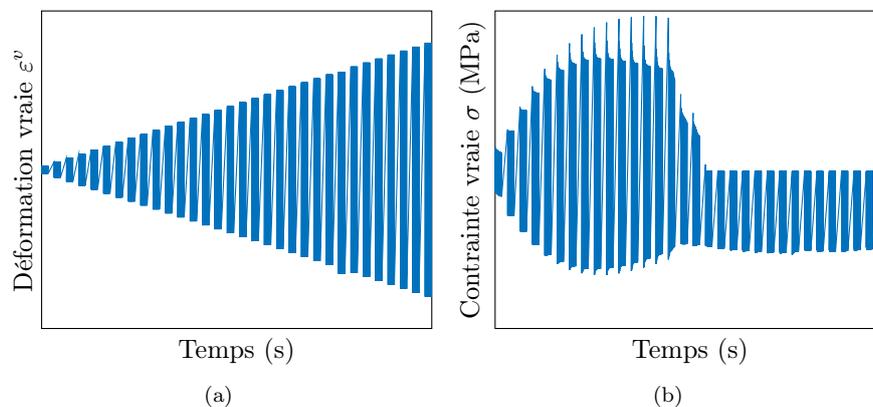


FIGURE 5.19 – (a) Evolution du déplacement (consigne) et (b) de la contrainte au cours du temps.

Conformément à l'équation 5.8, on observe bien la symétrie de la sollicitation en déformation entre les phases de traction et de compression sur la figure 5.19a. De même, l'étude de l'évolution de la contrainte au cours du temps sur la figure 5.19b permet de constater l'absence de flambement de l'éprouvette.

Toutefois, et contrairement aux éprouvettes H8, on observe la rupture de l'éprouvette diabolo au cours de l'essai. Cette rupture est d'autant plus nette sur la courbe contrainte vraie-déformation vraie tracée sur la figure 5.20. On peut y observer une différence importante entre la courbe de "première charge" reliant les états mécanique extrêmes des premiers cycles de chaque bloc et celle

reliant les derniers cycles. Dans le premier cas et en traction, la contrainte ne fait qu'augmenter jusqu'à la rupture. Dans le second, la contrainte passe par un maximum avant de chuter. Le point d'inversion en traction est estimé à XXXX % et en compression à -XXXX %.

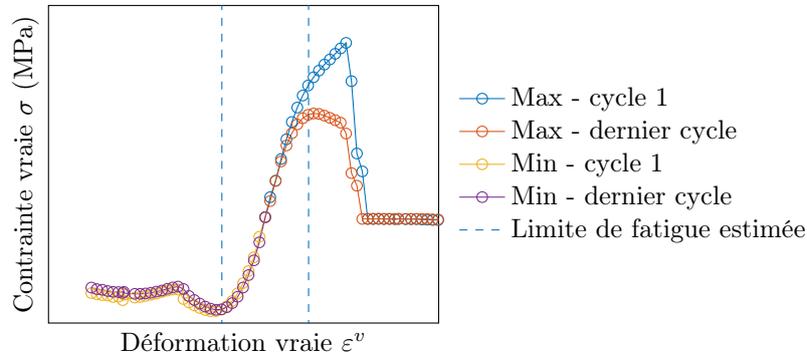


FIGURE 5.20 – Evolution des efforts extrémaux du premier et dernier cycle de chaque pas de charge en fonction du déplacement extrémal

Pour finir, on remarque que la différence des courbes du premier et du dernier cycle (correspondant à l'amplitude du fluage dynamique) est beaucoup plus importante en traction qu'en compression.

### c- Mesure de la température

L'évolution de la température de l'éprouvette au cours du temps est représentée sur la figure 5.21a. Comme précédemment, on peut constater que l'éprouvette retrouve un équilibre thermique avec le milieu ambiant entre chaque bloc de chargement. D'autre part, la mesure de la température de l'éprouvette cesse lors de sa rupture, les thermocouples n'étant plus en contact avec cette dernière.

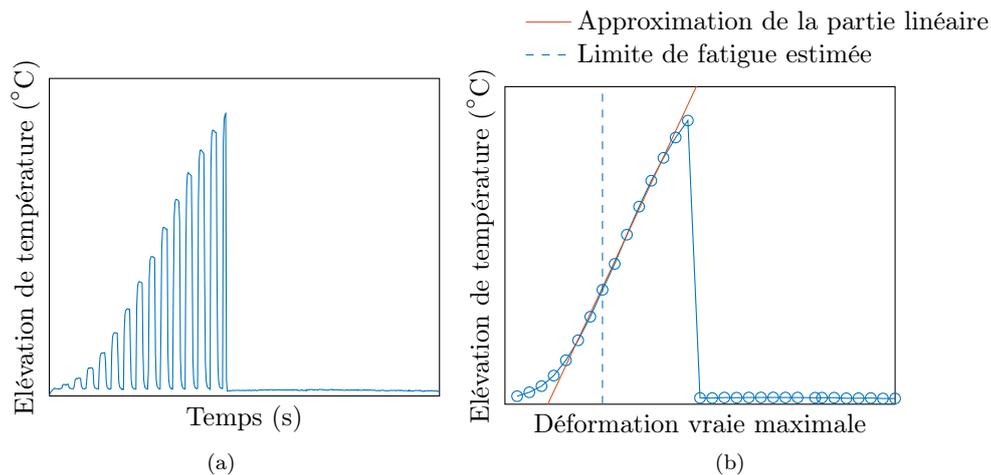


FIGURE 5.21 – Evolution de la température du centre de l'éprouvette en fonction du déplacement maximal du pas de charge

L'augmentation de la température stabilisée d'un cycle est représentée en fonction de la déformation vraie maximale du cycle sur la figure 5.21b. Cette courbe permet de mesurer l'importance de

la hausse de la température de l'éprouvette : 15 °C au moment où la limite de fatigue estimée est atteinte, 40 °C au moment de la rupture.

Tout comme pour les éprouvettes H8, il n'est pas possible de détecter de changement marqué dans l'évolution de la température aux alentours de la limite de fatigue estimée. Le point d'intersection entre l'interpolation linéaire et l'axe des abscisse est à XXXX % de déformation vraie et le début de la partie linéaire à XXXXX %.

#### d- Dérivée temporelle initiale de la température ou $\dot{\theta}$

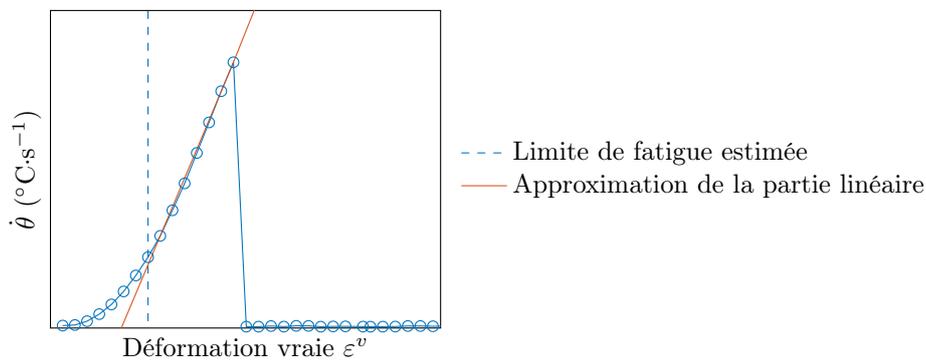


FIGURE 5.22 – Evolution de la dérivée de la température au début du pas de chargement en fonction du déplacement maximal

L'évolution de la dérivée temporelle de la température pendant les premiers cycles du bloc est représentée en fonction de la déformation vraie maximale sur la figure 5.22.

L'analyse de la courbe obtenue semble mettre en lumière une partie linéaire dans l'évolution de cette grandeur. La régression correspondante est tracée sur la figure 5.22, sa corrélation sur sept points de mesure confirme sa pertinence. Il est ainsi possible de constater que le début de la partie linéaire coïncide avec la valeur de limite de fatigue estimée. Plus précisément, le point d'intersection de l'approximation linéaire avec l'axe des abscisse est à XXXXX % et le premier point de la partie linéaire à XXXXX % de déformation vraie.

#### e- Aire des boucles d'hystérésis

De même que précédemment, l'évolution de l'énergie mécanique résiduelle (ou aire de la boucle d'hystérésis) en fonction de la déformation vraie maximale du bloc de chargement est tracée sur la figure 5.23a. Cette courbe ne présente pas de point remarquable au niveau de la limite de fatigue estimée.

De plus, la figure 5.23b représente l'évolution de l'énergie mécanique résiduelle du cycle en fonction de l'élévation de température. De manière analogue aux éprouvettes lamelles H8, ces deux grandeurs sont proportionnelles. Cela implique qu'une part constante d'énergie résiduelle du cycle est dissipée sous forme de chaleur.

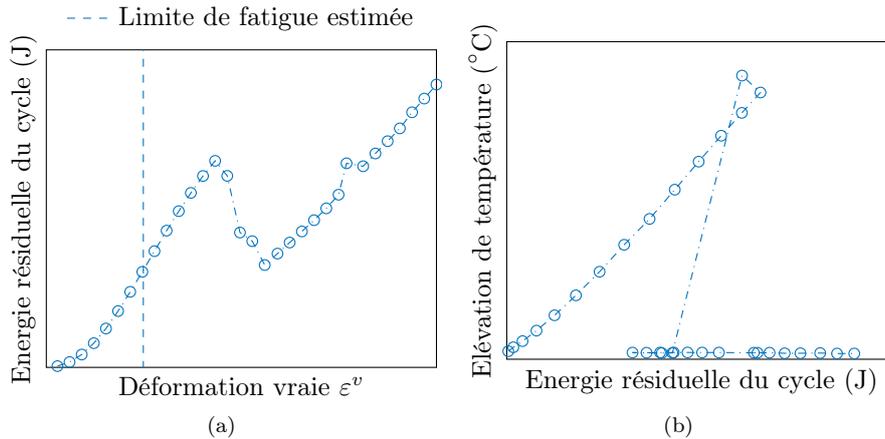


FIGURE 5.23 – (a) Evolution de l’aire de la boucle d’hystérésis en fonction du déplacement maximal du cycle. (b) Evolution de la température au centre de l’éprouvette en fonction de l’aire de la boucle d’hystérésis.

#### f- Fluage dynamique

L’évolution de l’amplitude du fluage dynamique en traction est représentée sur la figure 5.24a. Contrairement au cas des lamelles dont le flambement ne permettait pas de mesurer d’effort en compression, cette donnée est accessible pour des éprouvettes diabolos. L’évolution de l’amplitude de fluage dynamique en compression est donc représentée sur la figure 5.24b.

Bien que cet indicateur semblait donner des résultats prometteurs dans le cas des éprouvettes lamelles fines H8, aucun changement net de comportement n’est observé ici ni en traction ni en compression. Ainsi le fluage dynamique ne semble pas être un indicateur pertinent.

#### g- Plasticité

Pour les éprouvettes diabolos, les transitions entre les domaines en traction et en compression sont plus aisées à déterminer que dans les cas des éprouvettes H8 qui flambent. On définit donc la déformation résiduelle comme la déformation lorsque l’éprouvette est à contrainte nulle. De part le comportement hystérétique et visqueux du matériau, le chemin dépend de l’histoire. Ainsi on définit la déformation résiduelle vraie en montée lorsque la contrainte devient positive et en descente dans le cas inverse (figure 5.25a). Ces deux grandeurs sont représentées en fonction de la déformation vraie maximale du cycle sur la figure 5.25b et en fonction du cycle courant sur la figure 5.26.

Dans la méthode d’essai mise en place, le déplacement croît d’abord jusqu’à un maximum avant de décroître jusqu’au minimum puis recroître jusqu’au point de consigne initial. Ainsi l’étude de la déformation vraie résiduelle déterminée en montée est la plus pertinente pour l’étude d’un cycle complet de chargement. Ainsi, l’analyse de la figure 5.26 nous permet de dire que, dans le cas où  $R_{\varepsilon_v} = -1$  :

- il n’y a pas ou peu de déformation vraie résiduelle à la fin d’un cycle une fois celui-ci stabilisé ;
- la différence entre les  $\varepsilon_p^{\text{montée}}$  et  $\varepsilon_p^{\text{descente}}$  augmente avec l’amplitude maximale du cycle.

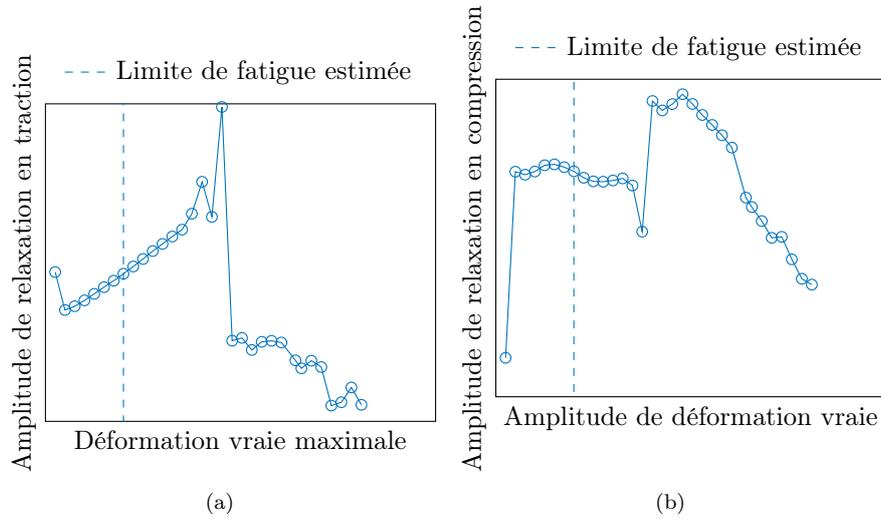


FIGURE 5.24 – (a) Evolution de l’effort maximal au cours du cyclage. (b) Evolution de l’amplitude du fluage dynamique en fonction du déplacement maximal imposé

L’étude de la figure 5.26 permet de retrouver les commentaires précédents mais aussi de mettre en lumière plusieurs domaines d’évolution de  $\varepsilon_p^{\text{montée}}$ . Plus précisément, on retrouve un profil similaire à celui de l’indicateur  $\dot{\theta}$  à savoir un premier domaine d’évolution lente suivi d’un domaine linéaire à partir de la valeur de la limite de fatigue estimée. La régression linéaire représentée coupe l’axe des abscisses à XXX % et le premier point de coïncidence à XX% de déformation vraie. Ainsi, la déformation résiduelle vraie semble être un indicateur pertinent pour la détermination de la limite de fatigue.

### 5.4.6 Conclusion

L’étude des différents indicateurs classiquement utilisés pour les méthodes rapides de détermination de la limite de fatigue n’a pas donné de résultats probants dans le cas des éprouvettes sollicitées en traction-flexion. Seule l’étude du point d’inflexion de la courbe enveloppe et le fluage dynamique donnaient des résultats cohérents avec la valeur de référence donnée par la courbe de Wöhler sur les éprouvettes H8.

Indicateur	Valeurs estimées	
Courbe de Whöhler	> XXXX %	< XXXX %
Effort-déplacement	traction : XXXX %	compression : -XXXX %
Température stabilisée	intersection : XXXX %	zone linéaire : XXXXX %
$\dot{\theta}$	intersection : XXXXX %	zone linéaire : XXXXX %
$\varepsilon_p^v$	intersection : XXX %	zone linéaire : XX %

TABLEAU 5.2 – Récapitulatif des valeurs données par les différentes grandeurs étudiées et les différents indicateurs proposés. L’ ”intersection“ désigne la valeur pour laquelle la régression linéaire effectué croise l’axe des abscisses. La ”zone linéaire“ correspond à la déformation du premier point coïncidant avec la partie de la courbe identifiée comme linéaire.

Une nouvelle géométrie adaptée à l’étude en fatigue a été proposée dans ces travaux. Des essais

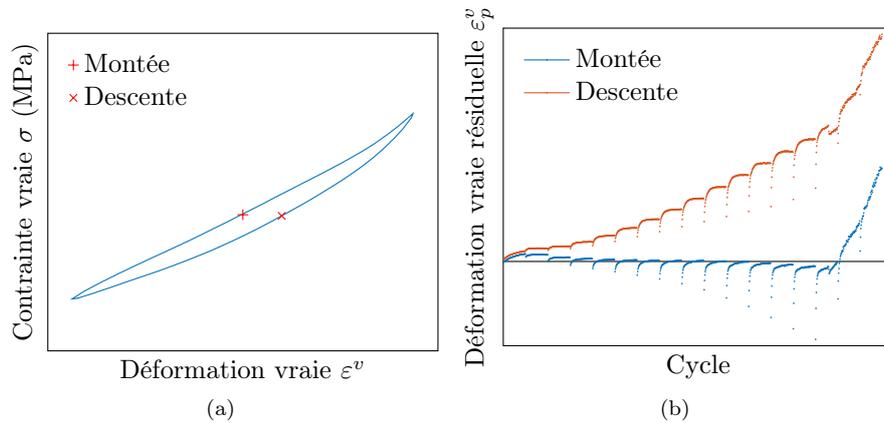


FIGURE 5.25 – (a) Définition de la déformation résiduelle en montée et en descente (b) Evolution de la déformation résiduelle vraie avec le cycle de charge.

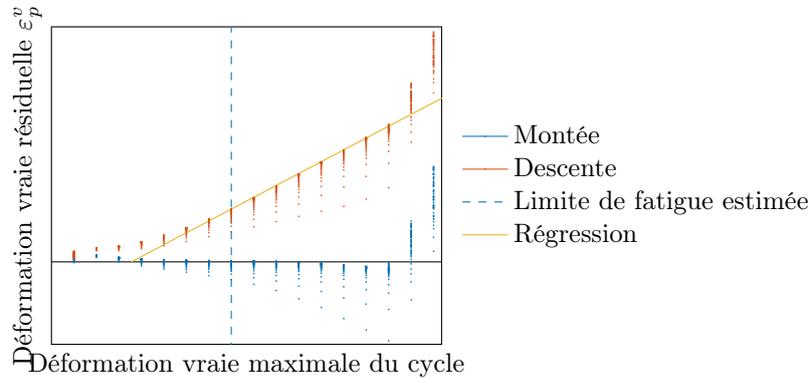


FIGURE 5.26 – Evolution de la déformation vraie résiduelle en fonction de la déformation vraie maximale de chaque bloc de chargement.

de fatigue sur ces dernières ont permis de mettre au jour l'existence de plusieurs indicateurs possibles et concordants dont les résultats sont rappelés dans le tableau 5.2. Les valeurs obtenues sont proches de la borne haute de l'intervalle obtenue par les essais de Wöhler. Il semble ainsi que l'hypothèse faite précédemment ( $\mathcal{H}_1$  dans la partie 5.4.4 supposant que  $R_{\varepsilon^v} = -1$ ) peut ne pas représenter exactement la réalité. A l'avenir, on pourra vérifier la concordance des résultats obtenus par deux méthodes : soit calculer à l'aide du modèle le comportement de l'éprouvette en fatigue afin d'extraire des états mécaniques précis, soit effectuer des essais de type Wöhler sur les éprouvettes diabolos. L'implémentation du modèle dans un code éléments finis n'ayant été fait qu'en fin de thèse, les calculs des déformations des éprouvettes H8 n'ont pas encore été réalisés. Les écarts dans les limites de fatigue estimées peuvent aussi être expliqués par la différence de fréquence utilisée entre l'essai de type Wöhler (5 Hz) et l'essai par la méthode rapide (3 Hz). Ce point a déjà été évoqué et nous avons vu que la durée de vie diminue avec l'augmentation fréquence, ce qui va dans le sens des résultats obtenus. Pour finir, les éprouvettes diabolos ayant été testées vierges (contrairement aux éprouvettes H8 vieilles), il est possible de voir dans cet écart une possible influence de la graisse.

Ainsi, la limite de fatigue semble pouvoir être estimée à l'aide du point d'inflexion de la courbe contrainte vraie-déformation vraie, de la dérivée temporelle de l'augmentation de la température pour les premiers cycles d'un bloc et l'évolution de la plasticité. Dans notre cas, tous les trois ont donné des valeurs proches de celle obtenue par la courbe de Wöhler.

On peut tenter de proposer une explication de ces résultats. Il a été vu dans la partie I-1.2 que le matériau étudié avait une structure semi-cristalline. On a aussi vu dans la bibliographie que la présence de phase cristalline dans un matériau augmente sa raideur et sa résistance à la propagation des fissures de fatigue. L'étude de l'évolution de la phase cristalline au cours d'un essai de traction et d'un suivi par diffraction X avait de plus permis de montrer un évolution de sa structure : destruction, réarrangement ou reconstruction. Ainsi il est possible d'imaginer le mécanisme suivant : lorsqu'un niveau d'énergie limite (fonction de la température et du chargement mécanique) est dépassé, alors on observe la destruction de la phase cristalline du matériau. Cela a pour conséquence de diminuer la raideur du matériau et de permettre la propagation des fissures de fatigue. Ces fissures peuvent provenir de défauts internes au matériau (inclusions, etc.) ou avoir été créées suite à un fort état triaxial local.

Cette hypothèse de mécanisme est renforcée par les résultats obtenus sur chacun des indicateurs retenus. En effet, une baisse de raideur du matériau est effectivement observée sur les courbes contrainte-déformation. On observe bien un changement dans l'évolution de la déformation résiduelle du matériau, grandeur directement liée à sa structure cristalline. Pour finir, la fusion de phase cristalline étant un phénomène endothermique (d'après la partie 2.3.1), ce qui explique la transition entre l'augmentation quadratique du début de la courbe et l'augmentation linéaire de la fin (ralentissement de l'augmentation).

Dans la suite de cette partie, nous allons mettre à profit les indicateurs identifiés afin d'étudier l'influence du rapport de déformation vraie  $R_{\epsilon^v}$ , du procédé et de la température sur la limite de fatigue.

## 5.5 Influence du ratio $R_{\epsilon^v}$ , de la température et du procédé

### 5.5.1 Influence du ratio $R_{\epsilon}$ sur la durée de vie

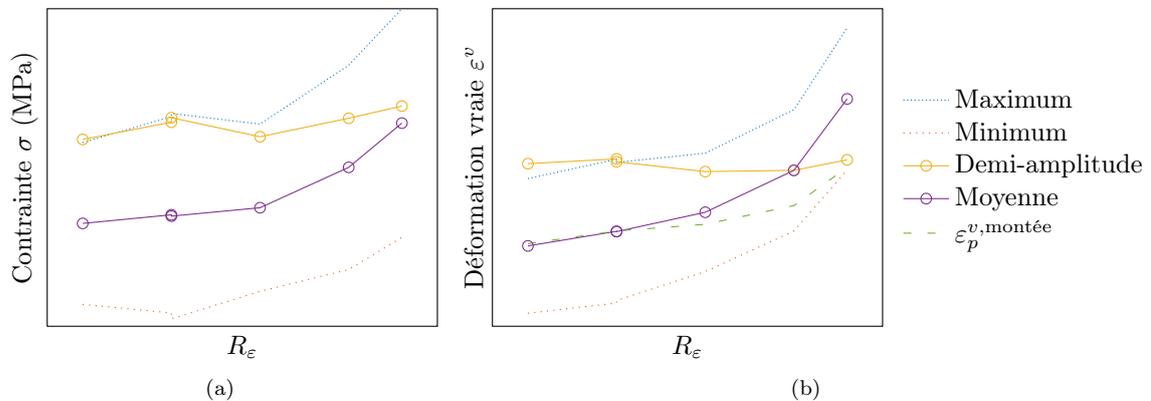


FIGURE 5.27 – Essai cyclé, consigne (a) et réponse du matériau (b)

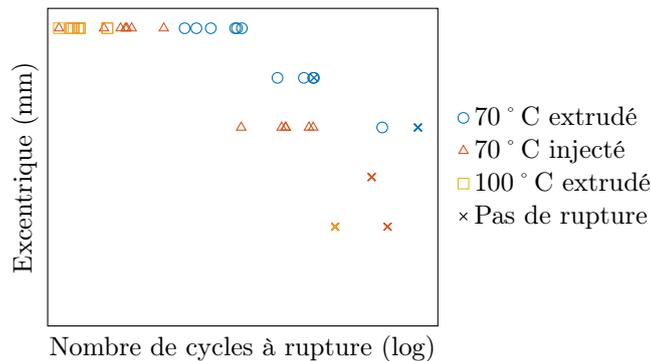
Les conditions expérimentales présentées dans la partie 5.4.2 sont reprises en faisant varier le rapport de déformation vraie  $R_{\varepsilon} = \frac{\varepsilon_{min}}{\varepsilon_{max}}$ . Pour rappel, des essais pilotés en déplacement sont effectués sur une machine de fatigue électrique Instron E10000 à une température de 70 °C et à une fréquence de 3 Hz. On choisit d'utiliser l'indicateur basé sur la courbe déformation vraie - contrainte vraie comme prédicteur de la limite de fatigue. Les courbes obtenues et les points retenus sont présentés en annexe F. Ces mêmes résultats sont présentés de manière visuelle sur la figure 5.27.

Il apparaît immédiatement qu'à la fois l'amplitude en contrainte et l'amplitude en déformation vraie semblent ne pas ou peu dépendre du ratio  $R_{\varepsilon}$  lorsque celui-ci est compris entre -1.5 et 0.3. Cette propriété peut servir de base pour la construction d'un critère de fatigue uniaxial et doit être validée dans le cas d'essais avec un rapport de déformation vraie  $R_{\varepsilon}$  supérieur à 0.3.

## 5.5.2 Influence de la température ambiante et du procédé

### Courbes de Wöhler

Des essais permettant de construire des courbes de Wöhler ont été effectués en faisant varier le procédé de production des éprouvettes et la température de l'essai. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 5.28.



### Faciès de rupture

Dans cette partie, nous proposons d'analyser la différence de durée de vie de ces deux types d'éprouvettes au travers des faciès de rupture en fatigue obtenus. Dans le cas des éprouvettes obtenues par extrusion-soufflage, on observe de multiples amorces en surface de l'éprouvette et uniquement du côté en traction-compression (figure 5.29a). La fissuration semble ensuite se propager en profondeur de manière normale à la surface de l'éprouvette (figure 5.29b). La présence de cercles concentriques, communément rencontrés dans la fatigue des métaux, permet de proposer un scénario de propagation des fissures de fatigue depuis la surface de manière progressive (figure 5.29c).

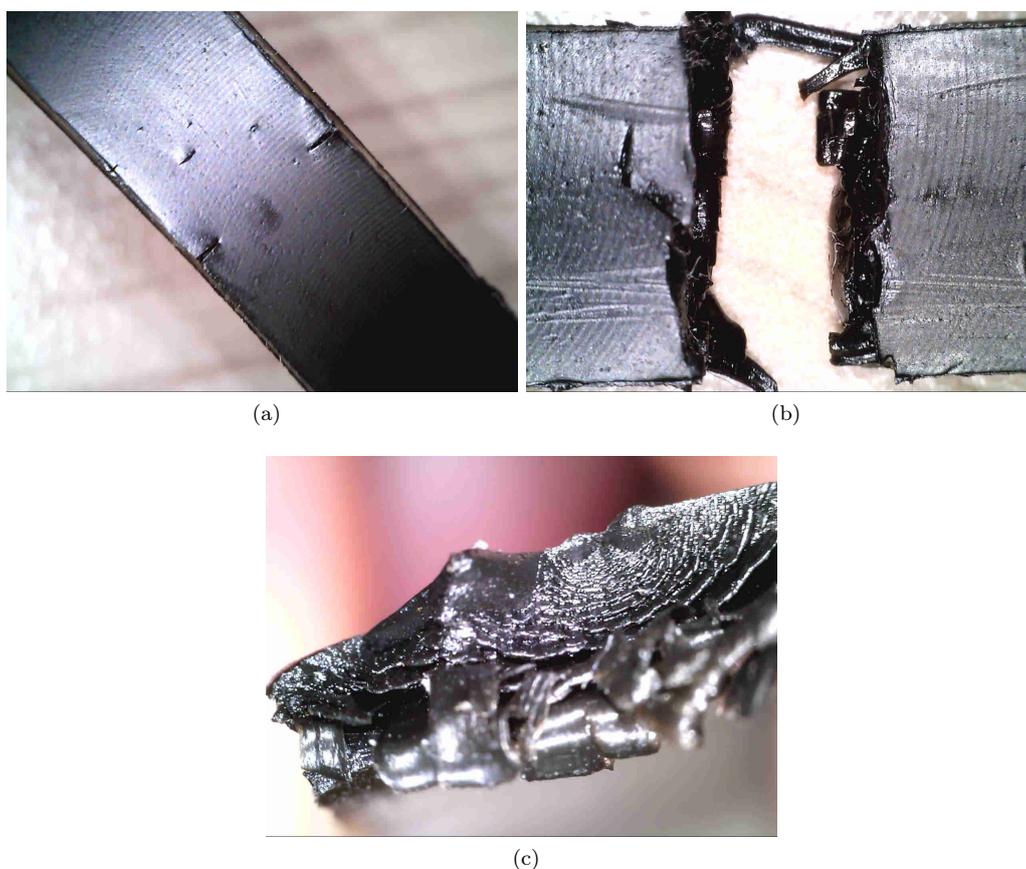


FIGURE 5.29 – Faciès de rupture en fatigue d'éprouvettes obtenues par le procédé d'extrusion-soufflage

Les éprouvettes injectées ont un mode de rupture totalement différent. L'amorce de la fissure se fait au centre de l'éprouvette, à  $45^\circ$  par rapport au sens de sa sollicitation et uniquement du côté en traction-compression (figure 5.30a). La fissure se propage ensuite dans un premier temps en profondeur sur moins d'un demi millimètre puis de manière parallèle à la surface. Pour finir, la fissure évolue de nouveau dans la profondeur de l'éprouvette jusqu'à la rupture de cette dernière (figure 5.30b).

Ce mode de fissuration semble témoigner la présence d'une "peau" en surface de l'éprouvette. Celle-ci peut apparaître lors du moulage dans le cas d'une grande différence de température entre

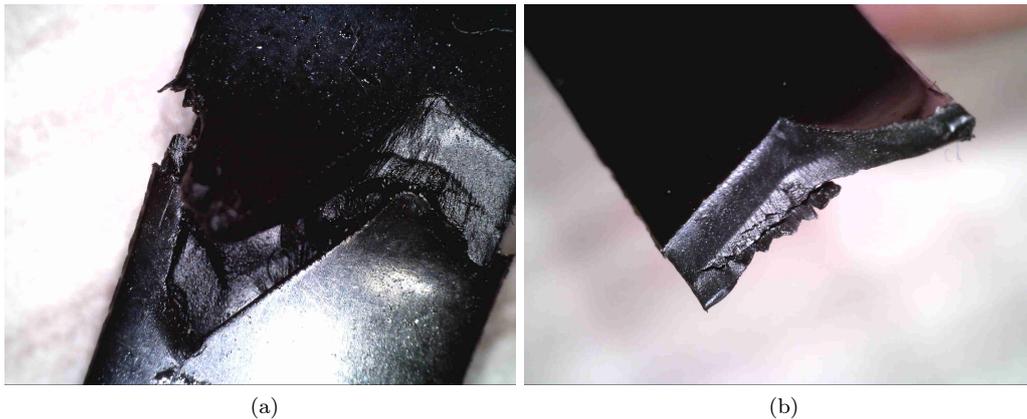


FIGURE 5.30 – Faciès de rupture en fatigue des éprouvettes obtenues par injection dans un moule

le polymère fondu injecté et le moule froid. La matière en contact avec le moule refroidit et cristallise plus vite que celle à cœur de l'éprouvette, ce qui peut entraîner entre ces deux domaines une différence de propriété (raideur, cristallinité) et aboutir à la présence de contraintes résiduelles. Ce phénomène permettrait donc d'expliquer la diminution de la durée de vie en fatigue pour des éprouvettes obtenues selon ce procédé.

## 5.6 Conclusion

Cette partie avait pour objectif l'étude de la fatigue mécanique d'un matériau, c'est à dire sa durabilité lorsqu'il est soumis à un chargement d'amplitude variable. Pour ce faire, nous avons dans un premier temps construit une courbe de Wöhler sur des éprouvettes fines et sollicitées en traction-flexion. Les résultats obtenus ont permis d'identifier un premier domaine de fonctionnement dans lequel le matériau présente une durée de vie limitée. Dans un second domaine, aucune signe d'endommagement n'est détecté malgré un grand nombre de cycle. La délimitation entre ces deux zones est appelé la limite de fatigue ou limite d'endurance.

En s'appuyant sur la littérature, une méthode rapide de la détermination de la limite de fatigue a été mise en place. Cette approche est dite "rapide" car elle permet de diminuer le temps pour la détermination de la limite de fatigue à quelques heures (par opposition aux quelques semaines nécessaires pour la construction de la courbe de Wöhler). Les premiers essais sur des éprouvettes fines sollicitées en traction-flexion à 70 °C (conditions identiques à celles pour la construction de la courbe de Wöhler) n'a pas permis d'aboutir à des résultats concluants.

Un nouveau modèle d'éprouvette a donc été développé et testé. Cette modification de la géométrie a permis de mettre à jour différents points remarquables pouvant être des indicateurs potentiels de l'apparition des phénomènes de fatigue. La comparaison (à l'aide d'une hypothèse simplificatrice) de ces valeurs avec la limite de fatigue obtenue par la courbe de Wöhler montre une bonne concordance des résultats. Cette méthode a ensuite été appliquée à des cas de chargement uniaxiaux avec différents ratio de déformation vraie. L'analyse des données obtenues montrent que l'amplitude de contrainte/déformation semble être la grandeur pilotant la fatigue. Cette conclusion reste toutefois à valider pour des cas de chargement multiaxiaux.

D'autre part, des essais supplémentaires ont mis en lumière différents modes en rupture en fonction du procédé de fabrication des éprouvettes et une influence de la température sur le comportement en fatigue. Les travaux préliminaires présentés ici vont devoir être complétés à l'avenir et plusieurs axes peuvent être développés.

Dans un premier temps, les résultats doivent être étendus au cas multiaxial. Ainsi, d'une part des essais multiaxiaux de fatigue doivent être effectués afin de construire des courbes de Wöhler de référence. D'autre part, les essais de détermination rapide de la limite de fatigue peuvent être effectués pour ces mêmes chargements multiaxiaux afin de déterminer si les indicateurs identifiés continuent à être pertinents pour ce type de sollicitation. L'objectif final de cette phase étant la création d'un critère de fatigue multiaxial à température fixée.

Dans un second temps, l'influence de la température sur la limite de fatigue doit être étudiée. En effet, la mesure sur banc de la température des soufflets lors de l'utilisation montre de fortes élévations de température (voir annexe H). De plus, un premier résultat dans le cadre d'un essai long (de type Wöhler) semble montrer une forte influence de ce paramètre sur la durée de vie en fatigue. Ainsi il est possible de mettre en place une campagne expérimentale visant à étudier l'influence de la température sur la limite de fatigue au travers des résultats obtenus par la méthode rapide évoquée précédemment.

Dans un troisième temps, il est possible d'étudier l'influence de l'ordre et de la variation de l'amplitude des cycles de chargement (mécanique ou thermique) sur la durée de vie du matériau. La conclusion de ces travaux permettra une prédiction de la durée de vie des soufflets à partir de leur cycle de chargement réel.

En parallèle des points précédents, l'influence de la graisse sur la durée de vie en fatigue constitue un autre axe de recherche. Plus précisément, le gonflement du matériau suite à l'absorption de solvant peut modifier l'état mécanique que subit le matériau lors des essais de fatigue. De plus, la présence de graisse dans le matériau peut modifier la cinétique de propagation des fissures de fatigue. D'autre part, des réactions chimiques peuvent avoir lieu entre la graisse et le matériau, dégradant les propriétés physiques, mécaniques et l'état de surface de ce dernier. Des premiers travaux sur le vieillissement du matériau à la graisse font l'objet du chapitre 6 à suivre.

# Chapitre 6

## Influence de la graisse sur le comportement du matériau

**Résumé :** Ce dernier chapitre porte sur l'interaction entre le matériau et la graisse au travers de deux mécanismes de vieillissement. Ainsi l'absorption du solvant est étudiée d'abord de manière expérimentale puis par une modélisation grâce à une loi de Fick. Une seconde partie est consacrée à l'impact de la réaction chimique de vieillissement sur les propriétés mécaniques du matériau. Un nouveau protocole expérimental est proposé et permet de démontrer l'existence de plusieurs processus de vieillissement. Pour finir, la cinétique de dégradation des grandeurs mécaniques macroscopiques est modélisée à l'aide d'un loi d'Arrhenius.

### Sommaire

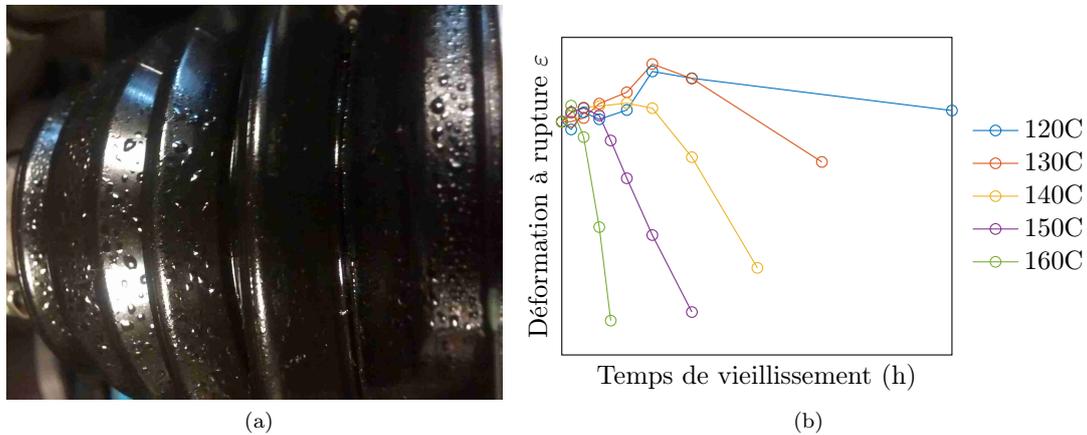
---

<b>6.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>168</b>
6.1.1	Problématique	168
6.1.2	Bibliographie	169
<b>6.2</b>	<b>Etude du phénomène d'absorption</b>	<b>171</b>
6.2.1	Objectif	171
6.2.2	Méthode	171
6.2.3	Résultats bruts	172
6.2.4	Modélisation de l'absorption de graisse	173
6.2.5	Prédiction du temps de saturation des différents types d'éprouvette	175
6.2.6	Conclusion	176
<b>6.3</b>	<b>Etude du vieillissement du matériau</b>	<b>177</b>
6.3.1	Méthodes	177
6.3.2	Résultats des essais mécaniques	178
6.3.3	Modification des conditions expérimentale pour la prise en compte de l'oxydation	182
6.3.4	Mise en évidence du caractère hétérogène du vieillissement	185
6.3.5	Conclusions sur les essais de vieillissement	186
6.3.6	Méthodes proposées pour le post-traitement des essais	186
6.3.7	Conclusion	190

---

## 6.1 Introduction

### 6.1.1 Problématique



Cette partie a donc plusieurs objectifs. Dans une première partie on cherchera à caractériser le phénomène d'absorption de la graisse par la matière (cinétique, quantité de graisse absorbée, ...). Cela a pour but de valider la procédure de conditionnement des éprouvettes<sup>(2)</sup> utilisée par l'entreprise Trelleborg Boots. Dans une seconde partie, une évolution des propriétés du matériau due à l'interaction avec la graisse sera mise en évidence. La cinétique et le domaine de température où ce phénomène prédomine seront identifiés pour différentes graisses. Ces résultats permettront dans un premier temps de valider l'absence de dégradation chimique pour les essais de fatigue mécanique de la partie précédente. Dans un second temps, le domaine de température où le vieillissement chimique est favorisé sera identifié et modélisé à l'aide d'une loi d'Arrhenius.

## 6.1.2 Bibliographie

### Définition du vieillissement

Le vieillissement peut être défini comme “une évolution lente et irréversible de la structure (au sens le plus large) d'un matériau” [207]. Dans le cas des élastomères, le vieillissement peut être considéré comme “physique” ou “chimique”. Le premier cas ne présente pas de modification de la structure chimique du matériau mais uniquement de sa configuration spatiale (relaxation structurale, fissuration, ...) et/ou de sa composition (absorption d'adjuvant, ...) [56, 89]. Dans le second cas, on constate une évolution de la structure chimique des macromolécules (par thermo-oxydation, par réaction chimique avec un adjuvant, ...) [120]. Le vieillissement chimique est généralement irréversible, même après un cycle de température [93, 195, 192, 194, 193, 3]. Tous ces changements physiques et chimiques du matériau se font en général dans un sens qui limite sa durabilité.

Plus précisément, le vieillissement peut se manifester à l'échelle moléculaire par la création de points de réticulation [13, 12] et/ou la rupture des chaînes de polymères [198, 206]. Des effets plus complexes peuvent aussi apparaître : la rupture des chaînes par photo-oxydation peut mener à une cristallisation augmentant ainsi la raideur de certains thermoplastiques [210]. D'un point de vue propriétés physiques, on peut constater dans certains cas la variation de grandeurs telles que la masse, le volume, la densité, les propriétés diélectriques, les températures de transition vitreuse et de fusion...[207]

D'un point de vue plus macroscopique, le vieillissement aura une influence sur le module de Young [77], l'élongation à rupture [152, 76], la contrainte à rupture [50], le module sécant (ou raideur apparente) à différents niveaux de déformation [50], l'énergie à rupture [161], la dureté [32] ou la durée de vie en fatigue [198, 100].

### Vieillissement physique

Dans ce chapitre nous allons dans un premier temps nous intéresser au phénomène d'absorption de graisse par le matériau. L'absorption sera ici caractérisée à la fois au travers de l'aspect cinétique mais aussi de l'amplitude du phénomène de diffusion de solvant (ou quantité de solvant absorbé). La cinétique d'absorption des polymère a fait l'objet de nombreux travaux dans le passé [87, 71, 181]. Des études ont été menées sur divers matériaux et solvants (eau [40, 2], biodiesel [6, 209], gaz [30, 171], ...). Il a été montré que, dans la majorité des cas, l'absorption de solvant avait

---

(2). Les éprouvettes sont immergés dans la graisse 7 jours dans une étuve à 100 °C.

pour conséquence un gonflement du matériau (swelling). Plus précisément, le volume du matériau évolue jusqu'à un état d'équilibre thermodynamique entre les potentiels chimiques [205]. La vitesse et l'amplitude de gonflement dépendent donc de l'affinité entre le solvant et le polymère, de la mobilité de ce dernier et de la température [91, 36, 60]. Des études ont permis de montrer de plus une influence du gonflement sur le comportement mécanique et une influence de l'état mécanique sur la quantité maximale de solvant absorbée [63, 6, 52]. Le gonflement semble toutefois ne pas avoir d'effet sur la durée de vie en fatigue pour le caoutchouc synthétique [131].

Dans le cas particulier des polymères semi-cristallins, il a été montré que la cinétique de diffusion est ralentie par la présence de phase cristalline [207]. La mise en équation du couplage entre l'absorption et le gonflement fait l'objet d'un grand nombre de travaux [91, 60, 36, 129]. Ces travaux présentent principalement de l'intérêt dans le cas des gels polymères où l'ajout de solvant peut amener à des variations de volume de plusieurs dizaines de pourcents [179, 24].

### Vieillessement chimique

Ce chapitre s'intéresse dans un second temps au vieillissement chimique du matériau. Ce phénomène, généralement thermiquement activé, peut être la conséquence de la réaction entre le matériau et le milieu (air ou graisse) et/ou d'une hausse de température. Le cas du vieillissement des élastomères à l'air ou oxydatif est étudié depuis de nombreuses années [99, 207]. Étant donné la complexité des mécanismes mis en jeu, la modélisation des phénomènes de vieillissement est une problématique toujours d'actualité ([207] pour plus de détails). Les modélisations les plus souvent proposées pour les phénomènes de vieillissement sont basées sur la loi d'Arrhenius [221, 50, 158]. L'utilisation de ce modèle permet de plus de proposer des méthodes de vieillissement accélérées basées sur une équivalence temps/température dont une synthèse est faite par Gillen *et al.* [75]. Expérimentalement, les résultats obtenus par cette approche peuvent présenter toutefois un écart par rapport aux essais obtenus dans des conditions réelles de vieillissement [76].

Plusieurs raisons peuvent d'expliquer les limites de cette approche :

- la présence de plusieurs processus en compétition [31] ;
- un changement de structure du matériau ralentissant sa dégradation [171].

Dans le premier cas, les résultats obtenus à des températures élevées peuvent ne plus être valides à des températures éloignées, nécessitant l'utilisation de plusieurs lois d'Arrhenius pour capturer l'ensemble des mécanismes en présence [31].

Le second cas est connu pour l'oxydation des caoutchoucs sous le nom d'effet DLO (Diffusion Limited Oxidation), dont une synthèse a été faite par Quintana *et al.* [171]. Cet effet apparaît dans le cas d'éprouvettes massives où l'oxydation en surface limite la diffusion de l'oxygène dans l'épaisseur. L'oxydation du matériau diminue donc au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface de l'éprouvette. On observe donc une répartition inhomogène du vieillissement [9]. La modélisation de cet effet est rendu complexe par la prise en compte de l'évolution de la diffusion d'oxygène dans la matière [100, 99, 150]. De même que pour le phénomène d'absorption, la cinétique de vieillissement peut évoluer en fonction de l'état mécanique du matériau [29, 100, 99].

### Cas des copolymères à blocs

Les travaux de Komarova *et al.* [110] sur des copolymères à blocs SBS montrent qu'à faible température et à faible pression partielle, l'absorption de solvant (vapeur d'eau) suit une loi de Fick [1]. Dans le cas des hautes températures et/ou des hautes pressions partielles, l'évolution suit une loi multi-étape et le temps de saturation augmente fortement.

Des essais de vieillissement en milieu marin sur un polyurethane ont produit des résultats pertinents par une approche de vieillissement accéléré (par une loi d'Arrhenius) [50].

Pour le cas spécifique des TPE-E, les travaux de Nagai *et al.* [157, 156] ont montré plusieurs effets du vieillissement pour une exposition aux UV :

- la transformation des segments ether (souple) en segments ester (rigide), entraînant un raidissement du matériau ;
- la réticulation et la rupture de chaîne.

Ils ont, de plus, montré que la création de points de réticulation est accélérée par l'intensité et la distribution spectrale de la lumière ainsi que la température et les conditions environnementales.

### Essais de caractérisation

Comme vu au début de cette partie, le vieillissement peut se manifester et être suivi au travers des variations des propriétés de matériau. Plus précisément, on peut suivre l'évolution de la raideur du matériau, de la contrainte à rupture, de la déformation à rupture, . . . Une revue des différents types d'essais classiquement utilisés a été faite par Maxwell *et al.* [142]. Deux grandes catégories d'essais sont distinguées : in-situ ou interrompus.

Dans le premier cas (in-situ), l'évolution des propriétés des éprouvettes est mesurée sans la retirer du milieu de vieillissement. Il peut, par exemple, s'agir de déterminer la variation de raideur au cours d'un essai de fluage [162, 61] ou d'un essai de relaxation [182].

Dans le second cas, les échantillons sont stockés à température constante dans le milieu d'étude. A des intervalles de temps prédéterminés, ceux-ci sont prélevés et soumis à un test à court terme à température ambiante. L'état de vieillissement de l'éprouvette est ainsi considéré comme gelé pendant les essais de caractérisation.

## 6.2 Etude du phénomène d'absorption

### 6.2.1 Objectif

L'objectif de cette section est de caractériser le phénomène d'absorption de la graisse par la matière en terme de cinétique et d'amplitude (quantité de graisse absorbée, . . .). Cela a pour but de valider la procédure de conditionnement des éprouvettes <sup>(3)</sup> utilisée par l'entreprise Trelleborg Boots.

### 6.2.2 Méthode

Afin d'étudier la cinétique d'absorption de la graisse par le matériau, des essais sont menés sur des échantillons ayant une forme parallélépipédique rectangle de dimension  $11.9 \times 19.5 \times 19.5$

(3). Les éprouvettes sont immergées dans la graisse 7 jours dans une étuve à 100 °C.

mm. Ceux-ci sont obtenus par découpe jet d'eau dans une plaque moulée par injection. Ils sont immergés dans un récipient contenant l'une des deux graisses étudiées (nommées TP1 et CVS1). L'ensemble est placé dans une étuve régulée pour maintenir la température ambiante constante tout au long des 500 h de cet essai. Des échantillons identiques sont laissés à l'air libre dans l'étuve afin d'établir une référence. Trois différentes températures ont été étudiées : 100 °C, 120 °C et 140 °C. La température de 100 °C correspond à la température utilisée pour la procédure de conditionnement en place. Trois autres températures plus hautes sont choisies afin d'étudier l'influence de ce paramètre et d'accélérer la cinétique des essais. Pour chaque couple {Milieu,température} étudié, une seule éprouvette a été testée.

A intervalles réguliers (environ 48h), les éprouvettes sont extraites et nettoyées pour enlever la graisse en surface. Des mesures des dimensions (à l'aide d'un pied à coulisse) et des masses (à l'aide d'une balance d'une précision de 0.01 g) sont effectuées. Les échantillons sont ensuite de nouveau immergés.

### 6.2.3 Résultats bruts

L'évolution de la masse des éprouvettes pour les différentes conditions d'essai est représentée sur la figure 6.2. Compte tenu du manque de précision du procédé de découpe, les éprouvettes présentent des masses initiales proches mais non identiques. Toutefois, suite à un problème dans le protocole expérimental, toutes n'ont pas été mesurées à  $t=0$ .

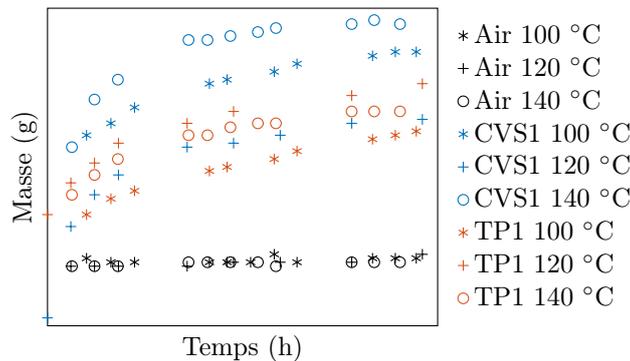


FIGURE 6.2 – Evolution de la masse des éprouvettes au cours du temps pour différentes températures d'étuve

De manière évidente, la masse des éprouvettes dans l'air n'évolue pas en fonction du temps. Les variations observées permettent d'appréhender l'amplitude de l'erreur de mesure de la balance utilisée.

Dans les autres cas, les courbes obtenues sont de type saturantes avec une première phase d'augmentation rapide de la masse suivie d'un ralentissement vers une valeur limite. Toutefois, à la fin de l'essai (c'est à dire au bout d'environ 500 h), seules les configurations {CVS1,140 °C} et {TP1,140 °C} semblent présenter une stabilisation de la masse de l'éprouvette au cours du temps. Dans les autres cas, l'évolution de la masse entre les deux dernières mesures est trop importante pour supposer un état d'équilibre atteint. Ainsi la masse finale de graisse absorbée ne pourra pas être comparée immédiatement. Ces paramètres pourront être estimés à l'aide d'un modèle de comportement avec toutefois des réserves liées à cette absence de données.

Sans surprise, la vitesse d'absorption ainsi que la masse maximum absorbée semble dépendre à la fois de la température et du couple {matériau, graisse}.

### 6.2.4 Modélisation de l'absorption de graisse

La modélisation de l'absorption de solvant par les polymères fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature pour les gels de polymère [91, 36, 60]. La forte augmentation de volume de ce type de matériau en contact avec des solvants nécessite la prise en compte de couplages forts entre les effets mécaniques des polymères (allongement des chaînes) et les effets chimiques d'interaction solvant/polymère. L'état d'équilibre final dépend à la fois du couple {polymère, solvant}, de la quantité de solvant présente et de sa répartition spatiale, des conditions aux limites mécaniques du système. . .

Afin de se ramener à un cas où il est légitime d'utiliser une approche linéaire (par loi de Fick) on considérera dans la suite les hypothèses suivantes :

- le solvant est présent en quantité infinie et est uniformément réparti autour de l'échantillon étudié ;
- aucun chargement mécanique n'est appliqué sur l'échantillon tout au long de l'absorption ;
- les variations de dimensions de l'échantillon sont assez faibles pour pouvoir être assimilées aux dimensions initiales (autrement dit, la surface de l'échantillon en contact avec le milieu extérieur varie peu pendant l'essai) ;
- on néglige l'énergie d'interaction entre le solvant et le polymère.

Les deux premières hypothèses sont assurées par les conditions expérimentales (éprouvettes immergées dans la graisse sans contrainte mécanique extérieure). La troisième hypothèse est motivée des variations de longueurs maximales mesurées de l'ordre de X%. La dernière hypothèse est peut-être la plus critiquable et doit être discutée. En l'absence de chargement mécanique extérieur, l'énergie d'interaction influe sur la quantité maximale de solvant que le polymère peut absorber. Cette grandeur est en général introduite au travers d'un potentiel dont la minimisation correspond à cet état d'équilibre. Cela a pour conséquence que la concentration en solvant à l'extérieur du polymère est différente de celle à l'intérieur du polymère lorsque le système est à l'équilibre. Ce problème peut être levé par un artifice mathématique présenté dans la suite de cette partie.

On définit  $c_{\mathbf{x},t=0}$ ,  $c_{\mathbf{x},t}$  et  $c_{\mathbf{x},t \rightarrow \infty}$  la quantité de molécule de graisse absorbé par le polymère par unité de volume au point  $\mathbf{x}$  respectivement à l'instant initial, à l'instant considéré et à un temps infini. On définit la grandeur  $s$  que nous appellerons la saturation par :

$$s = s_{\mathbf{x},t} = \frac{c - c_0}{c_\infty - c_0} \quad (6.1)$$

En définissant  $\mathbf{j}$  le flux de molécules de graisse, la conservation de la masse implique que

$$\frac{\partial c}{\partial t} = -\text{div}(\mathbf{j}) \quad (6.2)$$

avec  $\text{div}$  l'opérateur divergence. Grâce aux hypothèses précédentes, on suppose que la loi de Fick est applicable dans notre cas et il vient :

$$\mathbf{j} = -D\text{grad}(c) \quad (6.3)$$

avec grad l'opérateur gradient et  $D$  le coefficient de diffusion. Dans le cas isotrope implicitement considéré ici,  $D$  est un scalaire. Il dépend de la température et du couplage graisse/matériau.

Ainsi avec l'équation 6.2 et l'équation 6.3, il vient :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D(T, \text{graisse, materiau}) \Delta c \quad (6.4)$$

avec  $\Delta$  l'opérateur laplacien.

On peut remarque que la grandeur  $s$  définie à l'équation 6.1 vérifie elle aussi cette équation, ainsi l'équation 6.4 devient :

$$\frac{\partial s}{\partial t} = D(T, \text{graisse, materiau}) \Delta s \quad (6.5)$$

avec pour conditions aux limites dans le cas d'un échantillon parallélépipédique de dimensions  $(l, L, e)$  et d'un repère centré :

$$\left\{ \begin{array}{l} s_{\mathbf{x}, t=0} = 0 \quad \forall \mathbf{x} \\ s_{\mathbf{x}, t=\infty} = 1 \quad \forall \mathbf{x} \\ s(x = -l/2, t) = 1 \quad \forall t \\ s(x = l/2, t) = 1 \quad \forall t \\ s(y = -L/2, t) = 1 \quad \forall t \\ s(y = L/2, t) = 1 \quad \forall t \\ s(z = -e/2, t) = 1 \quad \forall t \\ s(z = e/2, t) = 1 \quad \forall t \end{array} \right. \quad (6.6)$$

Pour ces conditions aux limites et cette géométrie, une solution analytique tridimensionnelle de l'évolution de la masse de l'éprouvette peut être calculée [42, 2, 40] :

$$\frac{M_t - M_0}{M_\infty - M_0} = \left[ 1 - \left( \frac{8}{\pi^2} \right)^3 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \frac{\exp\left(-\pi^2 t D \left( \left( \frac{2i+1}{L} \right)^2 + \left( \frac{2j+1}{l} \right)^2 + \left( \frac{2k+1}{e} \right)^2 \right)\right)}{(2i+1)(2j+1)(2k+1)^2} \right] \quad (6.7)$$

Cette loi présente 3 paramètres :  $D$ ,  $M_0$  et  $M_\infty$  correspondant respectivement au coefficient de diffusion introduit équation 6.3, la masse initiale et la masse à l'équilibre de l'échantillon.

Ces paramètres ont été identifiés par une méthode de descente de gradient et avec une fonction d'erreur de type moindres carrés sur les résultats de la figure 6.2. Les points expérimentaux sont superposés à la loi identifiée sur la figure 6.3. La solution analytique a été étendue à des temps plus longs que ceux de l'essai afin de mettre en évidence le comportement asymptotique.

Le modèle permet de représenter fidèlement l'évolution la masse des échantillons étudiés. Toutefois, l'absence de données dans les 50 premières heures peut masquer la présence d'un premier mécanisme d'absorption au temps court, comme constaté pour d'autres polymères [167, 130, 40]. Les paramètres obtenus sont reportés dans le tableau 6.1. Les valeurs identifiées pour les coefficients de diffusion sont représentées en fonction de la température sur la figure 6.4.

Pour les deux graisses étudiées, la cinétique du phénomène de diffusion augmente avec la température. Toutefois l'étude de la figure 6.3b suggère la présence de mécanismes différents selon les espèces :

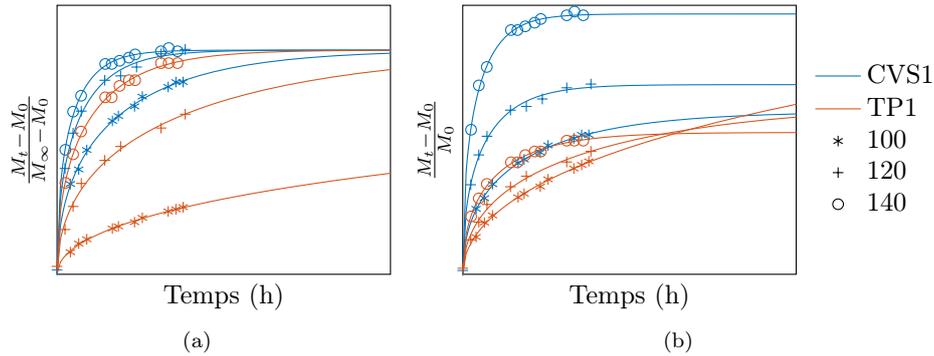


FIGURE 6.3 – Comparaison essai (marques) et modèle (lignes continues), évolution de la (a) saturation et (b) masse relative des éprouvettes au cours du temps pour différentes températures d'étuve. La légende est commune aux deux figures.

Milieu ambiant	Température (°C)	$M_0$ (g)	$M_\infty$ (g)	$D$ (mm <sup>2</sup> h <sup>-1</sup> )
CVS1	100	5.10	5.56	0.032739
	120	4.81	5.32	0.078002
	140	4.56	5.56	0.12809
TP1	100	4.98	6.02	0.0017478
	120	5.06	5.55	0.014847
	140	4.97	5.36	0.059665

TABLEAU 6.1 – Valeurs des paramètres  $M_0$ ,  $M_\infty$  et  $D$  identifiés sur les essais d'absorption pour différentes graisses et températures.

- dans le cas de la graisse CVS1, la masse maximale relative augmente avec la température de l'essai ;
- dans le cas de la graisse TP1, la masse maximale relative diminue avec la température de l'essai.

Les résultats dans le cas de la graisse CVS1 semblent cohérents avec l'intuition et la littérature, contrairement à ceux de la graisse TP1. L'analyse de ces résultats n'a pas été faite à ce jour et reste à l'état de perspectives pour ces travaux.

### 6.2.5 Prédiction du temps de saturation des différents types d'éprouvette

Ce paragraphe a pour objectif la validation du protocole de conditionnement des éprouvettes lamelles utilisées à Trelleborg Boots. Pour rappel, les échantillons sont immergés dans la graisse et placés dans une étuve à 100 °C pendant 7 jours (168 h) avant d'être testés.

Est étudié ici le cas des éprouvettes :

- H8 (de section 2 × 8 mm) utilisées précédemment pour les les essais de fatigue
- H4 (de section 2 × 4 mm) utilisées dans la partie suivante pour des essais de vieillissement chimique.

La saturation de la section centrale de l'éprouvette est étudiée ici. On fait donc l'hypothèse que la longueur de l'éprouvette est très grande devant son épaisseur et sa largeur. L'évolution de la saturation est calculée à partir de la formule 6.7 avec  $l = 4$  mm ou 8 mm,  $e = 2$  mm et  $L = \infty$ . Le

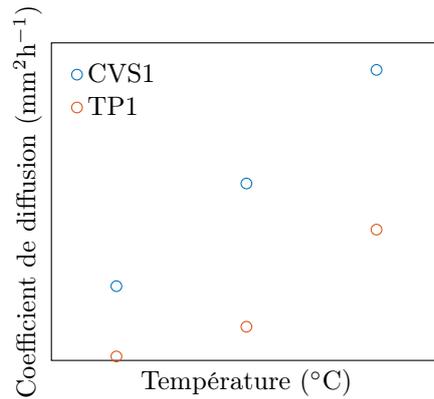


FIGURE 6.4 – Influence de la température sur le coefficient de diffusion pour les deux graisses étudiées

coefficient de diffusion est interpolé à l'aide d'une spline calculée à partir des résultats présentés sur la figure 6.4.

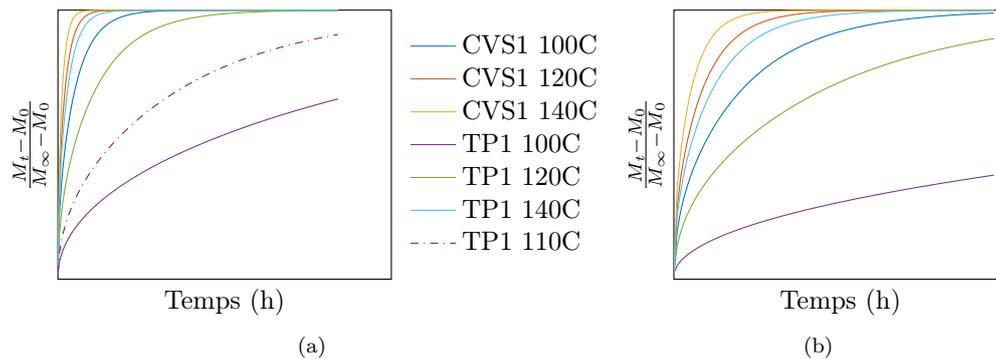


FIGURE 6.5 – (a) Evolution de la masse relative normée au cours du temps pour des éprouvettes lamelles de section  $2 \times 8 \text{ mm}^2$ , (b) zoom sur les 48 premières heures. La légende est commune aux deux figures

D'après l'analyse de la figure 6.5 pour les éprouvettes H8, on peut noter que la saturation n'est pas atteinte pour les couples  $\{\text{TP1}, 100 \text{ °C}\}$  et  $\{\text{TP1}, 110 \text{ °C}\}$ . La procédure de vieillissement est donc à adapter en fonction de la graisse étudiée.

Les résultats pour les éprouvettes H4 (figure 6.6) sont très proches de ceux obtenus pour les éprouvettes H8, aboutissant à des conclusions similaires.

### 6.2.6 Conclusion

Grâce à ces travaux, il a été montré qu'en faisant quelques hypothèses, une loi d'absorption Fickienne permettait de modéliser correctement le phénomène d'absorption de la graisse par le matériau. Cette approche a permis de déterminer la valeur du coefficient de diffusion pour différents couples  $\{\text{graisse}, \text{température}\}$ . Toutefois les deux graisses ont démontré des évolutions radicalement différentes en ce qui concerne la quantité maximale de graisse pouvant être absorbée en fonction de la température.

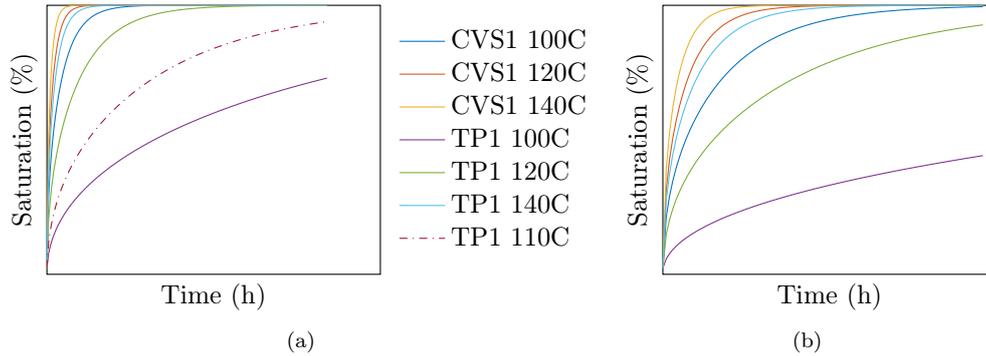


FIGURE 6.6 – (a) Evolution de la masse relative normée au cours du temps pour des éprouvettes lamelles de section  $2 \times 4 \text{ mm}^2$ , (b) zoom sur les 48 premières heures. La légende est commune aux deux figures

Nous avons, dans un second temps, appliqué la loi de Fick avec les données obtenues au cas d'éprouvettes haltères fines de section  $2 \times 4 \text{ mm}$  (H4) et  $2 \times 8 \text{ mm}$  (H8). Les temps de saturation obtenus dans les deux cas sont relativement proches. Dans le cas de la graisse CVS1 à une température de  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , la saturation est atteinte après 48 h. Dans le cas de la graisse TP1 à une température de  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , le taux de saturation au bout d'une semaine (168 h) est de 67 % pour l'éprouvette H8 et 72.9 % pour l'éprouvette H4. Ainsi dans les deux cas, le durée de vieillissement ne semble pas suffisante pour atteindre la saturation complète de l'éprouvette.

Pour conclure, la durée de conditionnement nécessaire dépend du trinôme {graisse, température, matière} et le choix du couple {température de conditionnement, durée de conditionnement} peut difficilement être choisi a priori sans étude de la diffusion. La température accélérant la diffusion de graisse dans le matériau, il pourrait être tentant de faire le conditionnement des éprouvettes à une température plus importante. Toutefois, nous verrons dans la partie à venir que cela fait apparaître du vieillissement chimique venant modifier les propriétés mécaniques du matériau de manière irréversible. Ce phénomène limitant la durabilité des soufflets, son domaine de prédominance et son influence sur le comportement mécanique (quasi-statique et en fatigue) sont des résultats nécessaires pour la prédiction de la durabilité de la pièce.

## 6.3 Etude du vieillissement du matériau

L'objectif de cette section est de démontrer l'existence de vieillissement chimique du matériau dû à son contact avec la graisse. Dans un second temps, on cherchera à caractériser l'impact de ce phénomène sur les propriétés mécaniques du matériau et à estimer le domaine de température où ce phénomène peut/ne peut pas être négligé.

### 6.3.1 Méthodes

Le vieillissement de la matière est étudié pour les deux mêmes graisses que précédemment. Suite à de nombreuses difficultés lors des essais de validation pour les soufflets contenant de la TP1, cette graisse est considérée comme agressive pour la matière. A l'inverse, la graisse CVS1 est considérée

comme douce. On étudiera donc ici les cas extrêmes rencontrés en pratique. Afin d'élargir les travaux menés, le vieillissement à l'air sera aussi étudié.

Toutes les éprouvettes de cette partie sont moulées par injection avec une longueur utile de 30 mm et une section de  $2 \times 4$  mm (H4).

Pour les essais à l'air, elles sont disposées sur des grilles ensuite placées en étuve. Pour les essais à la graisse, elles sont immergées dans un récipient tel que présenté sur la figure 6.7. Une attention particulière est portée afin qu'il n'y ait pas de contact entre les échantillons une fois immergés. Ce contenant est ensuite placé lui aussi en étuve.



FIGURE 6.7 – Disposition des éprouvettes dans le récipient de graisse avant immersion par enfouissement

La température des étuves est maintenue constante pendant toute la durée de l'essai, fixée à 500h (environ 3 semaines). Le phénomène de vieillissement étant accéléré par la température, quatre températures ont été étudiées : 100 °C, 120 °C, 130 °C et 140 °C. Cela permet ainsi d'étudier la variation de la cinétique du vieillissement entre la température utilisée pour le conditionnement et la température maximale des essais de validation sur banc de la pièce.

Des éprouvettes sont extraites de l'étuve à intervalle régulier (environ 48h) puis nettoyées avec un chiffon avant d'être testées. Le vieillissement est étudié au travers de l'évolution des propriétés mécaniques par les tests suivants :

- essai de traction à rupture ;
- essai de traction cyclé à rupture ;
- essai cyclé interrompu par des phases de relaxation de 5 minutes.

Les essais sont réalisés à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 2.28 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Le montage expérimental est identique à celui de la partie 2.2 : les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre large course et l'effort est mesuré à l'aide d'une cellule de force de 5 kN.

### 6.3.2 Résultats des essais mécaniques

#### Introduction

Nous exposerons dans cette partie uniquement les principales courbes (réponse du matériau en traction pour en fonction du temps pour les températures extrêmes étudiées) et une description des résultats obtenus. L'ensemble des courbes représentant les résultats des essais peuvent être trouvées dans l'annexe G.

## Vieillissement à l'air

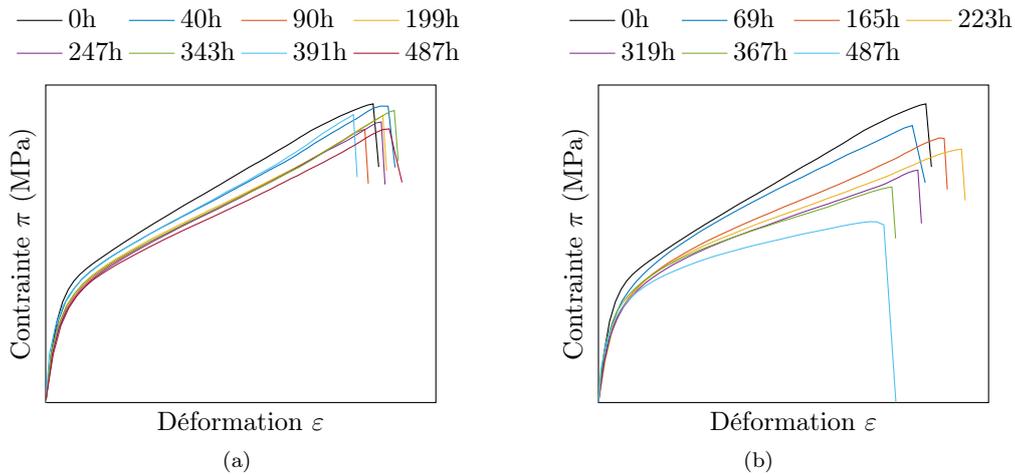


FIGURE 6.8 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans l'air à la température de (a) 100 °C (b) 140 °C

Les essais à 100 °C (figure 6.8a) ne permettent pas de constater une évolution nette du comportement du matériau.

Dans le cas des essais à 140 °C (figure 6.8b), on peut constater que, lorsque la durée de vieillissement augmente :

- la raideur du matériau reste inchangée pour des déformations inférieures à XX% ;
- la raideur apparente diminue pour des déformations supérieures à XXX% ;
- la déformation et la contrainte à rupture diminuent ;
- les déformations résiduelles augmentent ;
- le comportement lors des phases de relaxation reste inchangé.

## Vieillessement à la graisse CVS1

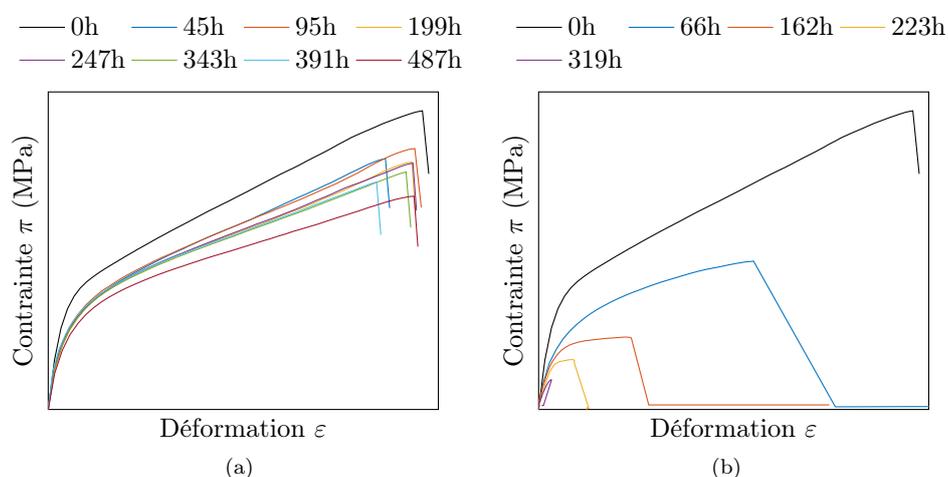


FIGURE 6.9 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (b) 140 °C

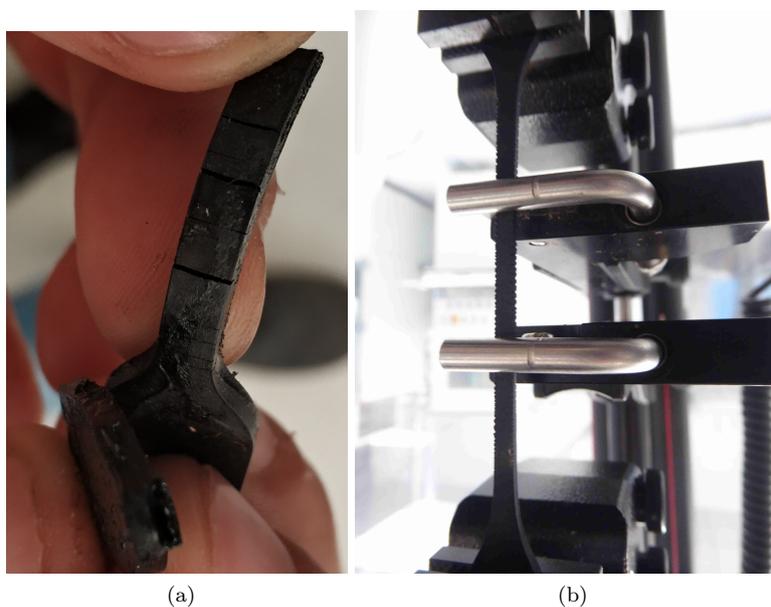


FIGURE 6.10 – (a) Mise en évidence de la présence de fissures à la surface des éprouvettes vieilles. (b) Ouverture des fissures lors de l'extension de l'éprouvette.

Lorsque la durée de vieillissement augmente, on peut constater (figure 6.9) que :

- la raideur du matériau ne change pas pour les premiers pourcents de déformation ;
- la raideur apparente du matériau au delà de la zone précédemment évoquée diminue fortement ;
- les propriétés à rupture (déformation, contrainte, énergie) diminuent ;

- les déformations résiduelles augmentent ;
- les comportement lors des phases de relaxation évoluent.

Cette graisse dégrade fortement les propriétés matériaux au cours des essais de vieillissement. La cinétique de dégradation est d'autant plus rapide que la température est haute. Les éprouvettes restantes à la fin de l'essai sont si fragiles qu'elles peuvent être rompues à la main et sans effort. Des fissures sont visibles en surface comme montré sur la figure 6.10a. Celles-ci sont d'autant plus visible lors d'un essai de traction en raison de leur ouverture sous effort comme illustré sur la figure 6.10b.

### Vieillissement à la graisse TP1

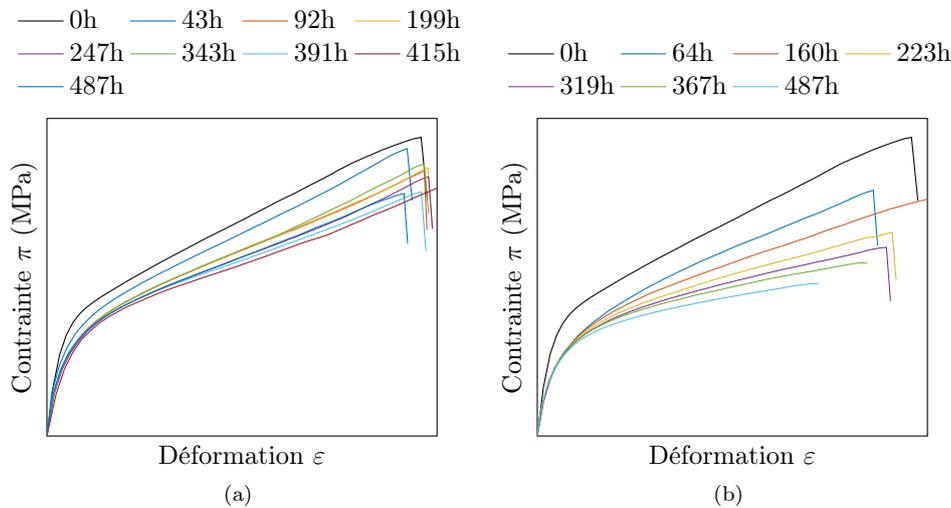


FIGURE 6.11 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

Les essais à 100 °C ne permettent pas de noter une évolution nette du comportement du matériau. Dans le cas des essais à 140 °C, on peut constater que, lorsque la durée de vieillissement augmente :

- la raideur du matériau reste inchangée pour des déformations inférieures à XX% ;
- la raideur apparente du matériau au delà de la zone précédemment évoquée diminue ;
- les propriétés à rupture (déformation, contrainte, énergie) faiblement ;
- les déformations résiduelles varient peu ;
- le comportement lors des phases de relaxation reste inchangé.

Le comportement constaté ici est semblable à celui de l'air et du CVS1 dans une moindre mesure.

### Conclusion

Pour l'ensemble des environnements testés (air, TP1, CVS1), le vieillissement se traduit par une chute des propriétés mécaniques d'autant plus importante que le temps passé en étuve est grand. De plus, l'amplitude du phénomène dépend de l'environnement. Ainsi la graisse CVS1 semble être plus néfaste pour le matériau que la graisse TP1 ou l'air. Ce résultat est surprenant car il ne correspond pas à l'expérience des membres du bureau d'étude de l'entreprise pour qui la graisse TP1 est la plus agressive. L'explication de ce résultat est l'objet de la suite de cette partie.

### 6.3.3 Modification des conditions expérimentale pour la prise en compte de l'oxydation

#### Analyse des résultats obtenus



FIGURE 6.12 – (a) Graisse TP1 après 500h à 100 °C (droite) et 140 °C (gauche) (b) vue en tranche du contenant de TP1 après 500 h à 140 °C

La photographie sur la figure 6.12a montre les contenants utilisés pour la graisse TP1 dans le cas des essais de vieillissement réalisés à 100 °C et 140 °C. Un fort changement de couleur de la graisse peut être constaté, suggérant une modification chimique de cette dernière pour le cas à 140 °C. Cette variation est illustrée plus précisément sur la figure 6.13. L'étude de la graisse dans la profondeur montre que ce changement de couleur est localisé dans une couche située en surface. Les contenants n'ayant pas été couverts, cela correspond à la zone en contact avec l'air extérieur. La consistance de cette couche supérieure est plus solide et dense que la couche inférieure.



FIGURE 6.13 – Illustration des variations de couleurs des différentes graisses au cours des essais de vieillissement en fonction de la température et de la position dans le contenant

L'étude visuelle des éprouvettes non utilisées à la fin de l'essai dans la TP1 à 140 °C (figure 6.14) montre une dégradation de l'état de surface. Ce changement n'est visible que dans la partie de l'éprouvette située dans la couche supérieure décrite précédemment. La partie de l'éprouvette en question semble posséder de plus une raideur plus importante et un mode de rupture fragile. Ces éléments tendent à nous faire supposer que le vieillissement du matériau par la TP1 est affecté par la présence d'air. Plus précisément, il semble que l'absence d'oxygène (lorsque les éprouvettes sont totalement immergées) limite la cinétique de vieillissement du matériau.



FIGURE 6.14 – Etat de surface des éprouvettes dans la graisse TP1 à 140 °C après 500h de vieillissement. La partie à droite de l'image se trouvait initialement dans la zone oxydée de la figure 6.12

### Proposition d'un nouveau protocole expérimental

Afin de confirmer cette hypothèse, un nouvel essai de vieillissement est mené avec des éprouvettes disposées à la surface d'un lit de graisse comme présenté sur la figure 6.15. Cet essai est effectué à la fois pour la TP1 (à 120 °C et 130 °C) et pour la CVS1 (à 130 °C). Ce type d'essai sera référencé comme {Graisse+air}.



FIGURE 6.15 – Disposition des éprouvettes sur un lit de graisse pour un vieillissement air + graisse

### Résultats complémentaires obtenus

Les courbes de traction pour différentes durées de vieillissement sont représentées dans l'annexe G. L'évolution de la contrainte à rupture pour les deux graisses est reproduite sur la figure 6.16. Dans le cas du TP1 (figure 6.16a), une accélération de la cinétique de vieillissement est constatée en présence d'air. Cette observation valide l'hypothèse proposée précédemment. On peut donc conclure que l'oxygène est un des réactifs de la réaction chimique de vieillissement entre la graisse TP1 et le matériau étudié.

Dans le cas de la graisse CVS1 (figure 6.16b), la cinétique de vieillissement est ralentie pour la configuration {air+graisse}. Il semblerait donc que l'air ne soit pas un réactif pour le vieillissement chimique du matériau avec la graisse CVS1. Ainsi, la dégradation du matériau est plus rapide dans le cas où les éprouvettes sont totalement immergées quand dans le cas semi-immersé (configuration {air+graisse}).

Pour finir les courbes des essais à rupture pour différents temps de vieillissement dans cette configuration expérimentale sont présentées figure 6.17a (CVS1) et 6.17b (TP1). On peut y constater différents modes de dégradation. Dans le cas de la graisse CVS1, on observe que la raideur du matériau varie peu pour les premiers pourcents puis diminue de manière d'autant plus importante

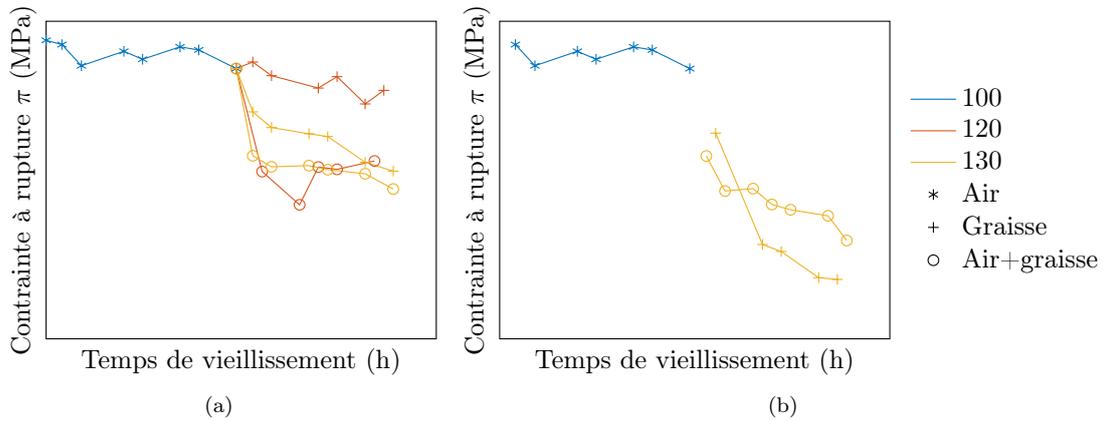


FIGURE 6.16 – Contrainte à rupture en fonction de la durée dans différentes configurations avec la graisse (a) TP1 (b) CVS1. La légende est commune aux deux figures.

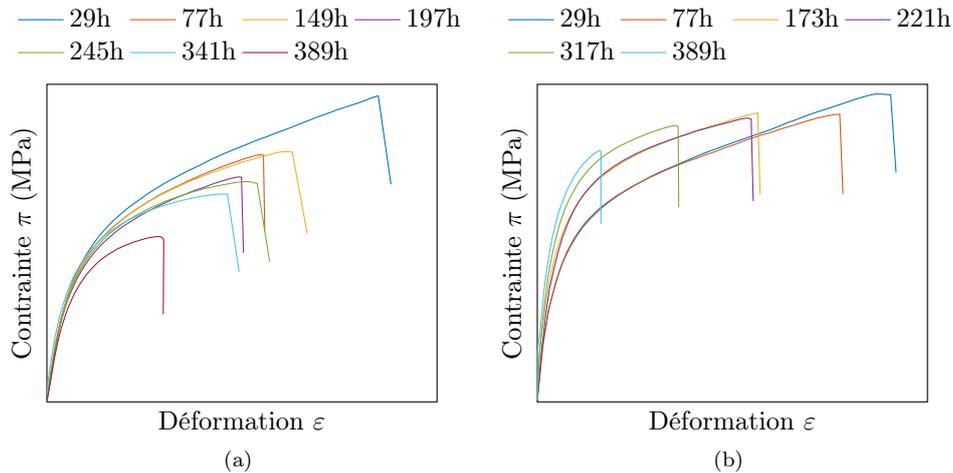


FIGURE 6.17 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le (a) {CVS1+air} (b){TP1+air} à la température de (b) 130 °C

que le temps de vieillissement est grand. Dans le cas de la graisse TP1, le matériau devient plus raide et son comportement semble passer de ductile à fragile.

Les conséquences macroscopiques du vieillissement, présentées précédemment, résultent de mécanismes microscopiques différents dans les deux cas étudiés. Des conjonctures sont possibles pour expliquer les résultats obtenus. Dans le cas du vieillissement à la graisse TP1, le raidissement observé peut être associé à la création de points de réticulation entre les chaînes de polymère. Le réseau créé possède donc des chaînes plus courtes, diminuant de fait la déformation avant la rupture [198] et augmentant sa raideur. Dans le cas de la graisse CVS1, plusieurs mécanismes peuvent être proposés pour expliquer les résultats obtenus :

- les réactions chimiques mises en jeu procèdent à la scission des chaînes de polymères ;
- la présence de graisse fragilise la phase cristalline du matériau ;
- une réaction transforme les blocs polyester (rigide) en polyether (souple).

Seuls des moyens non disponibles au laboratoire (spectroscopie infrarouge ou basé sur la résonance magnétique nucléaire) pourraient permettre de valider ces hypothèses.

#### 6.3.4 Mise en évidence du caractère hétérogène du vieillissement

Les éprouvettes semi immergées dans le protocole {air+graisse} présentent une forme courbe après étirement, comme représenté sur la figure 6.18. Cette allure de déformée peut être obtenue si un côté de l'éprouvette est plus raide ou possède des déformations plastiques plus importantes que l'autre. Cette asymétrie du comportement est la conséquence de celle du protocole expérimental. Par conséquent, le vieillissement est donc non homogène au sein de l'éprouvette.

Cette asymétrie n'est pas retrouvée dans le premier protocole proposé pour lequel les éprouvettes sont totalement immergées. Le vieillissement n'est toutefois pas homogène pour autant. En effet, à l'instant initial la concentration de graisse dans les éprouvettes est nulle et le vieillissement chimique ne peut avoir lieu qu'en surface. Un phénomène de diffusion dans le matériau fait augmenter la proportion de l'éprouvette en contact avec de la graisse. La réaction chimique de vieillissement devient donc possible à l'intérieur de l'échantillon. Toutefois il est possible que la cinétique de diffusion ne soit pas négligeable devant celle de la réaction. Ainsi le vieillissement de la zone en surface de l'éprouvette est plus important que celui à cœur. Ceci est d'autant plus vrai si la cinétique de réaction dépend de la concentration des réactifs. Ce phénomène a été illustré précédemment sur la figure 6.10.



FIGURE 6.18 – Forme résiduelle des éprouvettes avec un vieillissement AIR+TP1 de 300h

En théorie, deux méthodes sont possibles pour limiter l'hétérogénéité de vieillissement. La première consiste à utiliser des éprouvettes fines afin de diminuer la durée d'absorption. La seconde en conditionnant les éprouvette (pour qu'elles soient imbibées de graisse) avant l'essai de vieillissement à une température où la réaction est thermodynamiquement défavorisée. Cette approche pose toutefois plusieurs problèmes :

- la quantité de graisse absorbée dépend de la température et il y aura donc dans tous les cas une phase d'absorption de graisse lorsque la température sera augmentée pour l'essai de vieillissement ;
- la cinétique de diffusion dépend fortement de la température, ainsi le temps de conditionnement peut vite devenir prohibitif si la température nécessaire à l'arrêt de la réaction de

vieillessement est trop basse ;

- une connaissance a priori de la cinétique de réaction en fonction de la température est nécessaire afin de déterminer la température de la phase de conditionnement ;

Nous avons donc appliqué la première méthode en utilisant des éprouvettes de type H4. Toutefois, la partie précédente sur l'étude du phénomène de diffusion montre que les dimensions choisies restent trop importantes pour certains couples {graisse, température}. Ainsi pour le cas de la graisse CVS1, il est possible que ce soit la cinétique de diffusion qui soit limitante par rapport à celle de vieillissement. Par exemple, à 120 °C, il faut 20h pour atteindre la saturation de l'éprouvette et au bout de 30h la contrainte à rupture a diminué de XX%. Dans le cas d'une approche approfondie, on ne peut donc pas dire que le temps caractéristique de diffusion soit négligeable devant celui de la réaction de vieillissement.

### 6.3.5 Conclusions sur les essais de vieillissement

Les essais menés ont tout d'abord permis de valider l'existence de processus chimiques aboutissant au vieillissement du matériau. Un premier protocole d'essai a permis de montrer que la cinétique de réaction dépend de la température et des espèces en présence (air ou graisse et matière). Pour l'ensemble des cas, les propriétés mécaniques du matériau varient peu pendant 500 h à 100 °C. Au-delà de 100 °C, la cinétique du vieillissement augmente avec la température. Toutefois les résultats obtenus (air  $\underset{\text{agressif}}{<} \text{TP1} \underset{\text{agressif}}{<} \text{CVS1}$ ) ne sont pas totalement en cohérence avec l'expérience de l'entreprise (air  $\underset{\text{agressif}}{<} \text{CVS1} \underset{\text{agressif}}{<} \text{TP1}$ ).

Un second protocole d'expérience a ainsi été proposé. Celui-ci se place dans une configuration plus proche de celle du soufflet en condition d'utilisation par la cohabitation du matériau, de la graisse et de l'air ambiant. Dans ce cas, une accélération de la cinétique de dégradation a pu être constatée pour la TP1. Cela prouve ainsi qu'un des composants de l'air participe à la réaction chimique de vieillissement.

Or le premier protocole (par immersion) était jusqu'à ce jour le seul utilisé pour la caractérisation de la compatibilité {graisse, matière}. Nous avons donc non seulement montré qu'il était insuffisant mais nous avons de plus proposé une méthodologie d'essai plus en adéquation avec les conditions réelles d'utilisation des pièces.

### 6.3.6 Méthodes proposées pour le post-traitement des essais

Cette partie est une introduction à de futurs travaux de mise en place d'une méthode d'équivalence temps de vieillissement-température. Des pistes pour le post-traitement des essais sont donc proposées ici.

#### Introduction de la démarche et des hypothèses

D'après ce qui précède, en étudiant un volume  $V_{\text{més0}}$  de matériau et de taille mésoscopique (échelle de travail de cette thèse), on peut décomposer le vieillissement en plusieurs étapes :

- un premier phénomène de diffusion fait évoluer la concentration en graisse  $[s]$  dans  $V_{\text{més0}}$  ;
- une réaction chimique caractérisée par la variable d'avancement  $\xi([s], t_v)$  se produit entre la graisse et la matière ;

— la réaction précédente entraîne une modification structurale du matériau (rupture de chaîne, ...) et donc un changement du comportement mécanique.

Ce mécanisme est schématisé en fonction du temps de vieillissement  $t_v$  comme :



Une analyse complète du phénomène nécessiterait donc la connaissance de l'évolution de toutes ces grandeurs au cours du temps. Afin d'éviter une modélisation complexe, nous allons effectuer les hypothèses simplificatrices suivantes :

|  $\mathcal{H}_1$  : la cinétique d'absorption est très rapide par rapport à la cinétique de vieillissement

Cette hypothèse revient à supposer que la concentration en graisse est uniforme dans l'échantillon dès le début de l'essai et que le temps de vieillissement vu par l'éprouvette est identique au temps réel de l'expérimentation. Cette hypothèse est très forte d'après la sous-section précédente.

|  $\mathcal{H}_2$  : On suppose que l'état d'avancement maximal de la réaction chimique ne dépend pas de la concentration en graisse mais du taux de saturation (défini comme le rapport entre la concentration actuelle et la concentration maximale)

Cette hypothèse, une nouvelle fois très forte, revient à supposer que la variable d'avancement ne dépend que du temps de vieillissement et de la température. On suppose cela afin de faciliter le traitement des résultats expérimentaux mais il est clair que cette hypothèse est très discutable.

|  $\mathcal{H}_3$  : l'évolution d'une grandeur mécanique mesurable  $A$  peut être écrite sous la forme  $A = f(t_v/\tau)$  avec  $\tau$  suivant la forme d'une loi d'Arrhenius<sup>(4)</sup> :  $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a}{k_b T}\right)$  (avec  $\tau_0$  un temps,  $E_a$  une énergie d'activation,  $k_b$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température).

Cette approche est inspirée de celle de Neuhaus *et al.* [158]. On définit un temps caractéristique  $\tau$  du phénomène afin de pouvoir travailler avec la variable adimensionnelle  $t_v/\tau$ . Avec les notations du mécanisme schématique précédent et d'après  $\mathcal{H}_1 + \mathcal{H}_2$  :  $\xi([s], t_v) = \xi(t_v)$ , cela revient à écrire que :  $A = f(\xi(t_v), t_v) = f_2(t_v/\tau)$ . L'étude de l'évolution de  $\tau$  en fonction de la température nous permettra de valider la faisabilité d'une équivalence temps-température basée sur une loi d'Arrhenius.

### Introduction des indicateurs mécanique du vieillissement

L'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement est suivie au travers de quatre indicateurs différents : la contrainte à rupture, la raideur apparente à XX% et XX% de déformation et l'amplitude de fluage en contrainte normée ( $\pi_{norm}^{600} = \pi_{t=600\text{ s}}/\pi_{t=0}$ ) dont les évolutions sont représentées sur la figure 6.19. Toutes les courbes sont issues des essais de vieillissement à la graisse CVS1.

En utilisant l'hypothèse  $\mathcal{H}_3$ , on peut écrire chacun de ces indicateurs sous la forme  $A = f(t_v/\tau)$ . On choisit donc d'utiliser une fonction exponentielle (droite dans le diagramme semi-logarithmique) pour la contrainte à rupture et des fonctions linéaires pour les autres indicateurs. Afin de faciliter la comparaison, le temps caractéristique est calculé sur les courbes normées.

(4). En général, l'équation d'Arrhenius est plutôt écrite sous la forme  $k = k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{k_b T}\right)$  avec  $k$  homogène à l'inverse d'un temps. On a ici choisi un formalisme définissant de manière explicite un temps caractéristique  $\tau$ .

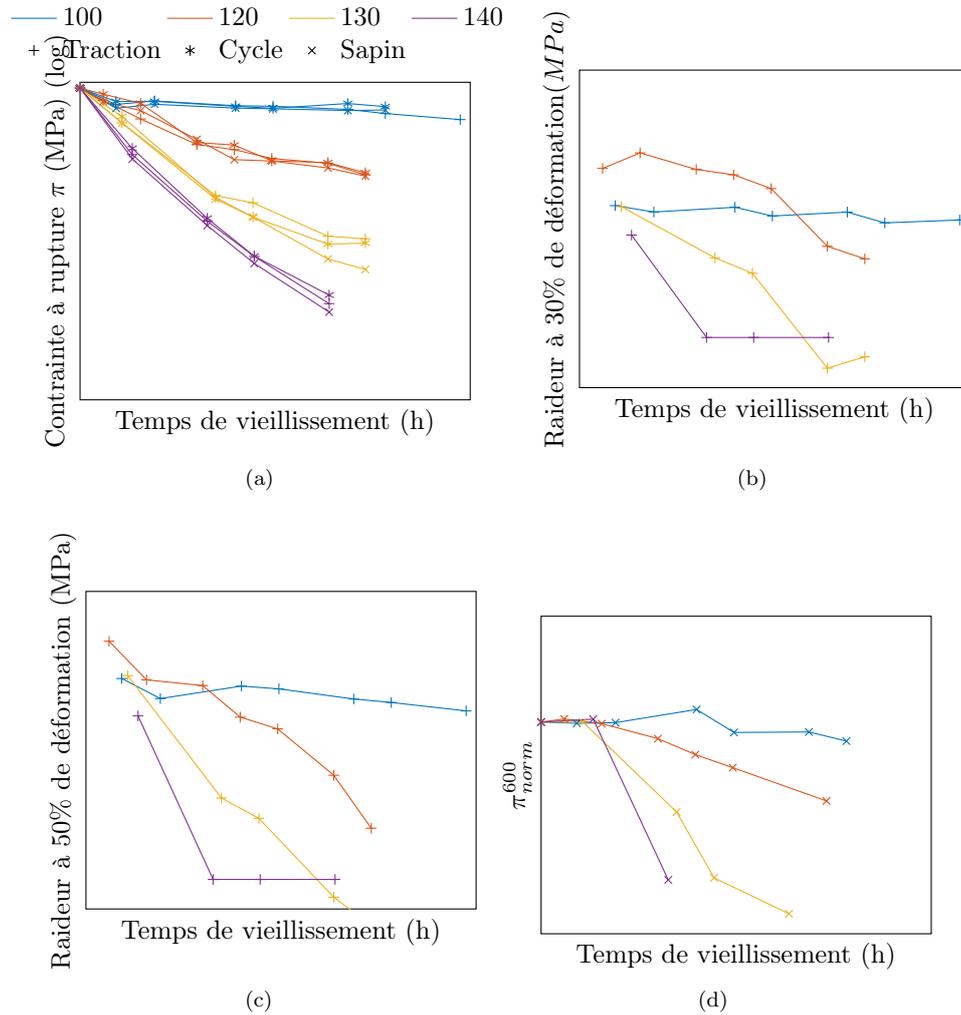


FIGURE 6.19 – Evolution de différentes caractéristiques mécaniques en fonction du temps de vieillissement. (a) Contrainte à rupture (diagramme semi-logarithmique), raideur apparente à (b) XX% et (c) XX% de déformation, (d) Contrainte de fluage normée.

Pour la raideur à XX% et XX% de déformation dans le cas des essais à 140 °C, les points où la grandeur n'évolue plus ne sont pas considérés pour la régression. Pour la contrainte de fluage normée, la régression n'est effectuée que sur les points où la grandeur varie, c'est-à-dire n'appartenant pas à la phase de plateau (correspondant à environ  $t_v < 65$  h).

### Equivalence temps-température basée sur une loi d'Arrhenius

La loi d'Arrhenius peut s'écrire sous la forme :

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a}{k_b T}\right) \iff \ln(\tau) = \ln(\tau_0) + \frac{E_a}{k_b} \frac{1}{T} \quad (6.8)$$

Ainsi, si le logarithme népérien du temps caractéristique du phénomène évolue linéairement en fonction de l'inverse de la température, alors le phénomène peut être modélisé par une loi d'Ar-

Arrhenius. Les résultats obtenus dans le cas du vieillissement à la graisse CVS1 et pour différents indicateurs sont présentés sur la figure 6.20.

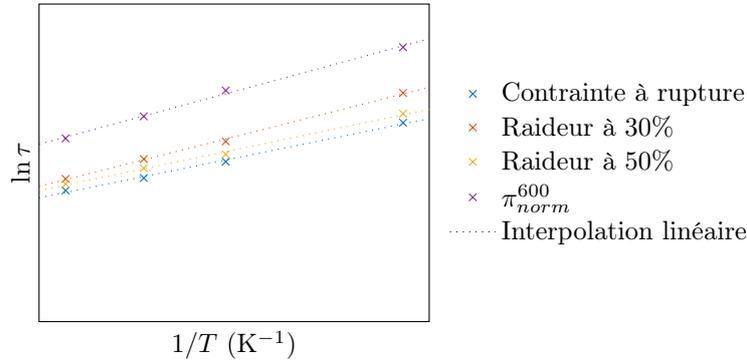


FIGURE 6.20 – Evolution du logarithme népérien du temps caractéristique de vieillissement en fonction de l'inverse de la température absolue.

Dans un premier temps, il est possible de conclure à une évolution linéaire des grandeurs étudiées figure 6.20, ce qui tend à confirmer la modélisation du vieillissement par une loi d'Arrhenius. Un écart au comportement linéaire relativement faible est constaté, cela étant donnée la forte dispersion des résultats sur la figure 6.19.

Dans un second temps, on remarque que toutes les interpolations linéaires présentent des pentes comparables. En étudiant l'équation 6.8, cela signifie que l'énergie d'activation de la réaction de vieillissement  $E_a$  ne dépend pas de l'indicateur étudié. Ce résultat semble cohérent avec le fait que le phénomène de vieillissement ne possède qu'une seule origine (chimique).

Pour finir, toutes les courbes obtenues présentent une ordonnée à l'origine différente. D'après l'équation 6.20 cela signifie que, au cours du vieillissement, la contrainte à rupture du matériau est affectée plus rapidement que la raideur apparente à XX% de déformation, qui elle-même affectée plus rapidement que la raideur apparente à XX% de déformation, qui est elle-même affectée plus rapidement que l'amplitude de fluage.

## Conclusions

Malgré des hypothèses très fortes émises et des données d'essai présentant une forte variabilité, nous avons obtenus des résultats intéressants sur le vieillissement chimique à la graisse. Toutes les grandeurs mécaniques étudiées semblent obéir à une loi cinétique de type Arrhenius. Ceci rend possible l'utilisation de procédures de vieillissement accéléré basées sur l'équivalence temps-température. La diversité des indicateurs de vieillissement étudiés permet d'espérer que l'évolution de l'intégralité du comportement mécanique peut être approché à l'aide de ce type d'équivalence. Toutefois des études liées aux hypothèses  $\mathcal{H}_2$  et  $\mathcal{H}_3$  restent à mener. Ces travaux futurs s'articuleraient autour de deux axes. Le premier concernerait spécifiquement la réaction chimique entre la graisse et le matériau. Le but serait ici de comprendre le mécanisme de la réaction afin d'appréhender sa cinétique (influence de la concentration en graisse, réaction totale ou partielle, ...) et son influence sur le polymère (scission des chaînes, fragilisation de phase cristalline, ...). Des premiers travaux sur ce point ont été menés par Sono *et al.* en 2018 [189]. Le second axe porterait sur les conséquences des changements à l'échelle moléculaire sur les propriétés mécaniques du polymère.

Plus précisément, il pourrait être intéressant de justifier physiquement la forme des lois d'évolution postulées de manière empirique dans ces travaux.

L'objectif final serait ainsi de prédire la durée de vie de soufflets en utilisation. Ces pièces peuvent être soumises à des cycles de température pouvant être imposés (comme lors des spécifications) ou subis (suite à l'auto-échauffement lors de l'utilisation). Afin de considérer le cas le plus général, il serait pertinent d'étudier l'influence de l'état mécanique sur la diffusion et la cinétique de vieillissement. Cet ajout amène de nombreuses problématiques supplémentaires. En effet, d'après la littérature, le chargement mécanique de pièces modifie les caractéristiques du phénomène de diffusion [6] et la cinétique de réaction chimique [67]. Il serait donc pertinent de quantifier cette influence afin de savoir s'il est possible de négliger ce couplage ou non.

### 6.3.7 Conclusion

Cette partie a permis, dans un premier temps, de démontrer l'existence d'un vieillissement du matériau, conséquences des réactions chimiques avec l'air et/ou la graisse. Ce processus, dont la cinétique dépend de la température, impacte fortement les propriétés mécaniques du matériau. On peut par exemple constater une chute de la déformation à rupture ou une modification de la raideur apparente. D'un point de vue général, l'impact du vieillissement sur une durée de 500h est visible pour des essais à 100 °C et devient important au-delà de 120°C.

Une modification du protocole classiquement utilisé par l'entreprise Trelleborg Boots pour les essais de vieillissement a permis de faire apparaître des mécanismes n'ayant pas été constatés sur les essais menés auparavant. Ces travaux ont ainsi fait évoluer les méthodes utilisées par l'entreprise pour la caractérisation de la compatibilité {graisse, matière}.

Une première modélisation de ce phénomène à l'aide d'une équivalence temps-température a été proposée et a abouti à des résultats encourageants. De nombreux développements (cf. la conclusion de la partie 6.3.6) restent à mener pour améliorer la compréhension et la modélisation du vieillissement.

Des essais complémentaires menés sur les éprouvettes vieilles et non présentées ouvrent d'autres perspectives d'étude :

- des essais de caractérisation par DSC ont montré l'apparition d'un second pic de fusion ainsi qu'un déplacement de la température de transition vitreuse au fur et à mesure du vieillissement ;
- des observations à l'aide d'un microscope ont montré une forte modification de l'état de surface des éprouvettes (apparition de cratères, de fissures, d'inclusions, ...).

Cette dernière observation devient pertinente lorsqu'elle est replacée dans un cadre plus général de durabilité du matériau. En effet, des défauts créés en surface peuvent servir d'amorces à des fissures qui pourront ensuite propager par des mécanismes de fatigue mécanique. La cohabitation, l'alternance et la coopération des phénomènes de vieillissement et de fatigue est donc un facteur à étudier dans de prochains travaux.

## Conclusion et perspectives



## Conclusion

Les travaux de ce document sont le résultat de la collaboration entre une équipe de recherche du laboratoire de Génie Civil et Mécanique de Centrale Nantes et l'entreprise Trelleborg. Plus précisément, avec la Business Unit Trelleborg boots, premier producteur mondial de soufflets de joints homocinétiques. L'objectif de l'entreprise au travers de ces travaux est d'améliorer la durabilité de cette pièce automobile.

Comme nous l'avons rappelé dans le premier chapitre, les soufflets de joints homocinétiques sont utilisés dans des conditions extrêmes : grandes déformations ( $\pm XX\%$ ), présence de solvant chimique (graisse), large plage de température d'utilisation ( $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  à  $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), grand nombre de cycles de chargement... Nous avons donc montré que les polymères de la famille des thermoplastiques élastomères copolyester-ether (actuellement utilisés par l'entreprise) sont ceux qui offrent la meilleure durabilité pour ces conditions d'utilisation. Toutefois ce choix de matériau ne permet pas à lui seul de garantir une durabilité suffisante pour les soufflets et de nombreux phénomènes préjudiciables sont constatés en pratique : fatigue à grand nombre de cycle, abrasion, ... L'objectif final de cette collaboration est donc la caractérisation de ces phénomènes au travers d'un critère de fatigue prenant en compte l'historique de chargement thermique et mécanique.

Les thermoplastiques élastomères faisant l'objet de peu de publications à ce jour, nous avons restreint nos travaux autour des deux principales causes limitant la durabilité des soufflets : le vieillissement chimique et la fatigue à grand nombre de cycle. Dans le but de séparer les phénomènes liés aux propriétés du matériau de ceux liés à des effets de structure, les essais de durabilité ont été effectués sur des éprouvettes calibrées. Afin d'appliquer les résultats de fatigue obtenus au cas du soufflet, nous proposons de s'appuyer sur des résultats éléments-finis obtenus à l'aide d'une loi de comportement adaptée aux matériaux thermoplastiques élastomères.

Ainsi, le premier chapitre a permis de présenter de manière plus précise le contexte d'utilisation du soufflet et de justifier le choix des thermoplastiques élastomères pour cette application. Ces matériaux présentant une structure moléculaire particulière ayant une influence sur le comportement observé, la morphologie du polymère et son évolution sous contrainte ont été décrites. Les mécanismes microscopiques à l'œuvre permettent d'apporter des explications sur les propriétés de ce matériau, à mi-chemin entre les caoutchoucs et les matériaux semi-cristallins.

Dans un second temps, une campagne expérimentale a été mise en place pour caractériser le comportement du matériau. Nous avons ainsi montré que le thermoplastique élastomère copolyester-ether étudié présente un comportement hyper-élastique endommageable proche de celui des caoutchoucs mais aussi de fortes déformations résiduelles après son extension. Le matériau possède de plus une réponse hystérétique résultant de plusieurs mécanismes visqueux avec des caractéristiques variant de plusieurs secondes à plusieurs heures. Pour finir, le comportement du polymère évolue avec la température et son conditionnement dans la graisse.

Ces constatations ont abouti à la proposition de deux lois pour modéliser le comportement du matériau. La première est hyperélastique endommageable avec de la plasticité isotrope et sans effets visqueux. Ce modèle permet de retrouver les principales caractéristiques du comportement et une méthode d'identification a été proposée pour déterminer l'ensemble des paramètres de manière fiable à partir d'un unique essai. L'implémentation dans un code éléments finis de ce modèle a été effectuée et donne des résultats relativement proches de ceux des essais. Pour les cas

où la précision est importante comme lorsque ces résultats servent d'entrée au calcul d'un critère de fatigue, un second modèle plus complet a été proposé. La seconde inclut des effets visqueux afin de représenter au plus près le comportement du matériau. Une stratégie d'identification a été proposée et permet à partir de deux essais d'obtenir de bons résultats pour des déformations inférieures à 50 %. Toutefois, le modèle doit encore être complété afin de pouvoir modéliser le comportement sur une large plage de vitesse de sollicitation.

Pour finir, des campagnes expérimentales ont été menées à la fois pour la fatigue à grand nombre de cycles et pour le vieillissement. Dans le cas de fatigue, une courbe de Wöhler a été faite et a permis de déterminer la limite de fatigue du matériau pour des chargements alternés à 5 Hz et à 70 °C. Cette valeur a ensuite servi de référence pour la mise en place d'une méthode rapide de détermination de la limite de fatigue. L'absence de résultat pour des éprouvettes fines a conduit à la conception d'une nouvelle géométrie d'éprouvette plus adaptée. La production de ces éprouvettes n'étant arrivée que tardivement, peu d'essais ont pu être effectués avec. Toutefois, l'étude des premiers résultats permet de distinguer clairement 3 indicateurs pouvant être utilisés dans le cadre de méthodes rapide de détermination de la limite de fatigue : le point d'inversion de la courbe contrainte-déformation stabilisée, les déformations résiduelles et la pente initiale de l'élévation de la température. L'application de ces indicateurs à différents cas de chargements semble indiquer que la durée de vie du matériau dépend uniquement de l'amplitude de chargement et pas de la valeur moyenne. De même il semble que la température et le procédé de fabrication des éprouvettes aient une forte influence sur la limite de fatigue du matériau.

L'interaction entre la graisse et la matière a finalement été étudiée au travers de l'absorption et de la dégradation des propriétés mécaniques du polymère. Les résultats obtenus permettent de montrer qu'il est possible de modéliser la cinétique d'absorption de la graisse à l'aide d'une loi de Fick dont le coefficient de diffusion dépend de la température. La quantité de graisse absorbée ainsi que la cinétique d'absorption sont de plus fortement dépendantes du couple {graisse-matière}. D'autre part, les essais de vieillissement ont permis de montrer que la dégradation des propriétés mécaniques du matériau pouvait être modélisée par une loi d'Arrhenius. Ainsi la cinétique de vieillissement dépend de la température. Plus généralement, la cinétique et les mécanismes de vieillissement dépendent du couple {graisse,matière} et des conditions expérimentales.

## Contributions

Dans ce travail, les contributions scientifiques majeures sont :

- La constitution d'une base de données expérimentale fournie permettant d'appréhender le comportement des matériaux thermoplastiques élastomère copolyester-ether. Les essais menés ont permis d'identifier un grand nombre de phénomènes présents dans le matériau et pouvant servir à la construction de futurs modèles de comportement.
- La proposition de deux modèles de comportement adaptés aux thermoplastiques élastomères ainsi que des méthodes d'identification des paramètres pour chacun d'entre eux. L'utilisation de modèles rhéologiques a permis le développement de modèle pouvant prendre en compte l'écroissance cinématique dans le cadre des grandes déformations.
- La constitution d'une base de données sur le comportement en fatigue des thermoplastiques élastomères copolyester-ether. Cette base de données est complétée par des premiers résul-

tats très encourageants pour l'utilisation de méthodes de détermination rapide de la limite de fatigue et sur le choix d'indicateurs pertinents. Des premières idées pour la construction d'un critère de fatigue adapté aux thermoplastiques élastomère ont été proposées.

- La constitution d'une base de données d'essais de vieillissement d'un matériau TPE-E à l'air et pour deux différentes graisses. Plusieurs mécanismes identifiés aboutissent à des modifications des propriétés mécaniques. Une modélisation par une loi d'Arrhenius a permis de modéliser correctement le phénomène.

D'un point de vue industriel, les contributions majeures sont :

- La modification du banc de fatigue de l'entreprise Trelleborg Boots ainsi que la conception d'une nouvelle géométrie d'éprouvette adaptée. Cette modification permettra d'effectuer les essais nécessaires pour la détermination rapide de la limite de fatigue directement dans l'entreprise. La nouvelle géométrie d'éprouvette peut, de plus, être utilisée pour la caractérisation du comportement mécanique de l'ensemble des matériaux thermoplastiques élastomères utilisés par l'entreprise pour des sollicitations en traction, compression ou torsion.
- La modification de la procédure de détermination de la compatibilité graisse-matière. Les essais de compatibilité étaient jusqu'à maintenant effectué par immersion d'éprouvettes dans la graisse. Par ces travaux nous avons modifié cette procédure après avoir montré que, pour certaines configurations, l'air était un des réactifs. Ainsi, désormais un second test complémentaire et plus proche des conditions d'utilisation du soufflet est effectué.

## Perspectives

De nombreux travaux restent à mener avant de pouvoir prédire totalement la durée de vie des soufflets. Tout d'abord la connaissance du matériau doit être approfondie par une caractérisation expérimentale plus poussée. Ainsi, les deux grandes hypothèses faites dans ces travaux (l'isotropie et l'incompressibilité) doivent être étudiées. Plus précisément, les résultats d'incompressibilité lors d'un essai de traction obtenus à température ambiante doivent être vérifiés pour toute la plage de température d'utilisation des soufflets. L'influence du conditionnement à la graisse des éprouvettes sur cette hypothèse doit de plus être prise en compte. D'autre part, des essais multiaxiaux tels que la traction biaxial doivent être mis en place pour quantifier la perte d'isotropie du matériau en fonction de son historique de chargement. Plus généralement, les essais effectués dans ces travaux doivent être étendus à d'autres températures afin d'identifier les propriétés des deux domaines d'évolution du comportement identifiés lors des essais de DMA. De nouveaux essais peuvent être ajoutés à ceux déjà présentés afin d'étudier la cinétique de fusion et de recristallisation sous contrainte de la phase cristalline. Dans le cas où un procédé de recristallisation est effectivement observé, cela signifie qu'un mécanisme de renforcement du matériau est possible et que les phases de repos doivent être prises en compte pour la prédiction de la durabilité du matériau. Pour finir, il serait pertinent de répéter cette caractérisation sur les différents matériaux utilisés par Trelleborg pour les soufflets. Cela permettrait d'étudier l'influence du choix des monomères et de leurs quantités respectives sur le comportement mécanique du matériau. Les cas extrêmes (très grande et très faible proportion de segments rigides) peuvent ainsi apporter de riches informations sur les mécanismes influant le comportement du matériau et aider à la justification de la structure

d'un modèle rhéologique.

D'autre part, le modèle de comportement du matériau peut être amélioré et développé. En effet, les modèles de cette thèse restent très phénoménologiques et il est possible dans de futurs travaux de construire un modèle de comportement physiquement motivé. Plus généralement, un lien plus concret doit pouvoir être tracé entre les phénomènes observés, les changements microstructuraux et des grandeurs physiques du matériau (taux de cristallinité, enthalpie libre de fusion, taux de segments rigides, ...). Cette approche permettrait plus facilement de prendre en compte de l'influence de la température et du vieillissement aussi bien physique que chimique sur les propriétés du matériau. L'objectif à long terme est de construire un modèle couplant la température, le comportement mécanique, le vieillissement physique (gonflement) et le vieillissement chimique. L'interaction entre le comportement mécanique et le comportement thermique impose un calcul fiable de la dissipation mécanique et donc de calculer correctement les dissipations associés aux effets visqueux du matériau sur une large plage de fréquence (0 à 30 Hz pour les soufflets). Cela peut se faire au travers de modèles statistiques ou de modèles basés sur les dérivées fractionnaires. La modélisation du gonflement du matériau à cause de l'absorption de graisse peut s'inspirer des travaux déjà existants pour les gels de polymère se basant sur une décomposition volumétrique/déviatorique du tenseur gradient de la déformation. La difficulté principale réside dans la prise en compte de la réaction de vieillissement chimique dans le modèle. En effet, cette réaction dépend de la quantité des réactifs en présence et donc de la diffusion. De plus, elle peut modifier les caractéristiques mécaniques du matériau mais aussi la cinétique de diffusion de la graisse (par analogie avec l'effet D.L.O), sa composition chimique et son affinité avec le polymère. Ainsi la détermination de l'état de vieillissement de la matière après une succession de chargements thermo-mécanique semble être extrêmement complexe et devra sûrement faire l'objet d'un grand nombre d'hypothèses simplificatrices (ordre entier de la réaction chimique, pas d'influence de l'état mécanique sur la cinétique chimique, ...).

Ce modèle complet de comportement présente un intérêt d'un point de vue de la recherche scientifique. En effet, étant basé sur des arguments physiques, il peut servir à analyser et à comprendre les mécanismes constituant le comportement du matériau. Par exemple, il est peut-être possible d'associer ainsi l'apparition des phénomènes de fatigue à l'activation d'un phénomène pris en compte dans le modèle (rupture de la phase cristalline, réarrangement de la structure du matériau ...). D'un point de vue industriel, ce modèle complet ne présente pas d'intérêt mais peut servir de justification à d'éventuelles hypothèses simplificatrices pour la simulation. Par exemple, il est possible de ne s'intéresser qu'à la réponse stabilisée du soufflet. Ainsi on néglige la phase transitoire de diffusion de la graisse pour ne conserver que le gonflement du matériau. Si le chargement mécanique n'a pas d'influence sur la cinétique de la réaction chimique de vieillissement, la connaissance de la température stabilisée du soufflet pour les divers cas de chargement étudiés est suffisante pour prédire le temps nécessaire à ce que les propriétés du matériau diminuent jusqu'à une valeur seuil. Ainsi, en connaissant le comportement général il est possible d'identifier les phénomènes ayant peu d'influence les uns sur les autres et donc de les découpler à l'aide d'hypothèses dont l'erreur induite peut être quantifiée.

Pour finir, les résultats obtenus pour la fatigue à grand nombre de cycles doivent être étendus à différents types de chargement afin de construire un critère de fatigue multiaxial, dépendant de la température et du vieillissement du matériau. Ce critère doit être capable de prendre en considé-

ration l'accumulation des dommages lors de la succession de cycles thermiques ou mécaniques de différents amplitudes. Ainsi il est possible d'envisager des lois d'accumulation des dommages de type Miner, des lois d'accumulation d'autres grandeurs (par exemple Janssen *et al.* [97] proposent la plasticité cumulée) ou une approche basée sur les probabilités [196, 82]. D'un point de vue plus concret, les mécanismes d'initiation et de propagation des fissures de fatigue dans les TPE-E doivent être identifiés afin d'aiguiller le choix d'un critère. Pour finir, ce critère doit être implémenté dans un code éléments finis sous la forme d'une routine en post-traitement des résultats obtenus par un modèle, faisant ainsi le lien entre les parties II et III de ce manuscrit.

D'un point de vue plus large, de nombreuses problématiques pouvant avoir une influence sur la durée de vie des soufflets n'ont pas ou ont peu été évoquées dans ces travaux. On peut par exemple citer le phénomène d'abrasion qui peut présenter un axe de recherche important, d'autant plus que l'état de surface de la pièce évolue avec la migration de graisse. D'autre part, l'influence du procédé a peu été évoqué et certains paramètres peuvent avoir une influence sur le comportement mécanique et la durée de vie comme par exemple la température de chauffe de la matière avant l'extrusion, la température du moule... Il a été vu en effet que le procédé d'injection pouvait créer en surface de l'éprouvette une "peau" générant des contraintes résiduelles pouvant accélérer la création de fissures de fatigue. Dans ce cas, il est possible de se demander si un recuit des pièces concernées améliorerait leurs propriétés. D'autre part, il est possible qu'une chauffe trop importante de la matière avant son extrusion puisse favoriser des phénomènes d'oxydation ou de rupture de chaîne, ce qui détériore les propriétés mécaniques finales de la pièce. Pour finir, il serait pertinent d'étudier l'anisotropie du matériau induite par le procédé d'extrusion-soufflage des pièces.



# Annexes



## Annexe A

# Définition de l'amplitude transverse d'un cycle

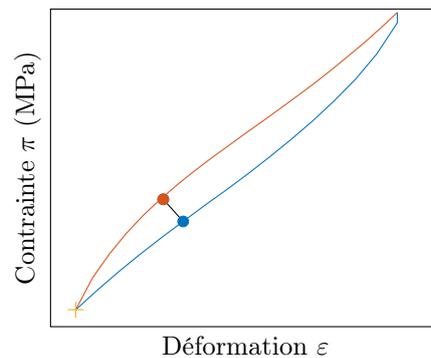


FIGURE A.1 – Cycle étudié pour l'exemple

On considère un point de coordonnées  $(x_b, y_b)$  appartenant à la décharge du cycle (courbe bleue figure A.1). La fonction  $f$  telle que  $y_b = f(x_b)$  est considérée comme continue et dérivable sur son domaine de définition. On peut donc calculer en tout point une tangente et une normale. Le point rouge, de coordonnée  $(x_r, y_r)$  est défini comme le point d'intersection entre la droite normale à la courbe bleue passant par le point bleu et la courbe de charge (courbe rouge).

La distance  $d$  est définie comme :

$$d = \sqrt{(x_r - x_b)^2 + (y_r - y_b)^2} \quad (\text{A.1})$$

Et l'amplitude transverse  $A_t$  d'un cycle est définie comme :

$$A_t = \max_{(x_b, y_b)} d \quad (\text{A.2})$$



## Annexe B

# Comparaison traction-compression

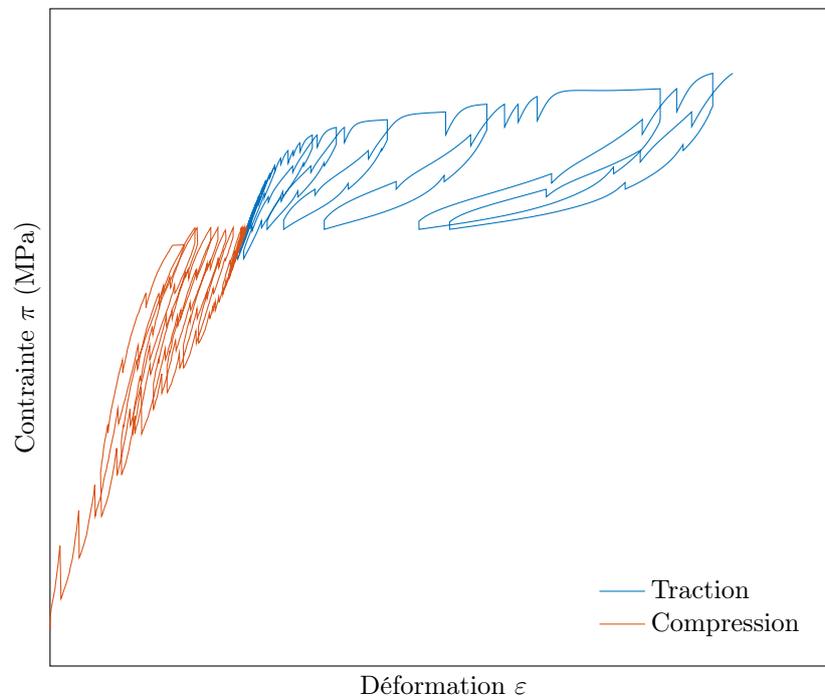


FIGURE B.1 – Comparaison du comportement du matériau en traction et en compression

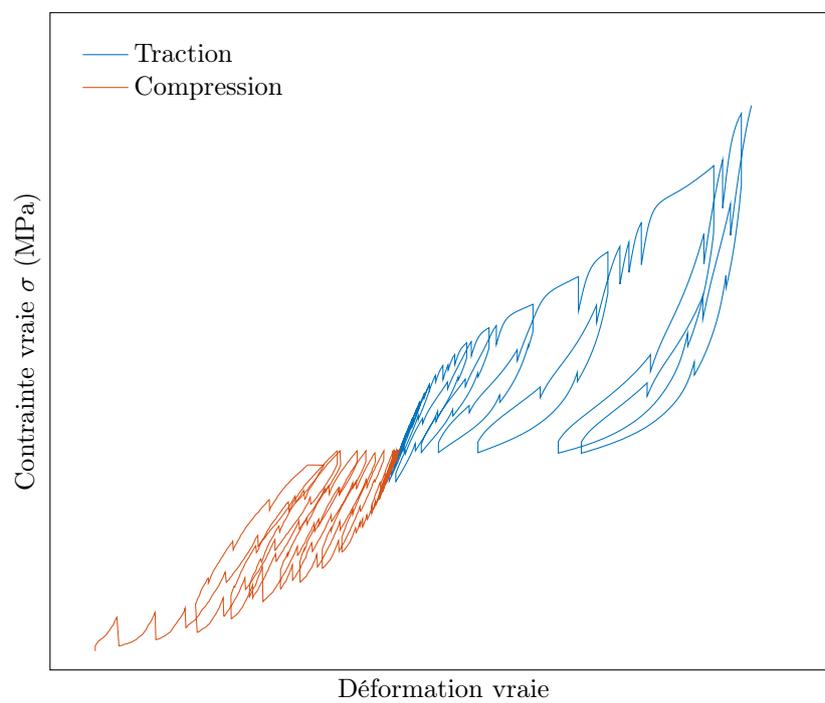


FIGURE B.2 – Comparaison du comportement du matériau en traction et en compression

## Annexe C

# Assemblage d'éléments rhéologiques dans le cadre des grandes déformations

L'assemblage d'éléments rhéologique dans le cadre des grandes déformations et dans le cas tridimensionnel a déjà fait l'objet de plusieurs publications [117, 184, 107]. Les équations obtenues sont redémontrées dans cette annexe, réécrites avec les notation utilisées depuis le début du présent document et sous une forme simple.

### C.1 Idée principale

L'idée principale de cette démarche est l'équivalence des énergies : la puissance apportée au système est égale à la somme des puissances des éléments du système. Sous une forme mathématique cela donne :

$$\mathcal{P} = \sum \mathcal{P}_i \tag{C.1}$$

Cette équivalence sera étudié dans un premier temps pour le cas de deux éléments en parallèle puis pour deux éléments en série. La généralisation à un nombre  $n$  d'éléments étant immédiate.

### C.2 Rappel des notations

Soit  $\mathbf{F}$  un tenseur gradient de la déformation et  $\boldsymbol{\sigma}$  la contrainte de Cauchy, on peut définir :

Pour finir, on note “:” le produit doublement contracté.

Dénomination	Notation	Formule
Jacobien de $\mathbf{F}$	$J$	$J = \det(\mathbf{F})$
Tenseur de Cauchy-green droit	$\mathbf{C}$	$\mathbf{C} = (\mathbf{F}^t)\mathbf{F}$
Tenseur de Green-Lagrange	$\mathbf{E}$	$\mathbf{E} = \frac{1}{2}(\mathbf{C} - \mathbf{1})$
Tenseur de Cauchy-green gauche	$\mathbf{B}$	$\mathbf{C} = \mathbf{F}(\mathbf{F}^t)$
Tenseur taux de déformation	$\mathbf{L}$	$\mathbf{L} = \dot{\mathbf{F}}\mathbf{F}^{-1}$
Tenseur taux de déformation symétrique	$\mathbf{D}$	$\mathbf{D} = \frac{1}{2}(\mathbf{L} + \mathbf{L}^t)$
Dérivée temporelle eulérienne	$\mathbf{B}^\square$	$\mathbf{B}^\square = \dot{\mathbf{B}} - \mathbf{L}\mathbf{B} + \mathbf{B}\mathbf{L}$
Tenseur de Piola-Kirchhoff 2	$\mathbf{S}$	$J\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{F}\mathbf{S}\mathbf{F}^t$

TABLEAU C.1 – Rappel des notations utilisées

### C.3 Assemblage en parallèle

Calcul des énergies :

$$\begin{aligned}
\mathcal{P} &= \boldsymbol{\sigma} : \dot{\mathbf{D}} = \mathbf{S} : \dot{\mathbf{E}} = \frac{1}{2}\mathbf{S} : \dot{\mathbf{C}} \\
\mathcal{P}_1 &= \boldsymbol{\sigma}_1 : \dot{\mathbf{D}}_1 = \mathbf{S}_1 : \dot{\mathbf{E}}_1 = \frac{1}{2}\mathbf{S}_1 : \dot{\mathbf{C}}_1 \\
\mathcal{P}_2 &= \boldsymbol{\sigma}_2 : \dot{\mathbf{D}}_2 = \mathbf{S}_2 : \dot{\mathbf{E}}_2 = \frac{1}{2}\mathbf{S}_2 : \dot{\mathbf{C}}_2
\end{aligned} \tag{C.2}$$

Contrainte cinématique d'un assemblage en parallèle :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_1 = \mathbf{F}_2 \iff \dot{\mathbf{D}} = \dot{\mathbf{D}}_1 = \dot{\mathbf{D}}_2 \iff \dot{\mathbf{C}} = \dot{\mathbf{C}}_1 = \dot{\mathbf{C}}_2 \tag{C.3}$$

Equivalence des puissances (équation C.1) :

$$\mathcal{P} = \sum \mathcal{P}_i \iff \forall \dot{\mathbf{D}}, (\boldsymbol{\sigma} - (\boldsymbol{\sigma}_1 + \boldsymbol{\sigma}_2)) : \dot{\mathbf{D}} = 0 \tag{C.4}$$

$$\iff \forall \dot{\mathbf{C}}, (\mathbf{S} - (\mathbf{S}_1 + \mathbf{S}_2)) : \dot{\mathbf{C}} = 0 \tag{C.5}$$

$$\iff \boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}_1 + \boldsymbol{\sigma}_2 \tag{C.6}$$

$$\iff \mathbf{S} = \mathbf{S}_1 + \mathbf{S}_2 \tag{C.7}$$

$$\tag{C.8}$$

### C.4 Assemblage en série

Calcul des énergies :

$$\begin{aligned}
\mathcal{P} &= \boldsymbol{\sigma} : \dot{\mathbf{D}} = \mathbf{S} : \dot{\mathbf{E}} = \frac{1}{2}\mathbf{S} : \dot{\mathbf{C}} \\
\mathcal{P}_1 &= \boldsymbol{\sigma}_e : \dot{\mathbf{D}}_e = \mathbf{S}_e : \dot{\mathbf{E}}_e = \frac{1}{2}\mathbf{S}_e : \dot{\mathbf{C}}_e \\
\mathcal{P}_2 &= \boldsymbol{\sigma}_p : \dot{\mathbf{D}}_p = \mathbf{S}_p : \dot{\mathbf{E}}_p = \frac{1}{2}\mathbf{S}_p : \dot{\mathbf{C}}_p
\end{aligned} \tag{C.9}$$

Contrainte cinématique d'un assemblage en série :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p \tag{C.10}$$

Calcul intermédiaires :

$$\dot{\mathbf{C}} = \dot{\mathbf{F}}^t \cdot \mathbf{F} + \mathbf{F}^t \cdot \dot{\mathbf{F}} = \dot{\mathbf{F}}_p^t \cdot \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p + \mathbf{F}_p^t \cdot \mathbf{C}_e \cdot \dot{\mathbf{F}}_p^t + \mathbf{F}_p^t \cdot \dot{\mathbf{C}}_e \cdot \mathbf{F}_p \quad (\text{C.11})$$

$$\mathcal{P} = \frac{1}{2} \mathbf{S} : \dot{\mathbf{C}} \quad (\text{C.12})$$

$$= \frac{1}{2} \text{tr} \left( \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \cdot \dot{\mathbf{C}}_e \right) + \frac{1}{2} \text{tr} \left( \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \cdot \mathbf{F}_p^{-t} \cdot \dot{\mathbf{F}}_p^t \right) + \frac{1}{2} \text{tr} \left( \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \cdot \mathbf{C}_e \cdot \dot{\mathbf{F}}_p \cdot \mathbf{F}_p^{-1} \right) \quad (\text{C.13})$$

$$= \frac{1}{2} \text{tr} \left( \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \cdot \dot{\mathbf{C}}_e \right) + \frac{1}{2} \text{tr} \left( [\mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t] \cdot \mathbf{L}_p^t \right) + \frac{1}{2} \text{tr} \left( \left( [\mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t]^t \right) \cdot \mathbf{L}_p \right) \quad (\text{C.14})$$

$$= \frac{1}{2} \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t : \dot{\mathbf{C}}_e + \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t : \mathbf{D}_p \quad (\text{C.15})$$

Equivalence des puissances (équation C.1) :

$$\mathcal{P} = \sum \mathcal{P}_i \iff \forall \dot{\mathbf{D}}_p, \forall \dot{\mathbf{C}}_e, \frac{1}{2} \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t : \dot{\mathbf{C}}_e + \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t : \mathbf{D}_p = \frac{1}{2} \mathbf{S}_e : \dot{\mathbf{C}}_e + J_p \boldsymbol{\sigma}_p : \mathbf{D}_p \quad (\text{C.16})$$

$$\iff \mathbf{S}_e = \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \text{ et } \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t = J_p \boldsymbol{\sigma}_p \quad (\text{C.17})$$

A partir des équations C.15, de celles du tableau C.1 adaptées pour chacun des tenseurs de l'étude et de la partition multiplicative C.10 on peut montrer que :

$$\mathbf{S}_e = \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t = \mathbf{F}_e^{-1} \cdot J \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{F}_e^{-t} \quad (\text{C.18})$$

Et donc avec  $J_e \boldsymbol{\sigma}_e = F_e \mathbf{S}_e \mathbf{F}_e^t$ , il vient :

$$J_e \boldsymbol{\sigma}_e = J \boldsymbol{\sigma} \quad (\text{C.19})$$

D'autre part :

$$J_p \boldsymbol{\sigma}_p = \mathbf{C}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t = \mathbf{F}_e^t \cdot \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t = \mathbf{F}_p^{-t} \cdot \mathbf{C} \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{F}_p^t \quad (\text{C.20})$$

et avec  $J_p \boldsymbol{\sigma}_p = \mathbf{F}_p \cdot \mathbf{S}_p \cdot \mathbf{F}_p^t$  il vient :

$$\mathbf{C} \mathbf{S} = \mathbf{F}_p^t \cdot J_p \boldsymbol{\sigma}_p \cdot \mathbf{F}_p^{-t} = \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p \quad (\text{C.21})$$

Ce qui est exactement le même résultat que celui trouvé directement à partir de la dérivation de l'énergie libre équation 3.49.



## Annexe D

# Démonstration de la conservation de l'incompressibilité

En définissant

$$J_p = \det(\mathbf{C}_p) \quad (\text{D.1})$$

Il vient d'après [23] :

$$\dot{J}_p = \frac{1}{2} J_p \mathbf{C}_p^{-1} : \dot{\mathbf{C}}_p = \frac{1}{2} J_p \text{tr}(\mathbf{C}_p^{-1} \cdot \dot{\mathbf{C}}_p) \quad (\text{D.2})$$

et comme :

$$\dot{\mathbf{C}}_p = \dot{\lambda} \frac{\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \leftrightarrow \mathbf{C}_p^{-1} \cdot \dot{\mathbf{C}}_p = \dot{\lambda} \frac{\mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \quad (\text{D.3})$$

Il vient d'après 3.25 :

$$\dot{J}_p = \frac{1}{2} J_p \frac{\dot{\lambda}}{\sqrt{\text{tr}(\mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D \cdot \mathbf{C}_p \cdot \mathbf{S}_p^D)}} \text{tr}(\text{dev}(\mathbf{S}_p \cdot \mathbf{C}_p)) = 0 \quad (\text{D.4})$$

Comme  $\dot{J}_p = 0$ , cela implique que  $J_p$  est constant. Ainsi le choix de  $J_p(t = 0) = 1$  comme condition initiale permet de garantir l'incompressibilité des déformations plastiques tout au long de la simulation.



# Annexe E

## Schémas d'intégration temporelle

Deux méthodes sont proposées pour la intégration temporelle :

### a - Résolution explicite

- Méthode d'Euler explicite  
la dérivée temporelle de  $Y$  s'écrit :

$$\dot{Y} = \frac{Y^{n+1} - Y^n}{\Delta t} \quad (\text{E.1})$$

avec  $Y^n$  connu.

Et on calcule  $Y^{n+1}$  comme :

$$Y^{n+1} = (\mathbf{1} + \mathbf{f}(Y^n)\Delta t)Y^n \quad (\text{E.2})$$

Cette méthode a pour avantage sa grande simplicité. Toutefois l'équilibre des efforts entre les éléments en série n'est pas vérifié et peut ne pas être respecté. Il est ainsi possible de propager une erreur entre les pas de temps consécutifs. Comme toutes les méthodes explicites, celle-ci nécessite le choix d'un pas de temps suffisamment petit pour assurer une stabilité et une convergence.

Pour les équations matricielles, cette formulation de garantit pas que  $\forall n, \det(\mathbf{A}^n) = 1$  avec  $\mathbf{A} = \mathbf{C}_p$  ou  $\mathbf{C}_{pp}$ . Cette condition peut être imposée a posteriori grâce à l'équation 3.27 en définissant :

$$\mathbf{A}^{n+1} = \overline{f(\mathbf{A}^n)\mathbf{A}^n\Delta t + \mathbf{A}^n} \quad (\text{E.3})$$

avec  $\bar{\mathbf{X}} = \det(\mathbf{X})^{-1/3}\mathbf{X}$ .

- Méthode de Runge-Kutta

L'équation 4.58 peut aussi être écrite de manière plus condensée :  $\dot{Y} = f(t, Y)$ . On définit

alors :

$$\begin{cases} k_1 = f(t_n, y_n) \\ k_2 = f(t_n + \frac{\Delta t}{2}, y_n + \frac{\Delta t}{2}k_1) \\ k_3 = f(t_n + \frac{\Delta t}{2}, y_n + \frac{\Delta t}{2}k_2) \\ k_4 = f(t_n + \Delta t, y_n + \Delta t k_3) \end{cases} \quad (\text{E.4})$$

Dans le cas de la méthode de Runge-Kutta d'ordre 2, il vient :

$$Y^{n+1} = Y^n + k_2 \Delta t \quad (\text{E.5})$$

Dans le cas de la méthode de Runge-Kutta d'ordre 4, il vient :

$$Y^{n+1} = Y^n + \frac{\Delta t}{6} (k_1 + 2k_2 + 2k_3 + k_4) \quad (\text{E.6})$$

Cette méthode a une vitesse de convergence plus importante que le schéma d'Euler explicite sans pour autant avoir à calculer de matrice tangente comme dans le cas implicite.

## b - Résolution implicite

Contrairement aux méthodes explicites, on cherchera ici à assurer l'équilibre des efforts des éléments en série à la fin du pas de temps. Plusieurs approches sont possibles :

- Schéma d'Euler implicite

$$\mathbf{Y}^{n+1} = [\mathbf{1} - f(\mathbf{Y}^{n+1})\Delta t]^{-1} \mathbf{Y}^n \quad (\text{E.7})$$

De même que pour le schéma explicite, la condition  $\forall n, \det(\mathbf{A}^n) = 1$ , peut être renforcée en écrivant :

$$\mathbf{A}^{n+1} = \overline{[\mathbf{1} - f(\mathbf{A}^{n+1})\Delta t]^{-1}} \mathbf{A}^n \quad (\text{E.8})$$

- Méthode exponentielle implicite :

La méthode exponentielle implicite est basée sur l'équation :

$$\mathbf{A}^{n+1} = \exp(f(\mathbf{A}^{n+1})\Delta t) \mathbf{A}^n \quad (\text{E.9})$$

avec  $\exp$  la fonction exponentielle de matrice définie comme :

$$\exp(\mathbf{B}) = \sum_{i=0}^{\infty} \frac{\mathbf{B}^i}{i!} \quad (\text{E.10})$$

avec  $\mathbf{B}^0 = \mathbf{1}$  et  $\mathbf{B}^{i+1} = \mathbf{B}\mathbf{B}^i$ .

On peut montrer que cette méthode d'intégration grâce à l'exponentielle de matrice permet de conserver la condition  $\forall n, \det(\mathbf{A}^n) = 1$ .

Plus récemment, un formalisme basé sur les séries de Magnus a été proposé pour le calcul de l'exponentiel de matrice [133, 122].

Dans ces deux cas, on constate la présence d'un terme en  $Y^{n+1}$  de part et d'autre de l'égalité. La résolution de cette équation se fait à l'aide de la méthode de Newton-Raphson. Ainsi, dans le cas

du schéma d'Euler implicite, on peut définir :

$$\mathcal{L} = \dot{Y} - f(Y^{n+1})Y^{n+1} = \frac{Y^{n+1} - Y^n}{\Delta t} - \mathbf{f}(Y^{n+1})Y^{n+1} \quad (\text{E.11})$$

On résout alors par la méthode de Newton-Raphson l'équation :

$$\mathcal{L}(Y^{n+1}) = 0 \leftrightarrow (\mathbf{1} - \mathbf{f}(Y^{n+1})\Delta t)Y^{n+1} - Y^n = 0 \quad (\text{E.12})$$

Cette méthode permet d'assurer l'équilibre des efforts à chaque pas de temps. Toutefois, elle nécessite le calcul et l'inversion à chaque pas de temps de la matrice tangente  $\mathbb{K} = \frac{\partial \mathcal{L}(Y^{n+1})}{\partial Y^{n+1}}$  de taille (13x13).



## Annexe F

# Influence du rapport de déformation vraie $R_\varepsilon$

$R_\varepsilon$	$\varepsilon^{max}$	$\sigma^{max}$ (MPa)	$\varepsilon^{min}$	$\sigma^{min}$ (MPa)	$\Delta\varepsilon/2$	$\frac{\varepsilon^{max}+\varepsilon^{min}}{2}$	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	$\frac{\sigma^{max}+\sigma^{min}}{2}$ (MPa)
-1.5	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX
-1	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX
-1	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX
-0.5	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX
0	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX
0.3	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	-XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX	XXXXXX

TABLEAU F.1 – Valeur stabilisées au point d'inversion des courbes en annexe F.1

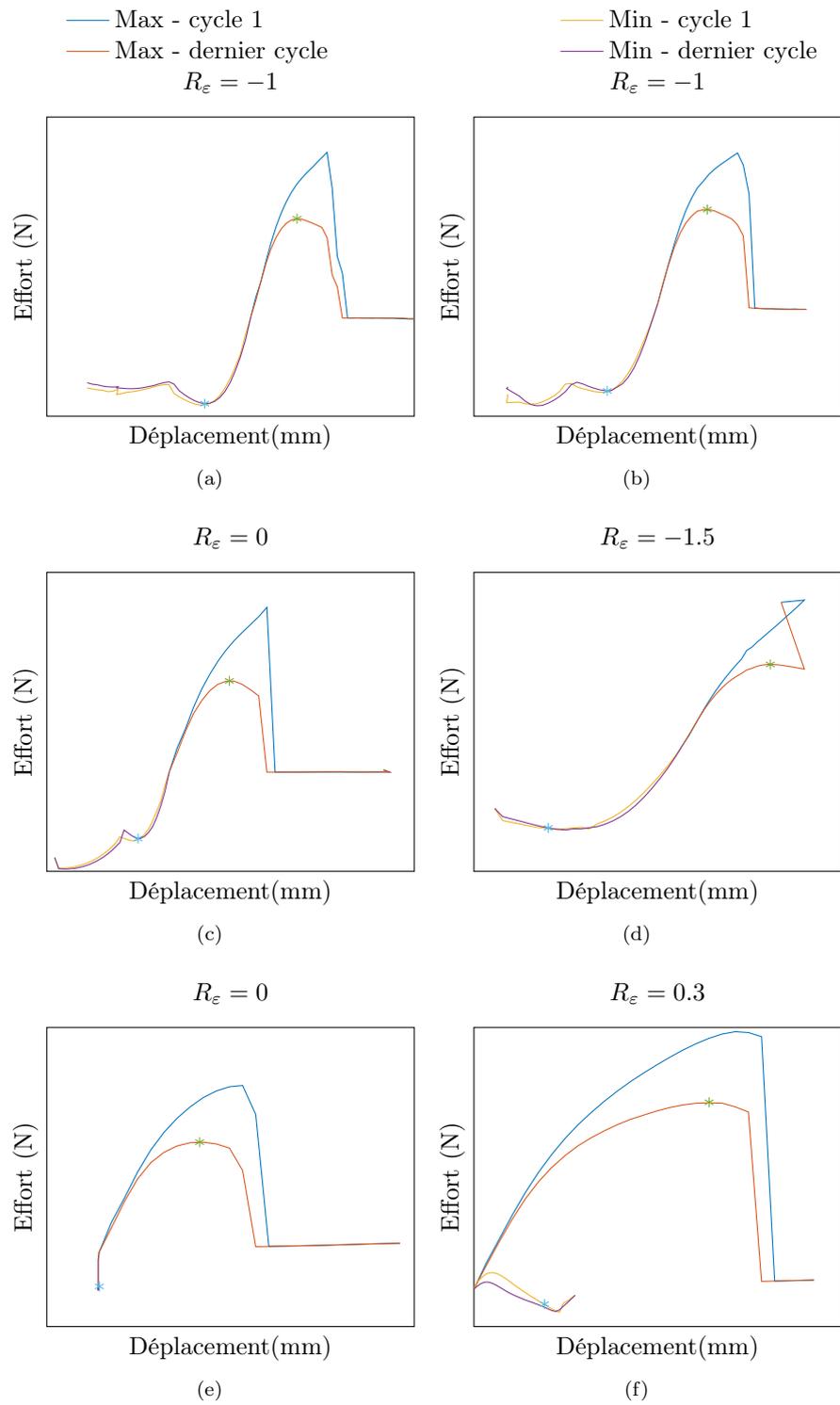


FIGURE F.1 – Essai cyclé, consigne (a) et réponse du matériau (b)

## Annexe G

# Résultats expérimentaux de vieillissement du matériau

Quelques remarques générales peuvent être faites sur ces résultats :

- lors des essais de traction cyclée, un problème d'asservissement a conduit au flambement de l'éprouvette et au déplacement des couteaux de l'extensomètre ;
- la consigne des essais cyclés a été changée après les deux premiers temps de mesure des essais à 100 °C et 140 °C ;
- afin de pallier le nombre limité d'éprouvettes disponibles, celles utilisées pour la caractérisation en traction à 130 °C pour les graisse TP1 et CVS1 sont celles restantes de l'essai à l'air à 100 °C.
- les essais faits dans cette partie n'ont pas fait l'objet d'étude de répétabilité : les résultats présentés sont ceux obtenus pour l'éprouvette testée.

## G.1 Vieillessement à l'air

### G.1.1 Essais de traction monotone à rupture

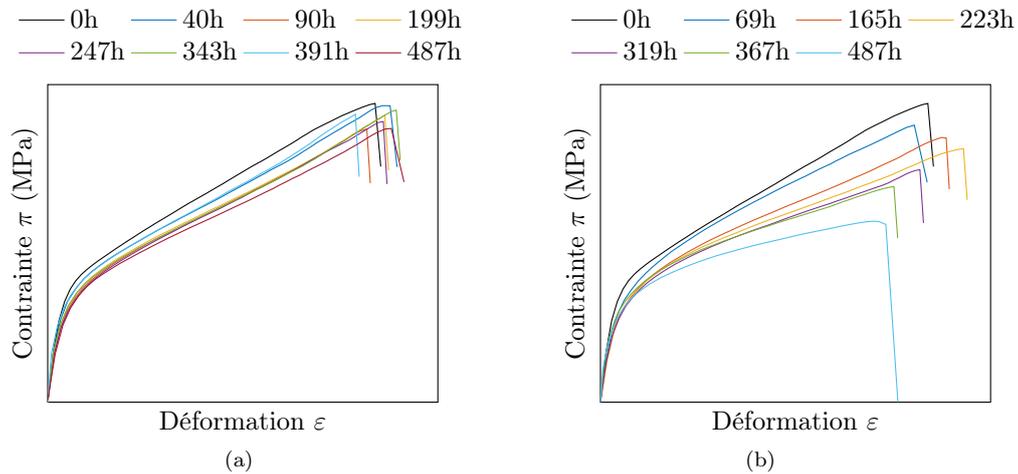


FIGURE G.1 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans l'air à la température de (a) 100 °C (b) 140 °C

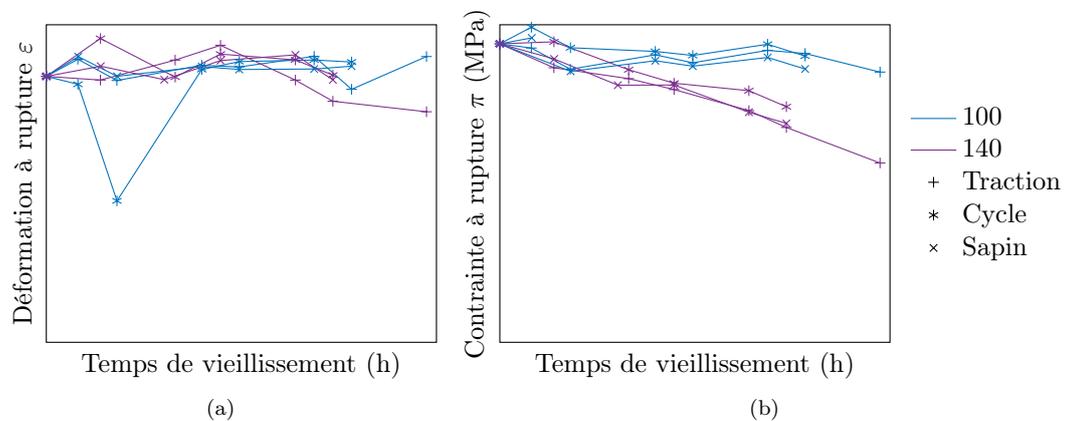


FIGURE G.2 – (a) Déformation et (b) contrainte à rupture pour différentes durées de vieillissement dans l'air. La légende est commune aux deux figures.

## G.1.2 Essai de traction cyclée à rupture

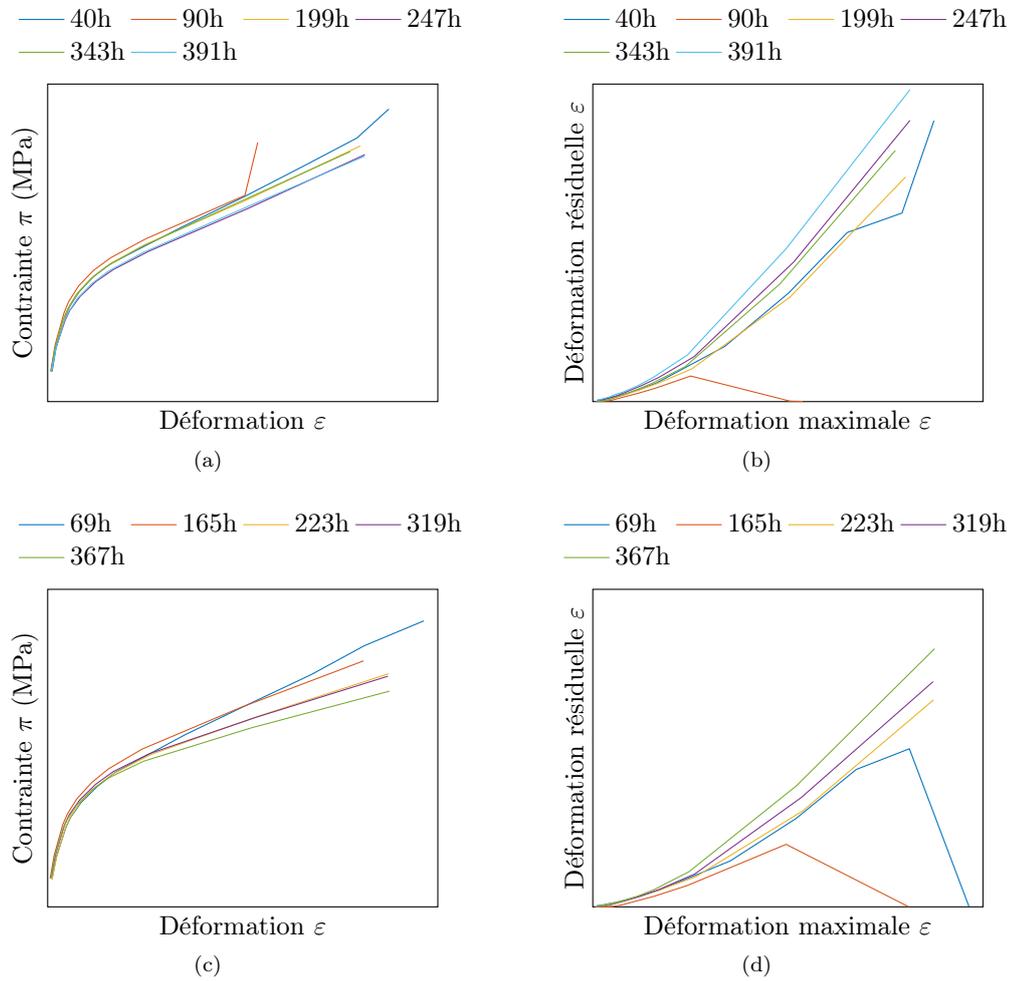


FIGURE G.3 – Evolution de l'enveloppe de chargement et de la déformation résiduelle pour différentes durées de vieillissement à l'air à la température de (a-b) 100 °C (c-d) 140 °C

### G.1.3 Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture

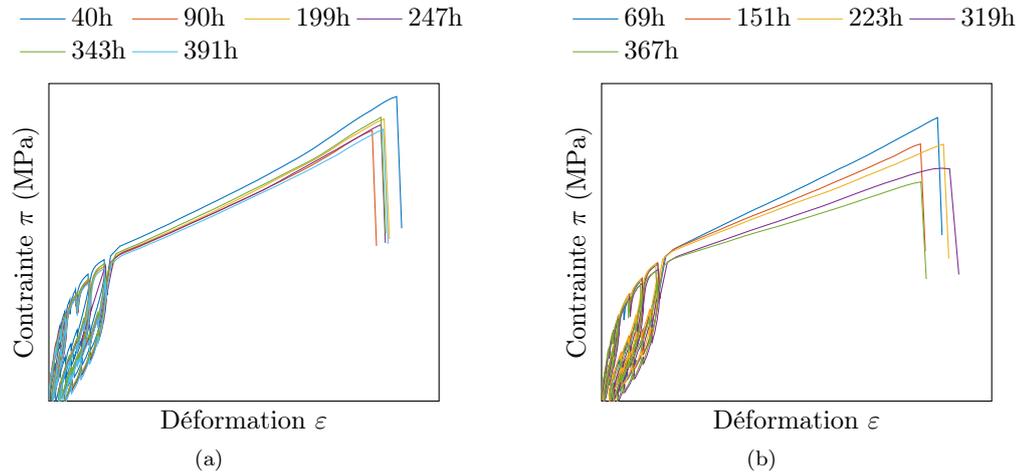


FIGURE G.4 – Essai de traction-relaxation (5 minutes) cyclé à rupture pour différentes durées de vieillissement dans l'air à la température de (a) 100 °C (b) 140 °C

Pour rappel,  $\pi = F/S_0$  et

$$\pi_{norm} = \frac{\pi - \pi_{t=0s}}{\pi_{t=180s} - \pi_{t=0s}}$$

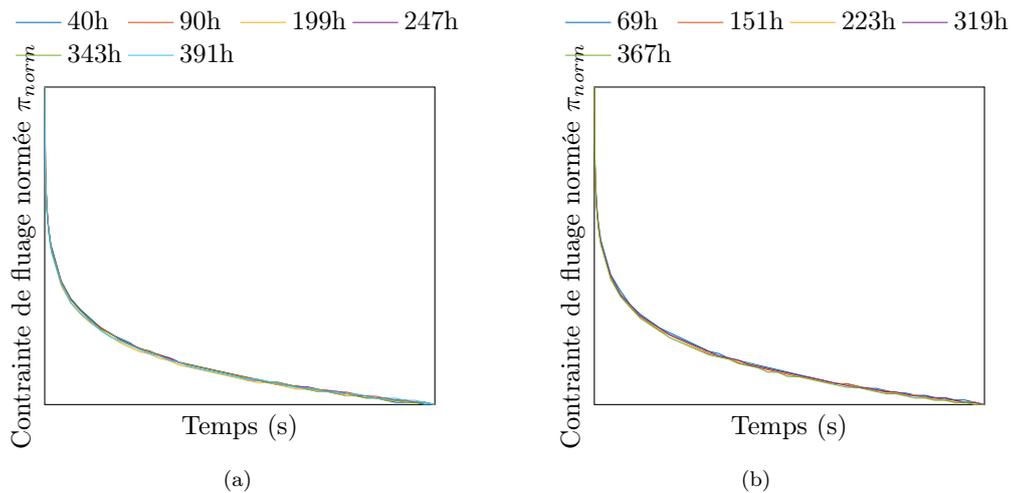


FIGURE G.5 – Evolution de la contrainte au cours du temps lors de la phase de relaxation à XX% de déformation pour différentes durées de vieillissement à la température de (a) 100 °C (b) 140 °C

## G.2 Vieillessement à la graisse CVS1

### G.2.1 Essais de traction monotone à rupture

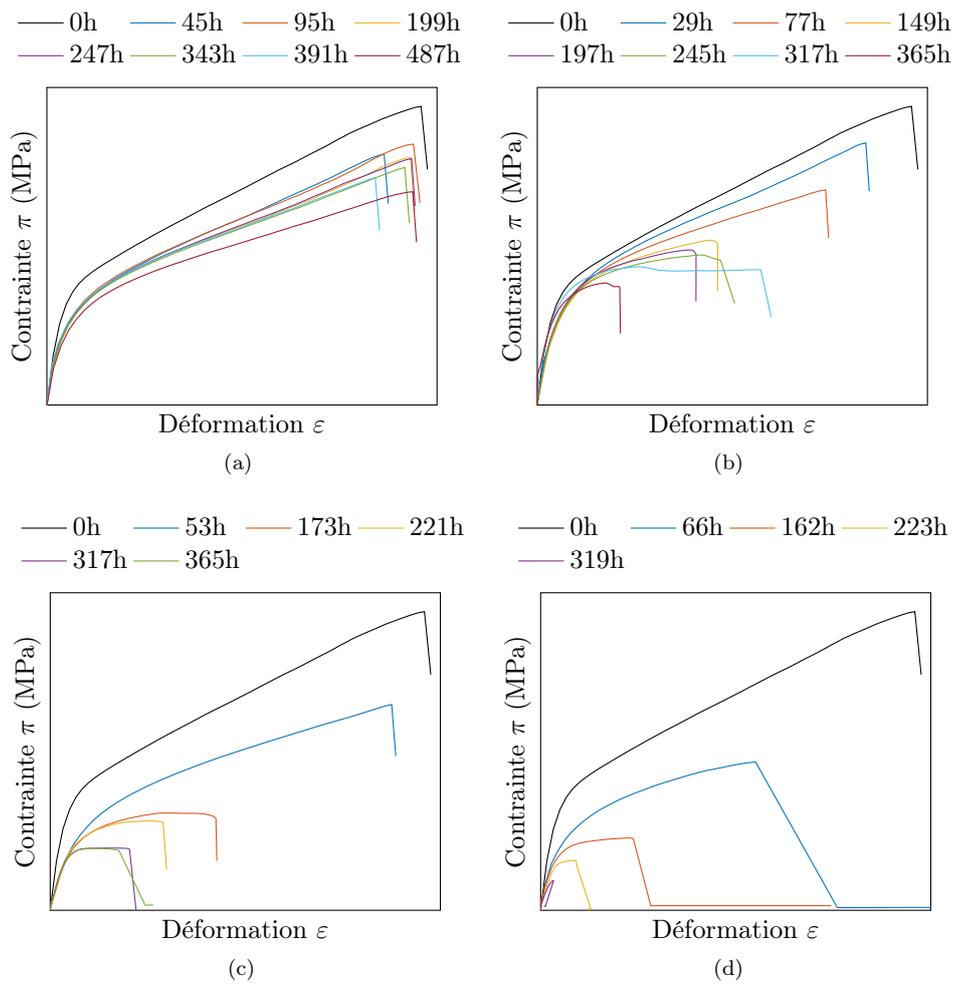


FIGURE G.6 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

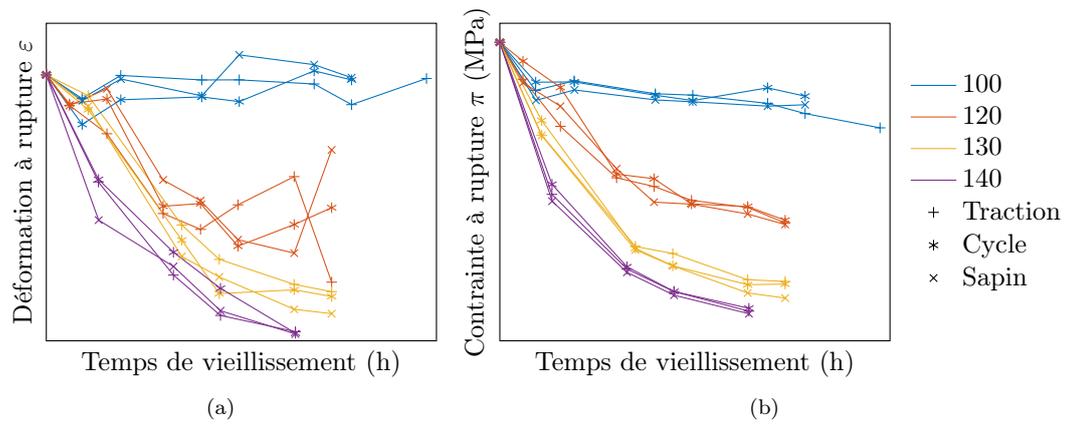


FIGURE G.7 – (a) Déformation et (b) contrainte à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1. La légende est commune aux deux figures.

## G.2.2 Essai de traction cyclée à rupture

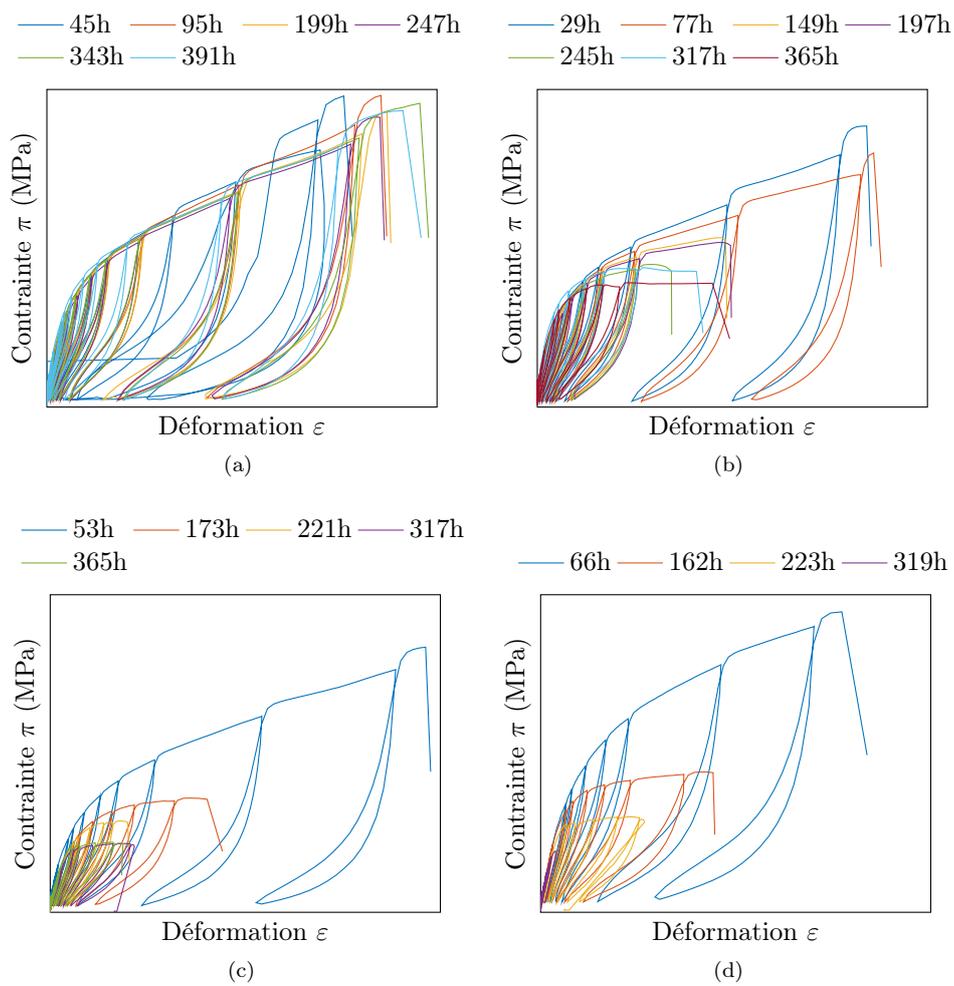


FIGURE G.8 – Essai cyclé de traction rupture pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

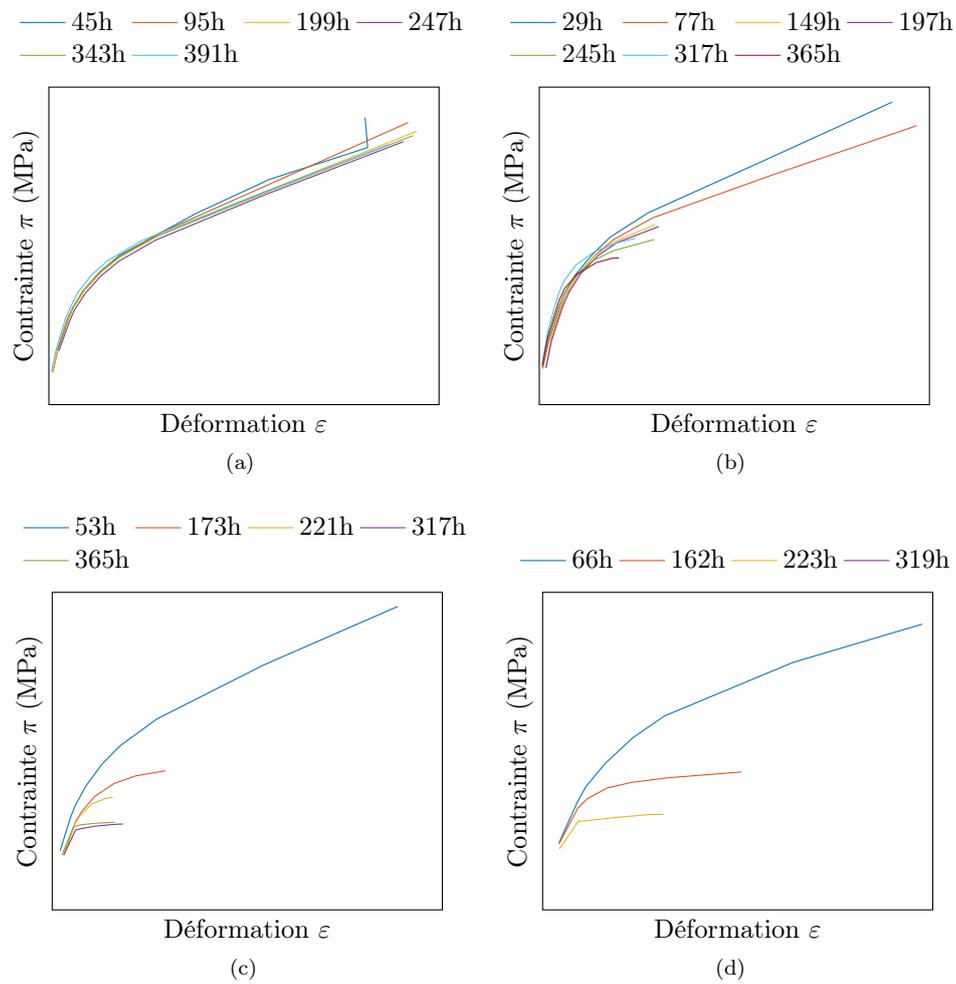


FIGURE G.9 – Evolution de l'enveloppe de chargement pour différentes durées de vieillissement au CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

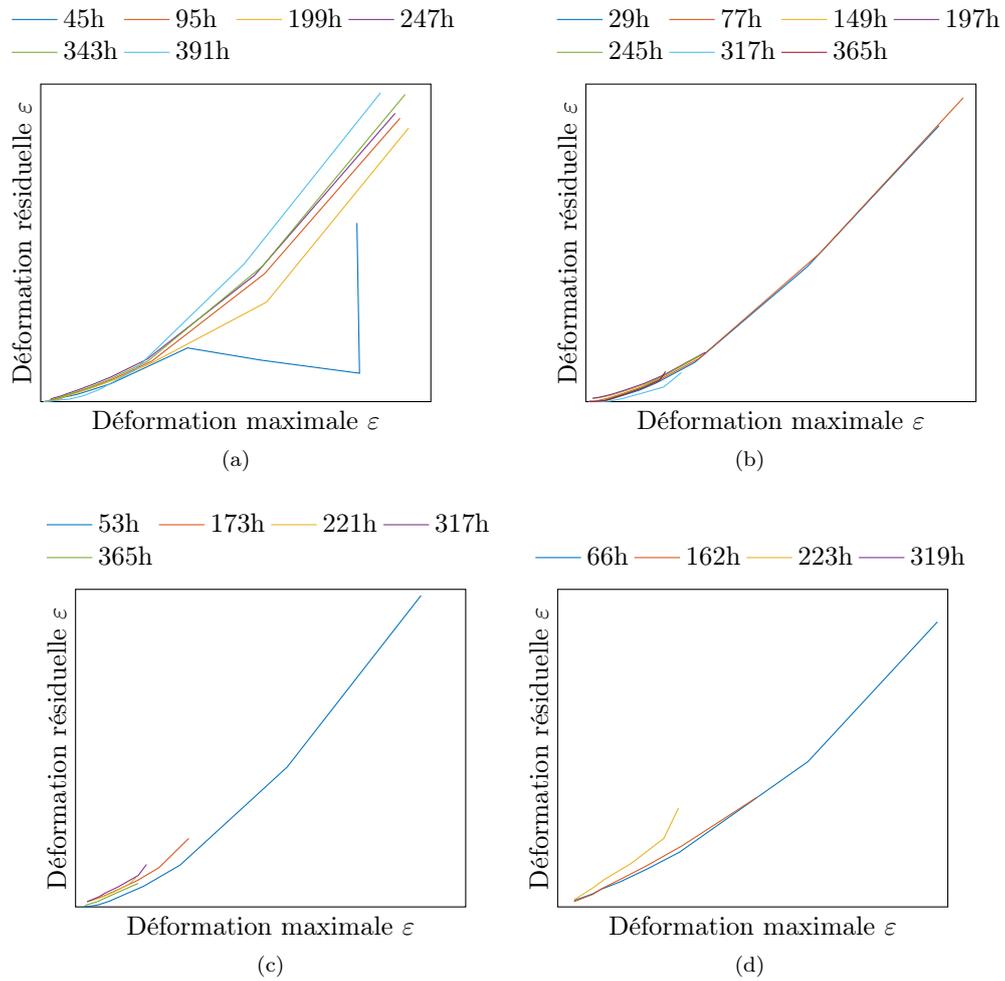


FIGURE G.10 – Evolution de la déformation résiduelle pour différentes durées de vieillissement au CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

### G.2.3 Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture

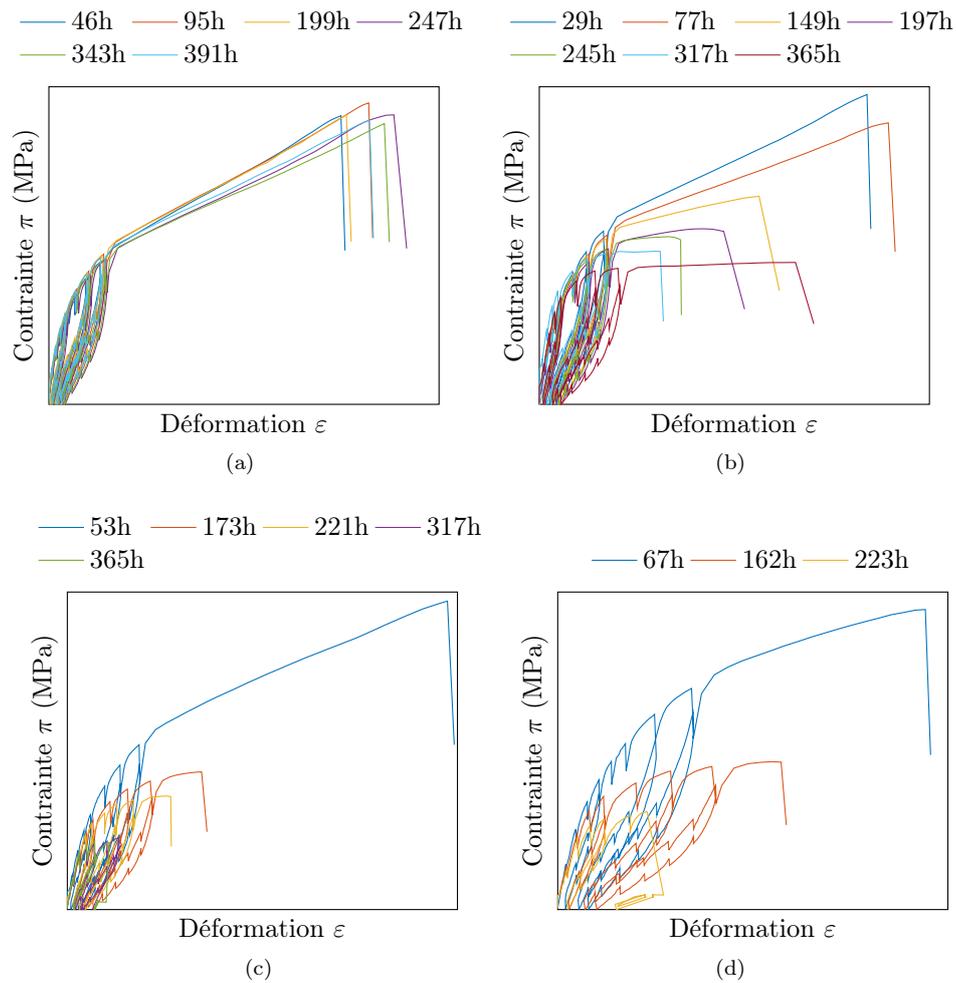


FIGURE G.11 – Essai de traction-relaxation (5 minutes) cyclé à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

Pour rappel,  $\pi = F/S_0$  et

$$\pi_{norm} = \frac{\pi - \pi_{t=0s}}{\pi_{t=180s} - \pi_{t=0s}}$$

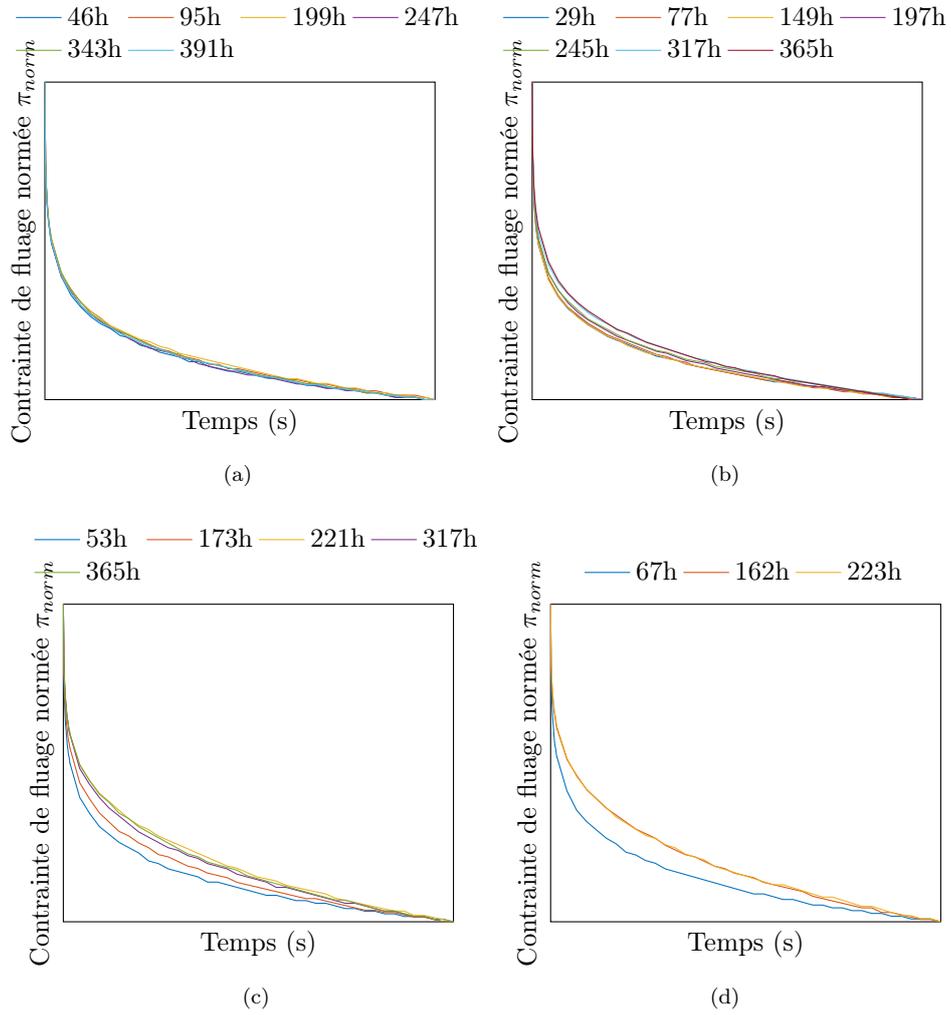


FIGURE G.12 – Evolution de la contrainte au cours du temps lors de la phase de relaxation à XX% de déformation pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

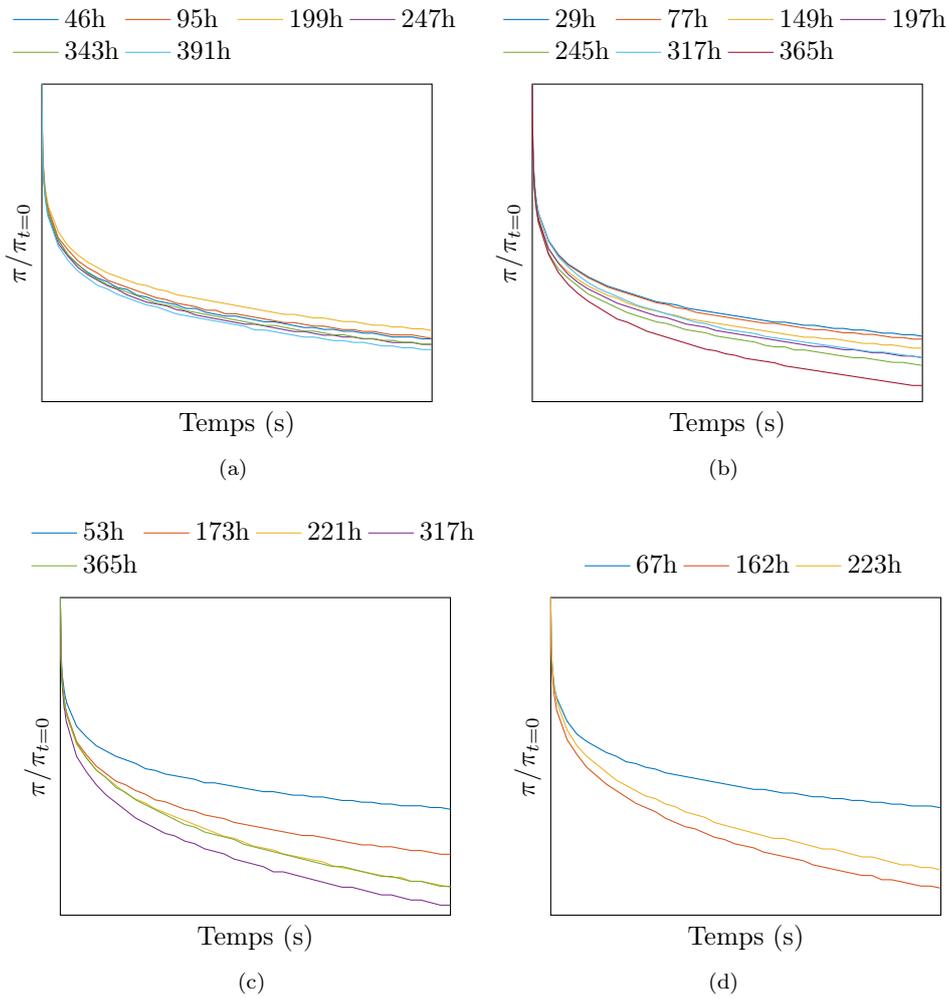


FIGURE G.13 – Evolution de la contrainte de fluage normée au cours du temps lors de la phase de relaxation à XX% de déformation pour différentes durées de vieillissement dans le CVS1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

## G.3 Vieillessement à la graisse TP1

### G.3.1 Essais de traction monotone à rupture

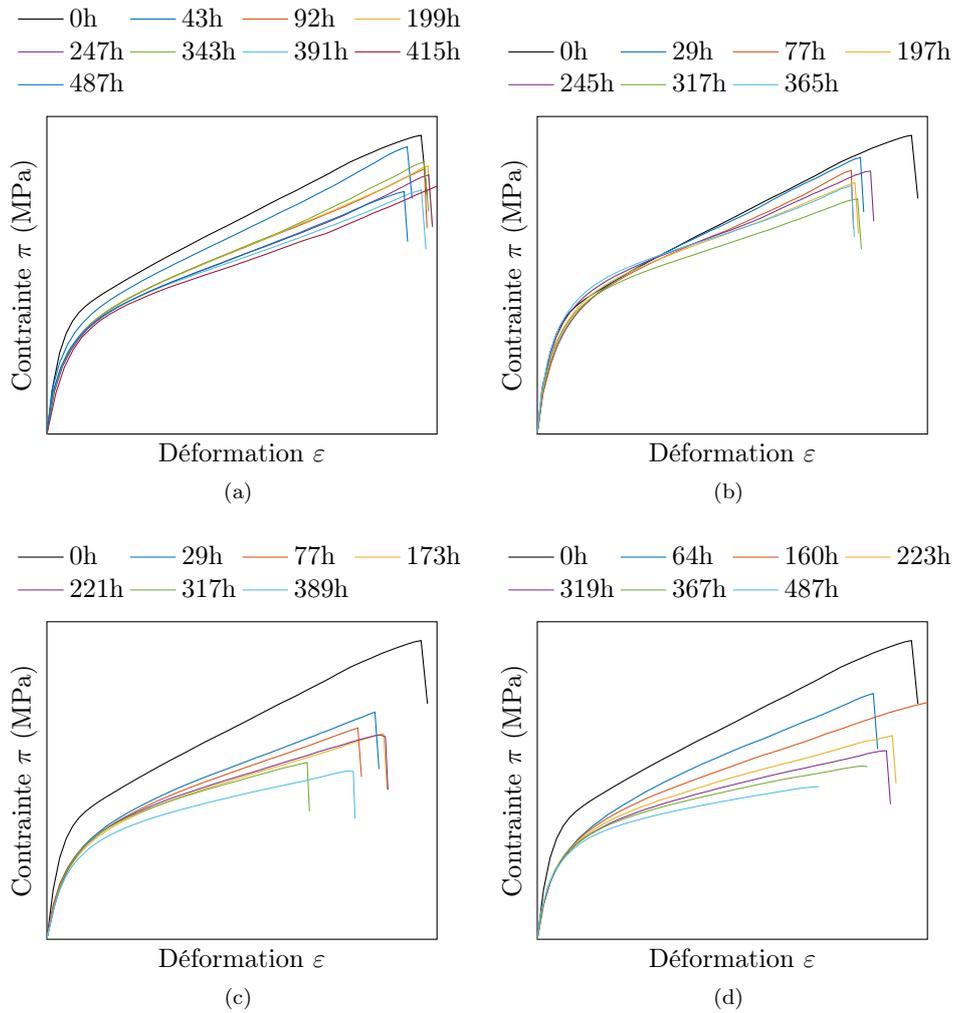


FIGURE G.14 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

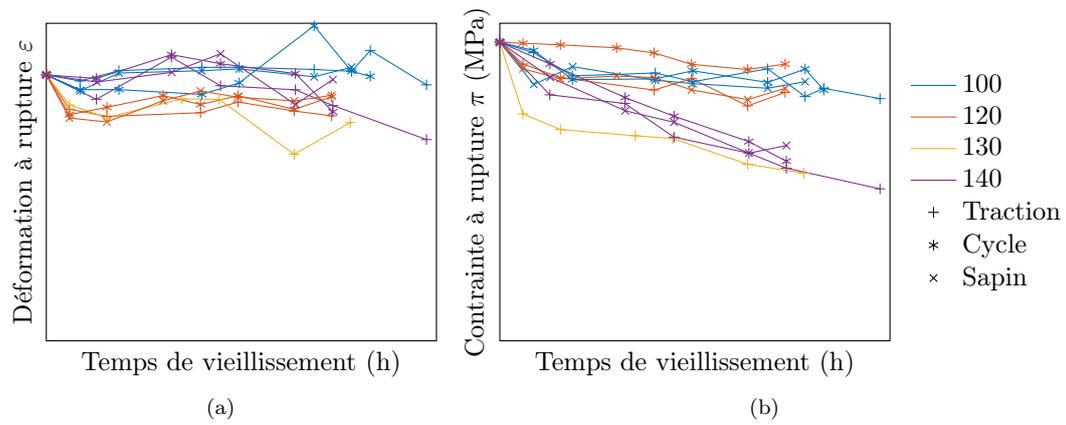


FIGURE G.15 – (a) Déformation et (b) contrainte à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le TP1. La légende est commune aux deux figures.

## G.3.2 Essai de traction cyclée à rupture

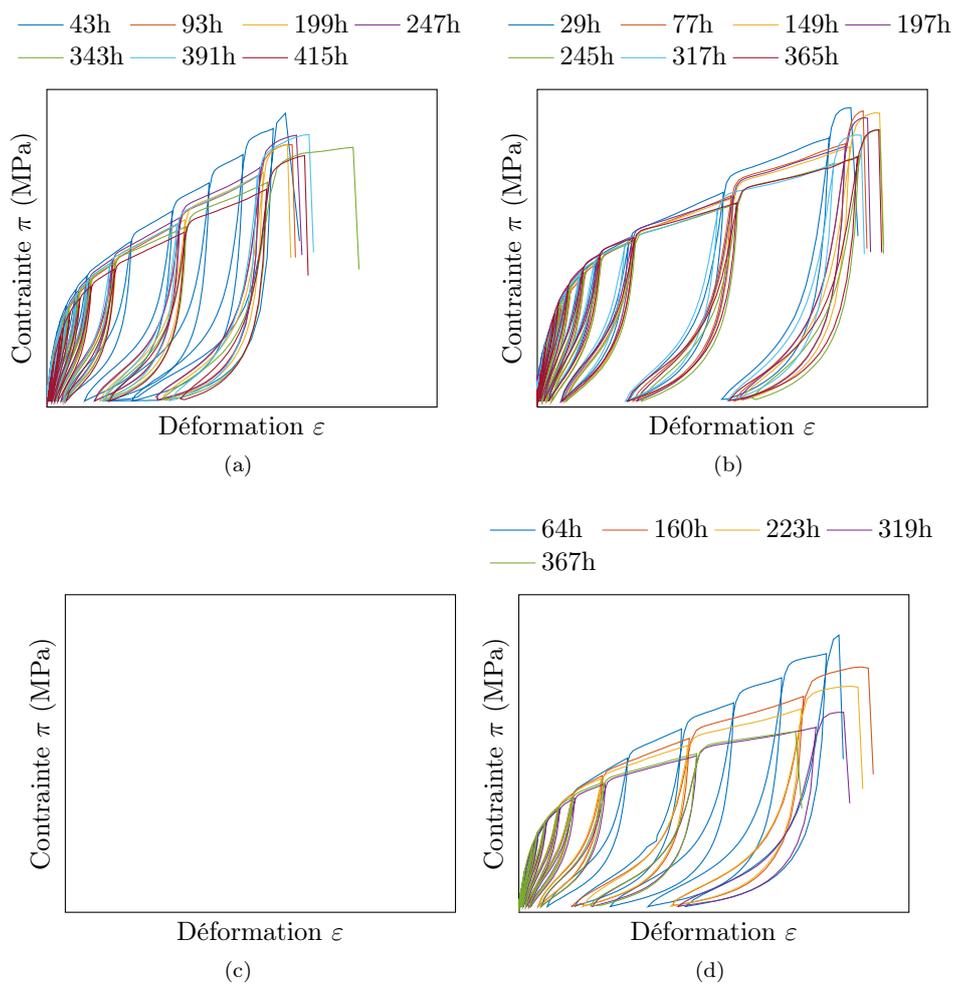


FIGURE G.16 – Essai cyclé de traction rupture pour différentes durées de vieillissement dans le TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

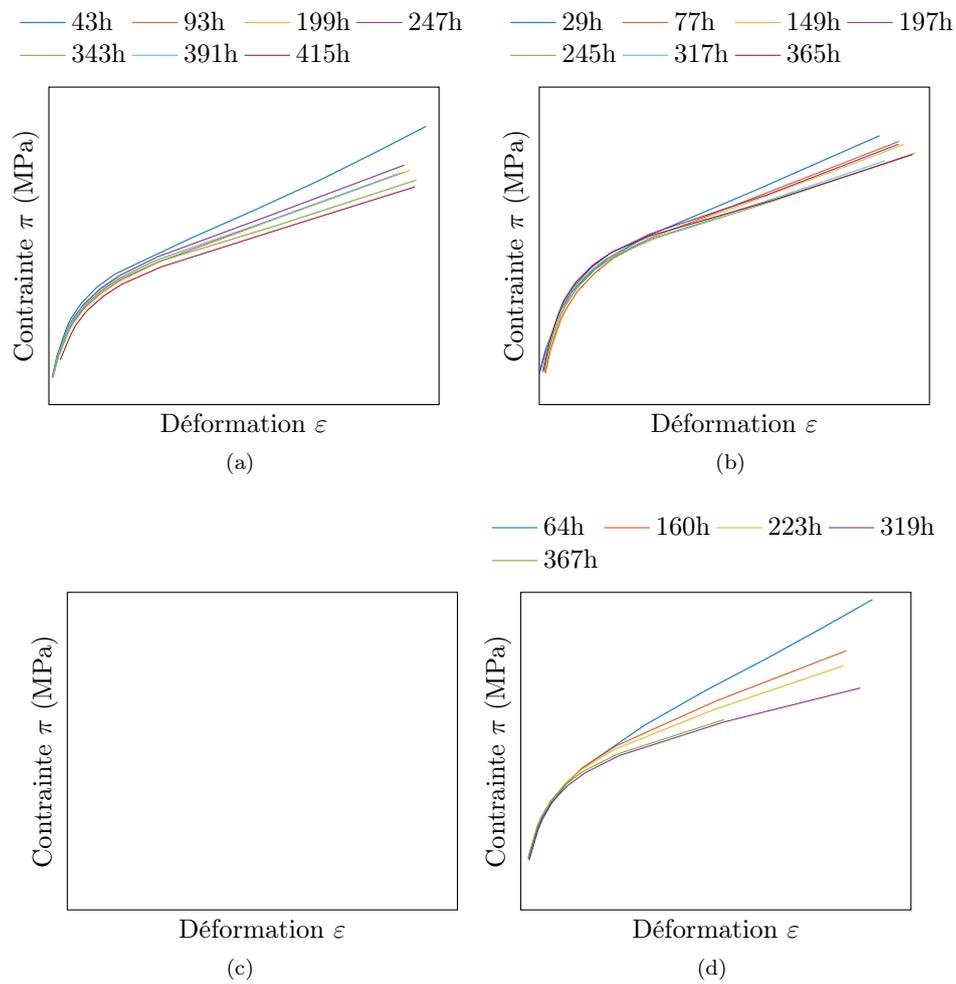


FIGURE G.17 – Evolution de l'enveloppe de chargement pour différentes durées de vieillissement au TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

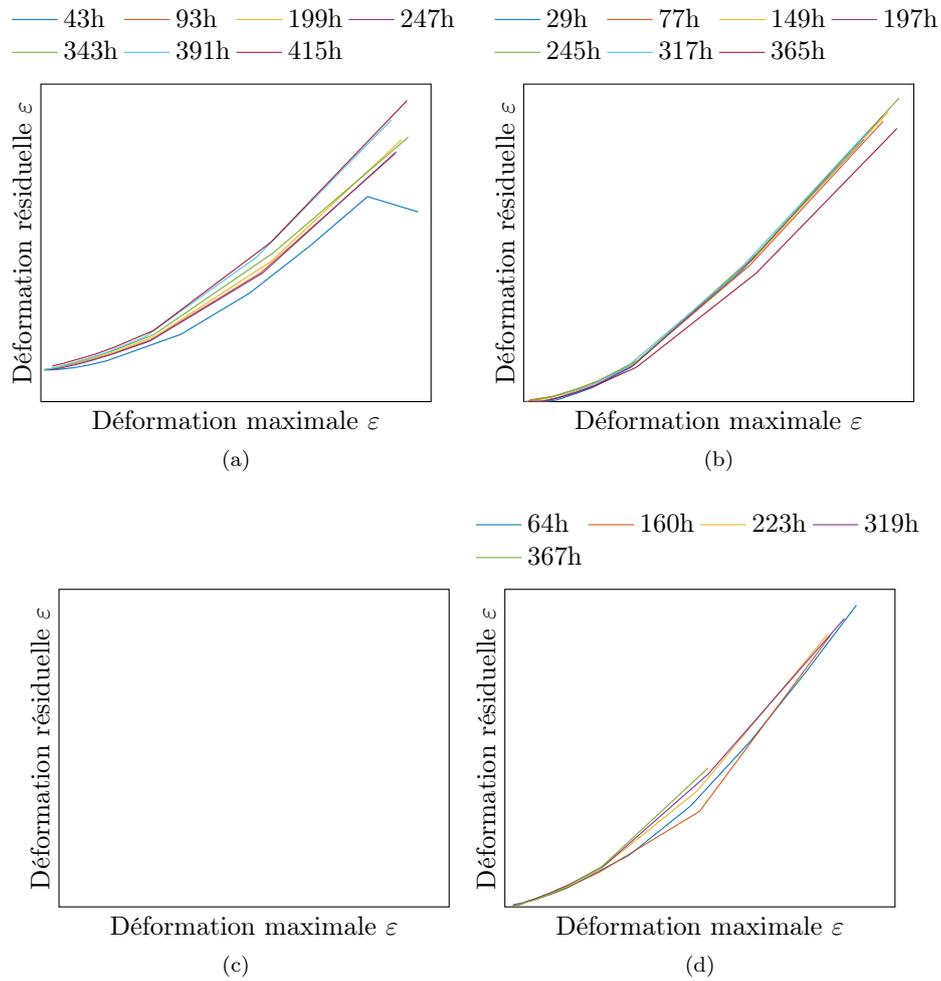


FIGURE G.18 – Evolution de la déformation résiduelle pour différentes durées de vieillissement au TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

### G.3.3 Essai de traction cyclée interrompu par des phases de relaxation jusqu'à la rupture

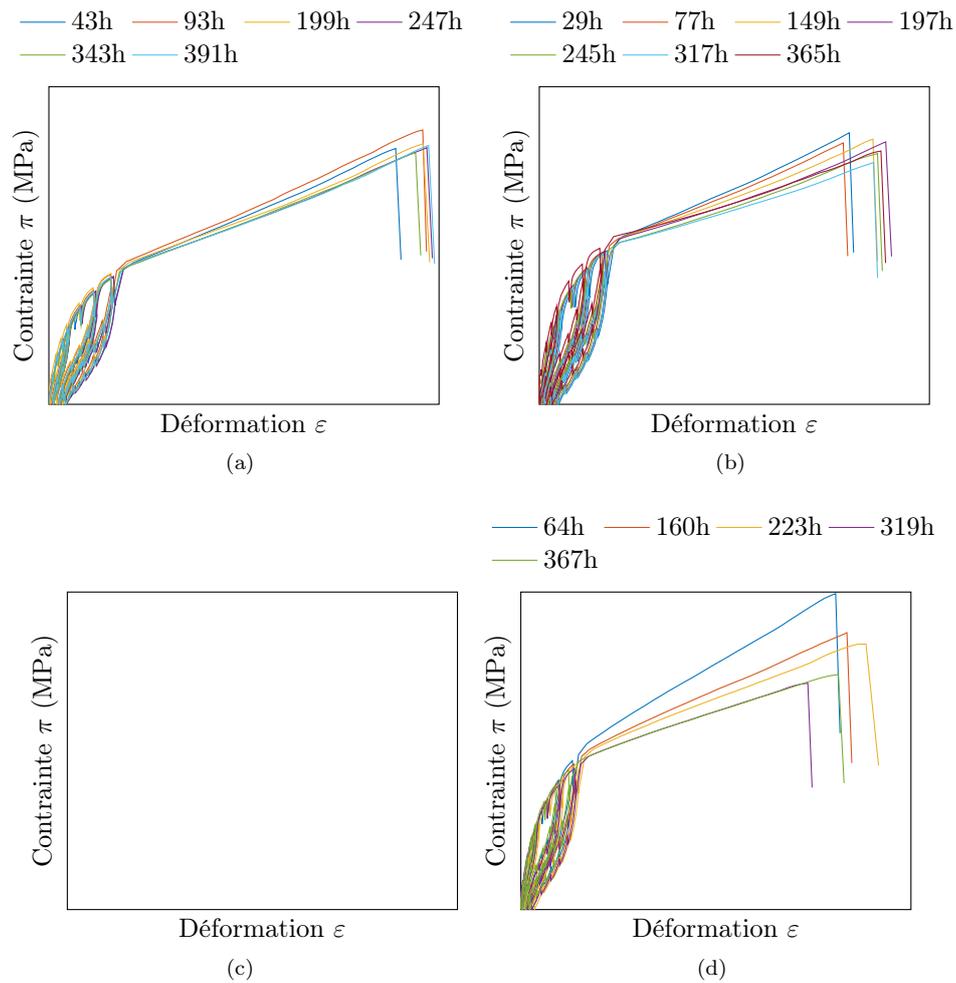


FIGURE G.19 – Essai de traction-relaxation (5 minutes) cyclé à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

Pour rappel,  $\pi = F/S_0$  et

$$\pi_{norm} = \frac{\pi - \pi_{t=0s}}{\pi_{t=180s} - \pi_{t=0s}}$$

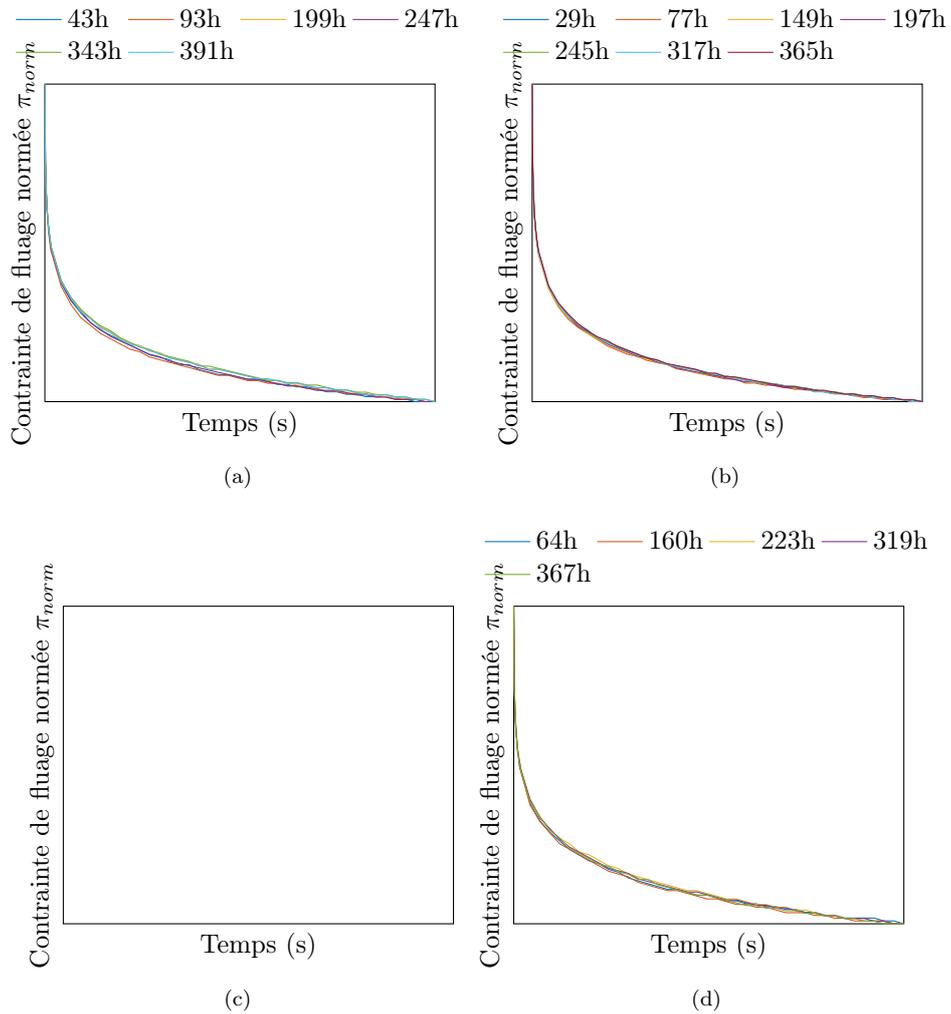


FIGURE G.20 – Evolution de la contrainte au cours du temps lors de la phase de relaxation à XX% de déformation pour différentes durées de vieillissement dans le TP1 à la température de (a) 100 °C (b) 120 °C (c) 130 °C (d) 140 °C

## G.4 Essais d'oxydation

### G.4.1 TP1

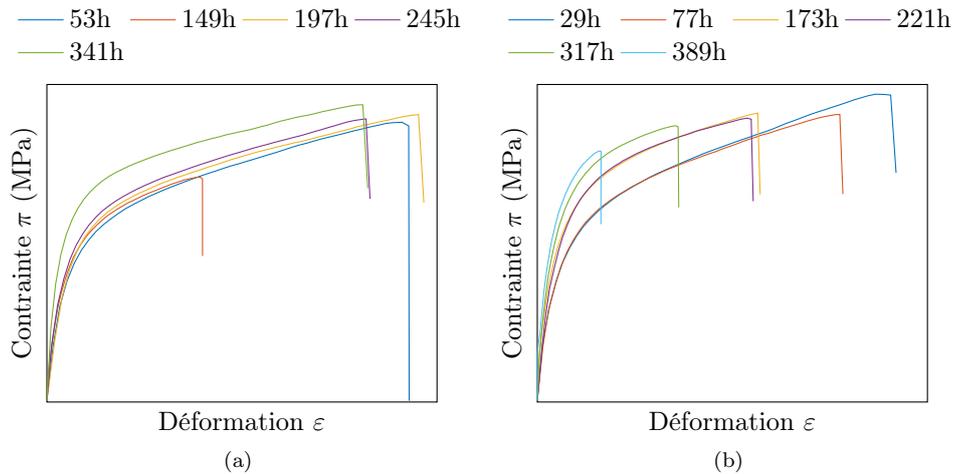


FIGURE G.21 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le {TP1+air} à la température de (a) 120 °C (b) 130 °C

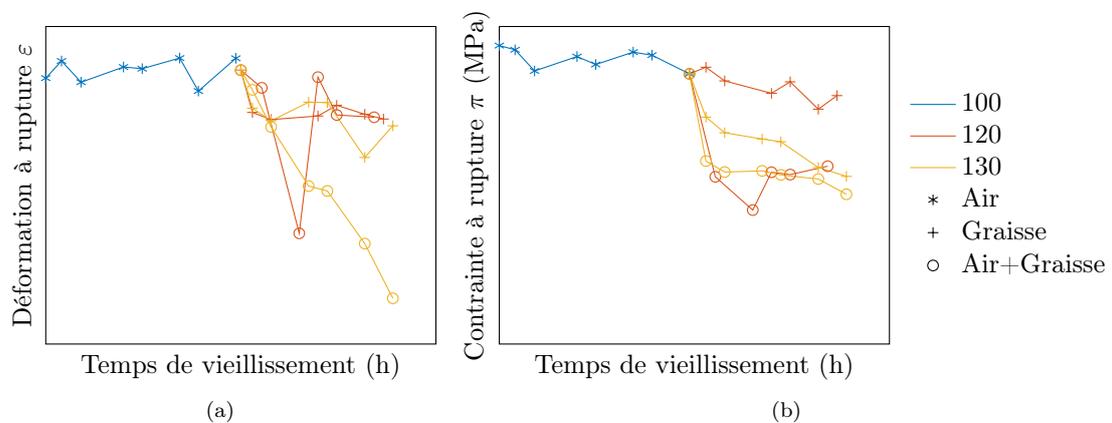


FIGURE G.22 – (a) Déformation et (b) contrainte à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le {air+TP1}. La légende est commune aux deux figures.

G.4.2 CVS1

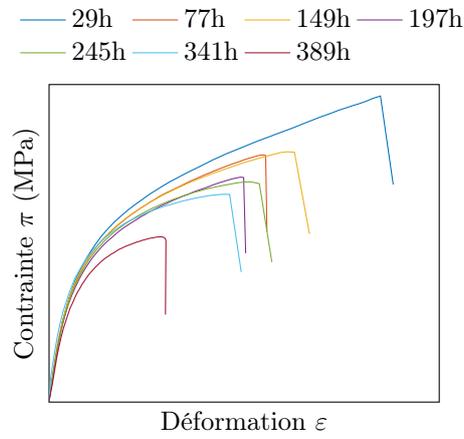


FIGURE G.23 – Essai de traction à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le {CVS1+air} à la température de 130 °C

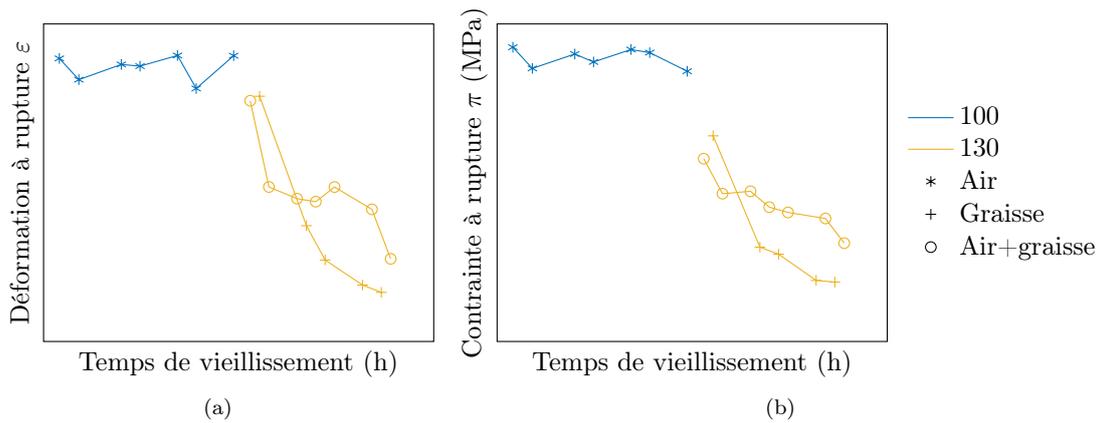


FIGURE G.24 – (a) Déformation et (b) contrainte à rupture pour différentes durées de vieillissement dans le {air+CVS1}. La légende est commune aux deux figures.



## Annexe H

# Mesures d'échauffement des soufflets sur banc

Les mesures sont faites sur des soufflets en rotation à l'aide d'un thermomètre laser réglé avec un coefficient d'absorption de  $\varepsilon = 0.98$ .

Vitesse de rotation (tr/min)	Angle				
	0°	10°	20°	30°	40°
250	18 °C		25 °C		45 °C
500	19 °C		37 °C	46 °C	66 °C
750	23 °C		41 °C	51 °C	
1000	22 °C	35 °C	47 °C		

TABLEAU H.1 – Température stabilisée des soufflets sur banc en fonction de l'angle de braquage et de la vitesse de rotation pour une température ambiante de 20°C

Vitesse de rotation (tr/min)	Angle				
	0°	10°	20°	30°	40°
250	60 °C		62 °C		66 °C
500	62 °C		63 °C	68 °C	77 °C
750	62 °C		65 °C	76 °C	
1000	61 °C	64 °C	69 °C		

TABLEAU H.2 – Température stabilisée des soufflets sur banc en fonction de l'angle de braquage et de la vitesse de rotation pour une température ambiante de 60°C

Vitesse de rotation (tr/min)	Angle				
	0°	10°	20°	30°	40°
250	101 °C		103 °C		108 °C
500	102 °C		106 °C	110 °C	115 °C
750	104 °C		108 °C	113 °C	

TABLEAU H.3 – Température stabilisée des soufflets sur banc en fonction de l'angle de braquage et de la vitesse de rotation pour une température ambiante de 100°C



# Bibliographie

- [1] Adolf Fick. Ueber diffusion. *Annalen der Physik*, 170(1) :59–86, 1855.
- [2] L. Aktas, Y.K. Hamidi, and M. Cengiz Altan. Edge effects on the determination of fickian diffusivity of polymers. *American Society of Mechanical Engineers, Materials Division (Publication) MD*, 100 MD :1–10, 2005.
- [3] D. L. Allara. Aging of polymers. *Environmental Health Perspectives*, vol.11(June) :29–33, 1975.
- [4] Nicoli M. Ames, Vikas Srivastava, Shawn A. Chester, and Lallit Anand. A thermo-mechanically coupled theory for large deformations of amorphous polymers. Part II : Applications. *International Journal of Plasticity*, 25(8) :1495–1539, 2009.
- [5] Lallit Anand, Nicoli M. Ames, Vikas Srivastava, and Shawn A. Chester. A thermo-mechanically coupled theory for large deformations of amorphous polymers. Part I : Formulation. *International Journal of Plasticity*, 25(8) :1474–1494, aug 2009.
- [6] A Andriyana, A B Chai, E Verron, and M R Johan. Interaction between diffusion of palm biodiesel and large strain in rubber : Effect on stress-softening during cyclic loading. *Mechanics Research Communications*, 43 :80–86, 2012.
- [7] A. S. Argon. A theory for the low-temperature plastic deformation of glassy polymers. *Philosophical Magazine*, 28(4) :839–865, oct 1973.
- [8] Ellen M. Arruda and Mary C. Boyce. A three-dimensional constitutive model for the large stretch behavior of rubber elastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(2) :389–412, feb 1993.
- [9] L. Audouin, V. Langlois, J. Verdu, and J. C. M. de Bruijn. Role of oxygen diffusion in polymer ageing : kinetic and mechanical aspects. *Journal of Materials Science*, 29(3) :569–583, jan 1994.
- [10] G. Ayoub, F. Zaïri, M. Naït-Abdelaziz, and J. M. Gloaguen. Modelling large deformation behaviour under loading-unloading of semicrystalline polymers : Application to a high density polyethylene. *International Journal of Plasticity*, 26(3) :329–347, 2010.
- [11] G. Ayoub, F. Zaïri, M. Naït-Abdelaziz, J. M. Gloaguen, and G. Kridli. A visco-hyperelastic damage model for cyclic stress-softening, hysteresis and permanent set in rubber using the network alteration theory. *International Journal of Plasticity*, 54 :19–33, 2014.

- [12] M. Baba, J-M. Nedelec, J. Lacoste, J-L. Gardette, and M. Morel. Crosslinking of elastomers resulting from ageing : use of thermoporosimetry to characterise the polymeric network with n-heptane as condensate. *Polymer Degradation and Stability*, 80(2) :305–313, jan 2003.
- [13] Mohamed Baba, Jean-Luc Gardette, and Jacques Lacoste. Crosslinking on ageing of elastomers : I. Photoageing of EPDM monitored by gel, swelling and DSC measurements. *Polymer Degradation and Stability*, 63(1) :121–126, jan 1999.
- [14] Z. Bartczak and A. Galeski. Plasticity of Semicrystalline Polymers. *Macromolecular Symposia*, 294(1) :67–90, aug 2010.
- [15] Frank S. Bates and Glenn H. Fredrickson. Block Copolymers—Designer Soft Materials. *Physics Today*, 52(2) :32–38, feb 1999.
- [16] J S Bergstroem and M C Boyce. Large strain time-dependent behaviour of filled elastomers. *Mech. Mater.*, 32 :627–644, 2000.
- [17] J S Bergstrom and J E Bischoff. *An Advanced Thermomechanical Constitutive Model for UHMWPE*, volume 2. Texas Digital Library, 2010.
- [18] B. Bernstein, E. A. Kearsley, and L. J. Zapas. A Study of Stress Relaxation with Finite Strain. *Rubber Chemistry and Technology*, 38(1) :76–89, mar 2011.
- [19] A. Berrehili, S. Castagnet, and Y. Nadot. Multiaxial fatigue criterion for a high-density polyethylene thermoplastic. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 33(6) :345–357, 2010.
- [20] Abdelmoutalib Berrehili. Comportement cyclique et tenue en fatigue sous chargement multiaxial d’un polyéthylène : expériences et critère d’endurance. jun 2010.
- [21] B A Bilby, L R T Gardner, and A N Stroh. Continuous distributions of dislocations and the theory of plasticity. In *Proceedings of the 9th international congress of applied mechanics*, volume 8, pages 35–44. University de Bruxelles Brussels, 1957.
- [22] M. A. Biot. Thermoelasticity and Irreversible Thermodynamics. *Journal of Applied Physics*, 27(3) :240–253, mar 1956.
- [23] J. Bonet and R.D. Wood. *Nonlinear Continuum Mechanics for Finite Element Analysis (2nd Edition)*. 2008.
- [24] Nikolaos Bouklas and Rui Huang. Swelling kinetics of polymer gels : comparison of linear and nonlinear theories. *Soft Matter*, 8(31) :8194, jul 2012.
- [25] P. B. Bowden and R. J. Young. Deformation mechanisms in crystalline polymers. *Journal of Materials Science*, 9(12) :2034–2051, dec 1974.
- [26] M C Boyce. Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *Journal of Mechanics and Solids*, 46 :931–954, 1998.
- [27] Mary C. Boyce and Ellen M. Arruda. Constitutive Models of Rubber Elasticity : A Review. *Rubber Chemistry and Technology*, 73(3) :504–523, jul 2000.

- [28] P.E. Bretz, R.W. Hertzberg, and J.A. Manson. Mechanisms of fatigue damage and fracture in semi-crystalline polymers. *Polymer*, 22(9) :1272–1278, sep 1981.
- [29] Joanne Budzien, Dana R. Rottach, John G. Curro, Chi S. Lo, and Aidan P. Thompson. A New Constitutive Model for the Chemical Aging of Rubber Networks in Deformed States. *Macromolecules*, 41(24) :9896–9903, dec 2008.
- [30] Sylvie Castagnet, Hiroaki Ono, Guillaume Benoit, Hirotada Fujiwara, and Shin Nishimura. Swelling measurement during sorption and decompression in a NBR exposed to high-pressure hydrogen. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(30) :19359–19366, jul 2017.
- [31] M. Celina, K.T. Gillen, and R.A. Assink. Accelerated aging and lifetime prediction : Review of non-Arrhenius behaviour due to two competing processes. *Polymer Degradation and Stability*, 90(3) :395–404, dec 2005.
- [32] M Celina, J Wise, D.K Ottesen, K.T Gillen, and R.L Clough. Correlation of chemical and mechanical property changes during oxidative degradation of neoprene. *Polymer Degradation and Stability*, 68(2) :171–184, apr 2000.
- [33] Richard J. Cella. Morphology of segmented polyester thermoplastic elastomers. *Journal of Polymer Science : Polymer Symposia*, 42(2) :727–740, mar 2007.
- [34] G. Chagnon, G. Marckmann, and E. Verron. A Comparison of the Hart-Smith Model with Arruda-Boyce and Gent Formulations for Rubber Elasticity. *Rubber Chemistry and Technology*, 77(4) :724–735, sep 2004.
- [35] G. Chagnon, E. Verron, G. Marckmann, and L. Gornet. Development of new constitutive equations for the Mullins effect in rubber using the network alteration theory. *International Journal of Solids and Structures*, 43(22-23) :6817–6831, nov 2006.
- [36] Shawn A. Chester and Lallit Anand. A coupled theory of fluid permeation and large deformations for elastomeric materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58(11) :1879–1906, nov 2010.
- [37] Hansohl Cho, Susan Bartyczak, Willis Mock, and Mary C. Boyce. Dissipation and resilience of elastomeric segmented copolymers under extreme strain rates. *Polymer*, 54(21) :5952–5964, oct 2013.
- [38] Hansohl Cho, Steffen Mayer, Elmar Pösel, Markus Susoff, Pieter J. in 't Veld, Gregory C. Rutledge, and Mary C. Boyce. Deformation mechanisms of thermoplastic elastomers : Stress-strain behavior and constitutive modeling. *Polymer*, 128 :87–99, oct 2017.
- [39] Jess M. Clough, Costantino Creton, Stephen L. Craig, and Rint P. Sijbesma. Covalent Bond Scission in the Mullins Effect of a Filled Elastomer : Real-Time Visualization with Mechanoluminescence. *Advanced Functional Materials*, 26(48) :9063–9074, dec 2016.
- [40] Julie Cocard, Amandine Céline, Sylvain Fréour, Frédéric Jacquemin, Julie Cocard, Amandine Céline, Sylvain Fréour, and Frédéric Jacquemin. Vers une méthodologie d'identification des paramètres de diffusion d'eau dans les polymères et composites. In *Comptes Rendus des JNC 20*, jun 2017.

- [41] Bernard D. Coleman and Walter Noll. Foundations of Linear Viscoelasticity. *Reviews of Modern Physics*, 33(2) :239–249, apr 1961.
- [42] G.S. Crank, J. Park. Diffusion in Polymers, Academic Press. (4) :3–9, 1968.
- [43] R. J. Crawford and P. P. Benham. A comparison of uniaxial and rotating bending fatigue tests on an acetal co-polymer. *Journal of Materials Science*, 9(8) :1297–1304, aug 1974.
- [44] R. J. Crawford and P. P. Benham. Cyclic stress fatigue and thermal softening failure of a thermoplastic. *Journal of Materials Science*, 9(1) :18–28, jan 1974.
- [45] Buckley Crist and Jerold M. Schultz. Polymer spherulites : A critical review. *Progress in Polymer Science*, 56 :1–63, may 2016.
- [46] C Cruanes, F Lacroix, G Berton, S Méo, and N Ranganathan. Study of the fatigue behavior of a synthetic rubber undergoing cumulative damage tests. *International Journal of Fatigue*, 91 :322–327, 2016.
- [47] V. Crupi, E. Guglielmino, M. Maestro, and A. Marinò. Fatigue analysis of butt welded AH36 steel joints : Thermographic Method and design S–N curve. *Marine Structures*, 22(3) :373–386, jul 2009.
- [48] Hüsnü Dal and Michael Kaliske. Bergström-Boyce model for nonlinear finite rubber viscoelasticity : Theoretical aspects and algorithmic treatment for the FE method. *Computational Mechanics*, 44(6) :809–823, 2009.
- [49] Kim C. Dao and Dennis J. Dicken. Fatigue failure mechanisms in polymers. *Polymer Engineering and Science*, 27(4) :271–276, feb 1987.
- [50] Peter Davies and Guy Evrard. Accelerated ageing of polyurethanes for marine applications. *Polymer Degradation and Stability*, 92(8) :1455–1464, aug 2007.
- [51] J Dealy and D Plazek. Time-temperature superposition—a users guide, 2009.
- [52] H. Deng and T.J. Pence. Shear induced loss of saturation in a fluid infused swollen hyperelastic cylinder. *International Journal of Engineering Science*, 48(6) :624–646, jun 2010.
- [53] Fabrice Detrez, Sabine Cantournet, and Roland Séguéla. A constitutive model for semi-crystalline polymer deformation involving lamellar fragmentation. *Comptes Rendus - Mécanique*, 338(12) :681–687, dec 2010.
- [54] Julie Diani, Bruno Fayolle, and Pierre Gilormini. A review on the Mullins effect, mar 2009.
- [55] M. Doi and S. F. Edwards. The theory of polymer dynamics. *Clarendon Press, Oxford*, page 391, 1986.
- [56] D. Dollimore. Physical aging in amorphous polymers and other materials. *Thermochimica Acta*, 54(1-2) :242–243, 1982.
- [57] Cédric Doudard, Sylvain Calloch, François Hild, and Stéphane Roux. Identification of heat source fields from infrared thermography : Determination of ‘self-heating’ in a dual-phase steel by using a dog bone sample. *Mechanics of Materials*, 42(1) :55–62, jan 2010.

- [58] J. G. Drobny. *Specialty Thermoplastics*, volume 13. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2015.
- [59] Jiri George Drobny. *Handbook of Thermoplastic Elastomers*. Wiley-VCH, 2007.
- [60] Fernando P. Duda, Angela C. Souza, and Eliot Fried. A theory for species migration in a finitely strained solid with application to polymer network swelling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58(4) :515–529, apr 2010.
- [61] J. R. Dunn, J. Scanlan, and W. F. Watson. Stress relaxation during the thermal oxidation of vulcanized natural rubber. *Transactions of the Faraday Society*, 55(0) :667, jan 1959.
- [62] M. El Fray and V. Altstädt. Fatigue behaviour of multiblock thermoplastic elastomers. 1. Stepwise increasing load testing of poly(aliphatic/aromatic-ester) copolymers. *Polymer*, 44(16) :4635–4642, 2003.
- [63] M. El Fray and V. Altstädt. Fatigue behaviour of multiblock thermoplastic elastomers. 2. Dynamic creep of poly(aliphatic/aromatic-ester) copolymers. *Polymer*, 44(16) :4643–4650, 2003.
- [64] M. El Fray and V. Altstädt. Fatigue behaviour of multiblock thermoplastic elastomers. 3. Stepwise increasing strain test of poly (aliphatic/aromatic-ester) copolymers. *Polymer*, 45(1) :263–273, 2004.
- [65] Silvano Erlicher and Nelly Point. Endochronic theory, non-linear kinematic hardening rule and generalized plasticity : a new interpretation based on generalized normality assumption. *International Journal of Solids and Structures*, 43(14-15) :4175–4200, 2006.
- [66] G. M. Estes, R. W. Seymour, and S. L. Cooper. Infrared Studies of Segmented Polyurethane Elastomers. II. Infrared Dichroism. *Macromolecules*, 4(4) :452–457, jul 1971.
- [67] Henry Eyring. Viscosity, Plasticity, and Diffusion as Examples of Absolute Reaction Rates. *The Journal of Chemical Physics*, 4(4) :283–291, apr 1936.
- [68] Stoyko Fakirov. *Handbook of Condensation Thermoplastic Elastomers*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, FRG, may 2006.
- [69] G. Fargione, A. Geraci, G. La Rosa, and A. Risitano. Rapid determination of the fatigue curve by the thermographic method. *International Journal of Fatigue*, 24(1) :11–19, jan 2002.
- [70] E. W. Fischer. Studies of structure and dynamics of solid polymers by elastic and inelastic neutron scattering. *Pure and Applied Chemistry*, 50(11-12) :1319–1341, jan 1978.
- [71] H. L. Frisch. Sorption and transport in glassy polymers-a review. *Polymer Engineering and Science*, 20(1) :2–13, jan 1980.
- [72] A. Galeski, A. S. Argon, and Robert E. Cohen. Changes in the morphology of bulk spherulitic nylon 6 due to plastic deformation. *Macromolecules*, 21(9) :2761–2770, sep 1988.

- [73] Valérie Gaucher-Miri and Roland Séguéla. Tensile Yield of Polyethylene and Related Copolymers : Mechanical and Structural Evidences of Two Thermally Activated Processes. 1997.
- [74] A.N. Gent. A new constitutive relation for rubber., 1969.
- [75] K. T. Gillen, R. Bernstein, and M. Celina. CHALLENGES OF ACCELERATED AGING TECHNIQUES FOR ELASTOMER LIFETIME PREDICTIONS. *Rubber Chemistry and Technology*, 88(1) :1–27, mar 2015.
- [76] Kenneth T. Gillen, Robert Bernstein, and Dora K. Derzon. Evidence of non-Arrhenius behaviour from laboratory aging and 24-year field aging of polychloroprene rubber materials. *Polymer Degradation and Stability*, 87(1) :57–67, jan 2005.
- [77] Kenneth T. Gillen, Roger L. Clough, and Carlos A. Quintana. Modulus profiling of polymers. *Polymer Degradation and Stability*, 17(1) :31–47, jan 1987.
- [78] L Gornet, G Marckmann, R Desmorat, and P Charrier. Unified model for Mullins effect and high cycle fatigue life prediction of rubber materials. *Constitutive Models for . . .*, (2), 2013.
- [79] Laurent Gornet, Gilles Marckmann, Rodrigue Desmorat, and Pierre Charrier. A new isotropic hyperelastic strain energy function in terms of invariants and its derivation into a pseudo-elastic model for Mullins effect : Application to finite element analysis. *ResearchGate*, (May) :265–271, 2012.
- [80] Laurent Gornet, Deepika Sudevan, and Patrick Rozycki. A study of various indicators to determine the fatigue limit for woven carbon/epoxy composites under self heating methodology. *Procedia Engineering*, 213 :161–172, 2018.
- [81] Alice Gros. Modélisation de la cristallisation sous tension du caoutchouc naturel. nov 2016.
- [82] Maurizio Guida and Francesco Penta. A Bayesian analysis of fatigue data. *Structural Safety*, 32(1) :64–76, jan 2010.
- [83] Erwan Guitton. *Caractérisation mécanique multiaxiale de matériaux polymères , application à un PHA utilisé pour des structures d’emballages alimentaires* Erwan Guitton. PhD thesis, 2015.
- [84] Ian W. Hamley. *The physics of block copolymers*. Oxford University Press, 1998.
- [85] L. J. Hart-Smith. Elasticity parameters for finite deformations of rubber-like materials. *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Physik ZAMP*, 17(5) :608–626, sep 1966.
- [86] P Haupt and JL Wegner. *Continuum Mechanics and Theory of Materials*, volume 55. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, apr 2002.
- [87] M. Hedenqvist and U.W. Gedde. Diffusion of small-molecule penetrants in semicrystalline polymers. *Progress in Polymer Science*, 21(2) :299–333, jan 1996.
- [88] Historauto. Direction, Train avant et Géométrie. [\url{https://www.historauto.com/la-restauration/direction-train-avant-et-g%C3%A9om%C3%A9trie/}](https://www.historauto.com/la-restauration/direction-train-avant-et-g%C3%A9om%C3%A9trie/), 2014.

- [89] I M Hodge. Physical Aging in Polymer Glasses. *Science*, 267(5206) :1945–1947, 1995.
- [90] G Holzapfel. *Nonlinear solid mechanics : A continuum approach for engineering*, volume First Edit. 2000.
- [91] Wei Hong, Xuanhe Zhao, Jinxiong Zhou, and Zhigang Suo. A theory of coupled diffusion and large deformation in polymeric gels. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(5) :1779–1793, may 2008.
- [92] Chung-Yuen Hui and Rong Long. A constitutive model for the large deformation of a self-healing gel. *Soft Matter*, 8(31) :8209, 2012.
- [93] John M Hutchinson. Physical aging of polymers. *Progress in Polymer Science*, 20(4) :703–760, 1995.
- [94] M. Itskov. The derivative with respect to a tensor : Some theoretical aspects and applications. *ZAMM Zeitschrift fur Angewandte Mathematik und Mechanik*, 82(8) :535–544, 2002.
- [95] Mikhail Itskov. On the theory of fourth-order tensors and their applications in computational mechanics. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 189(2) :419–438, 2000.
- [96] Mikhail Itskov. Computation of the exponential and other isotropic tensor functions and their derivatives. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 192(35-36) :3985–3999, 2003.
- [97] Roel P. M. Janssen, Leon E. Govaert, and Han E. H. Meijer. An Analytical Method To Predict Fatigue Life of Thermoplastics in Uniaxial Loading : Sensitivity to Wave Type, Frequency, and Stress Amplitude. *Macromolecules*, 41(7) :2531–2540, apr 2008.
- [98] Roel P.M. Janssen, Leon E. Govaert, and Han E.H. Meijer. An analytical method to predict fatigue life of thermoplastics in uniaxial loading : Sensitivity to wave type, frequency, and stress amplitude. *Macromolecules*, 41(7) :2531–2540, 2008.
- [99] Michael Johlitz, Nico Diercks, and Alexander Lion. Thermo-oxidative ageing of elastomers : A modelling approach based on a finite strain theory. *International Journal of Plasticity*, 63 :138–151, 2014.
- [100] Michael Johlitz and Alexander Lion. Chemo-thermomechanical ageing of elastomers based on multiphase continuum mechanics. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 25(5) :605–624, sep 2013.
- [101] L. M. Kachanov. *Introduction to continuum damage mechanics*, volume 10 of *Mechanics of Elastic Stability*. Springer Netherlands, Dordrecht, 1986.
- [102] Michael Kaliske, Lutz Nasdala, and Heinrich Rothert. On damage modelling for elastic and viscoelastic materials at large strain. *Computers & Structures*, 79(22) :2133–2141, 2001.
- [103] Andrzej Katunin. Thermal fatigue of polymeric composites under repeated loading. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 31(15) :1037–1044, 2012.

- [104] Andrzej Katunin. Domination of self-heating effect during fatigue of polymeric composites. *Procedia Structural Integrity*, 5 :93–98, jan 2017.
- [105] Andrzej Katunin, Angelika Wronkiewicz, Marcin Bilewicz, and Dominik Wachla. Criticality of self-heating in degradation processes of polymeric composites subjected to cyclic loading : A multiphysical approach. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 17(4) :806–815, sep 2017.
- [106] A Kaye. Non-Newtonian flow in incompressible fluids. Technical report, College of Aeronautics Cranfield, 1962.
- [107] R. Kießling, R. Landgraf, R. Scherzer, and J. Ihlemann. Introducing the concept of directly connected rheological elements by reviewing rheological models at large strains. *International Journal of Solids and Structures*, 97\_98 :650–667, 2016.
- [108] Gyu-Ho Kim and Hongbing Lu. Characteristics of accelerated lifetime behavior of polycarbonate under athermal and high loading frequency conditions. *Polymer Testing*, 26(7) :839–845, oct 2007.
- [109] Gyu-Ho Kim and Hongbing Lu. Accelerated fatigue life testing of polycarbonate at low frequency under isothermal condition. *Polymer Testing*, 27(1) :114–121, feb 2008.
- [110] T. P. Komarova, M. A. Markelov, S. A. Nenakhov, E. I. Semenenko, and A. Ye Chalykh. Diffusion and sorption of water in block copolymers. *Polymer Science U.S.S.R.*, 18(2) :300–308, 1976.
- [111] Anouar Krairi and Issam Doghri. A thermodynamically-based constitutive model for thermo-plastic polymers coupling viscoelasticity, viscoplasticity and ductile damage. *International Journal of Plasticity*, 60 :163–181, 2014.
- [112] Alina Krasnobrizha, Patrick Rozycki, Laurent Gornet, and Pascal Cosson. Hysteresis behaviour modelling of woven composite using a collaborative elastoplastic damage model with fractional derivatives. *Composite Structures*, 158 :101–111, dec 2016.
- [113] Ekkehart Kroner and Georg Rieder. Kontinuumstheorie der Versetzungen. *Zeitschrift fur Physik*, 145(4) :424–429, aug 1956.
- [114] Werner Kuhn and F. Grün. Beziehungen zwischen elastischen Konstanten und Dehnungsdoppelbrechung hochelastischer Stoffe. *Kolloid-Zeitschrift*, 101(3) :248–271, dec 1942.
- [115] V. S. Kuksenko, M. A. Gezalov, A. I. Slutsker, A. A. Yastrebinsky, and V. A. Zakrevsky. The influence of morphology on submicrocrack formation in oriented crystalline polymers. *Journal of Polymer Science Part C : Polymer Symposia*, 38(1) :357–361, mar 2007.
- [116] G La Rosa and A Risitano. Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *International Journal of Fatigue*, 22(1) :65–73, 2000.
- [117] Ralf Landgraf and Jörn Ihlemann. On the direct connection of rheological elements in nonlinear continuum mechanics. *PAMM*, 12(1) :307–308, dec 2012.

- [118] J.-B. Le Cam. Energy storage due to strain-induced crystallization in natural rubber : The physical origin of the mechanical hysteresis. *Polymer*, 127 :166–173, oct 2017.
- [119] V. Le Saux, Y. Marco, S. Calloch, C. Doudard, and P. Charrier. Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements. *International Journal of Fatigue*, 32(10) :1582–1590, oct 2010.
- [120] Vincent Le Saux. *Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique : de la caractérisation accélérée au calcul de structure*. PhD thesis, 2010.
- [121] E. H. Lee. Elastic-Plastic Deformation at Finite Strains. *Journal of Applied Mechanics*, 36(1) :1–6, mar 1969.
- [122] S. Lejeunes, A. Boukamel, and S. Méo. Finite element implementation of nearly-incompressible rheological models based on multiplicative decompositions. *Computers and Structures*, 89(3-4) :411–421, 2011.
- [123] J Lemaitre and J.-L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides, 2eme edition*. Dunod, 2009.
- [124] Lin Li. Dynamic Mechanical Analysis (DMA) Basics and Beyond. *PerkinElmer Education*, (April) :53, 2000.
- [125] C. S. Lin and S. Qutubuddin. Multiblock copolymers consisting of polyolefin and polyester blocks : 1. Thermal and mechanical behaviour. *Polymer*, 35(19) :4120–4126, 1994.
- [126] Alexander Lion. On the large deformation behaviour of reinforced rubber at different temperatures. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 45(11-12) :1805–1834, nov 1997.
- [127] Alexander Lion. Thixotropic behaviour of rubber under dynamic loading histories : Experiments and theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(5) :895–930, may 1998.
- [128] Alexander Lion. Constitutive modelling in finite thermoviscoplasticity : a physical approach based on nonlinear rheological models. *International Journal of Plasticity*, 16(5) :469–494, apr 2000.
- [129] Yin Liu, Hongwu Zhang, Jiayong Zhang, and Yonggang Zheng. Transient swelling of polymeric hydrogels : A new finite element solution framework. *International Journal of Solids and Structures*, 80 :246–260, 2016.
- [130] W.K. Loh, A.D. Crocombe, M.M. Abdel Wahab, and I.A. Ashcroft. Modelling anomalous moisture uptake, swelling and thermal characteristics of a rubber toughened epoxy adhesive. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 25(1) :1–12, feb 2005.
- [131] M S Loo, J B Le Cam, A Andriyana, E Robin, and J F Coulon. Effect of swelling on fatigue life of elastomers. *Polymer Degradation and Stability*, 124 :15–25, 2016.
- [132] Freyssenet M. La production automobile mondiale, des quatre continents et des principaux pays constructeurs, 1898-2017. [\url{http://freyssenet.com/?q=node/367}](http://freyssenet.com/?q=node/367), 2018.

- [133] W Magnus. On the exponential solution of differential equations for a linear operator. *Communications on pure and applied . . .*, VII :649–673, 1954.
- [134] Ali Makke. Mechanical properties of homogenous polymers and block copolymers : a molecular dynamics simulation approach. <http://www.theses.fr>, apr 2011.
- [135] G. Marckmann and E. Verron. Comparison of Hyperelastic Models for Rubber-Like Materials. *Rubber Chemistry and Technology*, 79(5) :835–858, nov 2006.
- [136] G Marckmann, E Verron, L Gornet, G Chagnon, P Charrier, and P Fort. A theory of network alteration for the Mullins effect. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(9) :2011–2028, sep 2002.
- [137] W. V. Mars and M. D. Ellul. Fatigue characterization of a thermoplastic elastomer. *Rubber Chemistry and Technology*, 90(2) :367–380, jun 2017.
- [138] W. V. Mars and A. Fatemi. Factors that Affect the Fatigue Life of Rubber : A Literature Survey. *Rubber Chemistry and Technology*, 77(3) :391–412, jul 2004.
- [139] W.V. Mars and A. Fatemi. A literature survey on fatigue analysis approaches for rubber. *International Journal of Fatigue*, 24(9) :949–961, sep 2002.
- [140] J.M. Martinez, A. Boukamel, S. Méo, and S. Lejeunes. Statistical approach for a hyper-visco-plastic model for filled rubber : Experimental characterization and numerical modeling. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 30(6) :1028–1039, nov 2011.
- [141] I. Masquelier, Y. Marco, V. Le Saux, S. Calloch, and P. Charrier. Thermal measurements on elastomeric materials : From the characterization of the dissipation gradients to the prediction of the fatigue properties. *Procedia Engineering*, 66 :661–668, 2013.
- [142] a. S Maxwell, W R Broughton, G Dean, and G D Sims. Review of accelerated ageing methods. *Report*, page 84, 2005.
- [143] Francisco J. Medel and Jevan Furmanski. Fatigue and Fracture of UHMWPE. *UHMWPE Biomaterials Handbook*, pages 693–720, jan 2016.
- [144] G. Meneghetti. Analysis of the fatigue strength of a stainless steel based on the energy dissipation. *International Journal of Fatigue*, 29(1) :81–94, jan 2007.
- [145] S. Meo, A. Boukamel, and O. Debordes. Analysis of a thermoviscoelastic model in large strain. *Computers and Structures*, 80(27-30) :2085–2098, 2002.
- [146] Stéphane Meo. Modélisation numérique du comportement mécanique de structures en élastomère : de l'élasticité à la thermo-visco-hyperélasticité. dec 2000.
- [147] Nesar Merah, Farukh Saghir, Z. Khan, and A. Bazoune. A study of frequency and temperature effects on fatigue crack growth resistance of CPVC. *Engineering Fracture Mechanics*, 72(11) :1691–1701, jul 2005.

- [148] Yannick Merckel, Julie Diani, Mathias Brieu, and Julien Caillard. Constitutive modeling of the anisotropic behavior of Mullins softened filled rubbers. *Mechanics of Materials*, 57 :30–41, 2013.
- [149] Christian Miehe and Joachim Keck. Superimposed finite elastic-viscoelastic-plastoelastic stress response with damage in filled rubbery polymers. Experiments, modelling and algorithmic implementation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(2) :323–365, 2000.
- [150] Hamid Mohammadi and Roozbeh Dargazany. A micro-mechanical approach to model thermal induced aging in elastomers. *International Journal of Plasticity*, 118 :1–16, jul 2019.
- [151] K. N. Morman. An adaptation of finite linear viscoelasticity theory for rubber-like viscoelasticity by use of a generalized strain measure. *Rheologica Acta*, 27(1) :3–14, jan 1988.
- [152] P. H. Mott and C. M. Roland. Aging of Natural Rubber in Air and Seawater. *Rubber Chemistry and Technology*, 74(1) :79–88, mar 2001.
- [153] Laura Muller, Jean-Michel Roche, Antoine Hurmane, Didier Pacou, Vincent Bonnard, Catherine Peyrac, and Laurent Gornet. Experimental monitoring of the self-heating properties of thermoplastic composite materials. *Procedia Engineering*, 213 :183–191, 2018.
- [154] Laura Muller, Jean-Michel Roche, Antoine Hurmane, Catherine Peyrac, and Laurent Gornet. Experimental monitoring of the self-heating properties of thermoplastic composite materials during tensile and cyclic tests. *MATEC Web of Conferences*, 165 :07003, may 2018.
- [155] L. Mullins. Softening of Rubber by Deformation. *Rubber Chemistry and Technology*, 42(1) :339–362, mar 1969.
- [156] Y. Nagai, T. Ogawa, Y. Nishimoto, and F. Ohishi. Analysis of weathering of a thermoplastic polyester elastomer. II. Factors affecting weathering of a polyether-polyester elastomer. *Polymer Degradation and Stability*, 65(2) :217–224, 1999.
- [157] Yasutaka Nagai, Takahiro Ogawa, Liu Yu Zhen, Yuko Nishimoto, and Fujio Ohishi. Analysis of weathering of thermoplastic polyester elastomers—I. Polyether-polyester elastomers. *Polymer Degradation and Stability*, 56(1) :115–121, apr 1997.
- [158] Christoph Neuhaus, Alexander Lion, Michael Johlitz, Paul Heuler, Matthias Barkhoff, and Frank Duisen. Fatigue behaviour of an elastomer under consideration of ageing effects. *International Journal of Fatigue*, 104 :72–80, 2017.
- [159] Allen. Noshay and James E. McGrath. *Block Copolymers : Overview and Critical Survey*. Elsevier Science, 2013.
- [160] R. W. Ogden. ON THE THERMOELASTIC MODELING OF RUBBERLIKE SOLIDS. *Journal of Thermal Stresses*, 15(4) :533–557, oct 1992.
- [161] D. Oldfield and T. Symes. Long term natural ageing of silicone elastomers. *Polymer Testing*, 15(2) :115–128, jan 1996.

- [162] Svein Ore. A modification of the method of intermittent stress relaxation measurements on rubber vulcanizates. *Journal of Applied Polymer Science*, 2(6) :318–321, nov 1959.
- [163] Elisabeth Ostoja-Kuczynski, Pierre Charrier, Erwan Verron, Gilles Marckmann, Laurent Gornet, and Grégory Chagnon. Crack initiation in filled natural rubber : experimental database and macroscopic observations. III :41–47, sep 2003.
- [164] C. Ovalle Rodas, F. Zaïri, and M. Naït-Abdelaziz. A finite strain thermo-viscoelastic constitutive model to describe the self-heating in elastomeric materials during low-cycle fatigue. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 64(1) :396–410, 2014.
- [165] Andrzej Pawlak, Andrzej Galeski, and Artur Rozanski. Cavitation during deformation of semicrystalline polymers. *Progress in Polymer Science*, 39(5) :921–958, may 2014.
- [166] Catherine Peyrac, Thomas Jollivet, Nolwenn Leray, Fabien Lefebvre, Ophélie Westphal, and Laurent Gornet. Self-heating Method for Fatigue Limit Determination on Thermoplastic Composites. *Procedia Engineering*, 133 :129–135, 2015.
- [167] Mark D. Placette, Xuejun Fan, Jie-Hua Zhao, and Darvin Edwards. A dual stage model of anomalous moisture diffusion and desorption in epoxy mold compounds. In *2011 12th Intl. Conf. on Thermal, Mechanical & Multi-Physics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems*, pages 1/8–8/8. IEEE, apr 2011.
- [168] J. L. Poisson, S. Méo, F. Lacroix, G. Berton, M. Hosséini, and N. Ranganathan. Comparison of Fatigue Criteria Under Proportional and Non-Proportional Multiaxial Loading. *Rubber Chemistry and Technology*, 91(2) :320–338, 2018.
- [169] H J Qi and M C Boyce. Stress-Strain Behavior of Thermoplastic Polyurethane Stress-Strain Behavior of Thermoplastic. (December 2003) :1–51, 2004.
- [170] H.J. Qi and M.C. Boyce. Stress-strain behavior of thermoplastic polyurethanes. *Mechanics of Materials*, 37(8) :817–839, aug 2005.
- [171] Adam Quintana and Mathew C. Celina. Overview of DLO modeling and approaches to predict heterogeneous oxidative polymer degradation. *Polymer Degradation and Stability*, 149 :173–191, mar 2018.
- [172] Djeridi Rachid and Ould Ouali Mohand. On the numerical simulation of damage for the visco-hyperelastic anisotropic behavior of the biomaterials in cyclic loading : Relationship of the Mullins effect and fibers reinforcement. *Procedia Engineering*, 101(C) :126–134, 2015.
- [173] I. Raphael, N. Saintier, G. Robert, J. Béga, and L. Laiarinandrasana. On the role of the spherulitic microstructure in fatigue damage of pure polymer and glass-fiber reinforced semi-crystalline polyamide 6.6. *International Journal of Fatigue*, 126 :44–54, sep 2019.
- [174] Taikyue Ree and Henry Eyring. Theory of Non-Newtonian Flow. I. Solid Plastic System. *Journal of Applied Physics*, 26(7) :793–800, jul 1955.
- [175] Taikyue Ree and Henry Eyring. Theory of Non-Newtonian Flow. II. Solution System of High Polymers. *Journal of Applied Physics*, 26(7) :800–809, jul 1955.

- [176] Arunima Reghunadhan and Sabu Thomas. Chapter 1 - Polyurethanes : Structure, Properties, Synthesis, Characterization, and Applications. In Sabu Thomas, Janusz Datta, Józef T Haponiuk, and Arunima Reghunadhan, editors, *Polyurethane Polymers*, pages 1–16. Elsevier, Amsterdam, 2017.
- [177] R. G. Rinaldi, M. C. Boyce, S. J. Weigand, D. J. Londono, and M. W. Guise. Microstructure evolution during tensile loading histories of a polyurea. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 49(23) :1660–1671, dec 2011.
- [178] L. Rouleau, J. F. Deü, A. Legay, and F. Le Lay. Application of Kramers-Kronig relations to time-temperature superposition for viscoelastic materials. *Mechanics of Materials*, 65 :66–75, 2013.
- [179] Michael Rubinstein and Ralph H. Colby. *Polymer physics*. Oxford University Press, 2003.
- [180] Sai S. Sarva, Stephanie Deschanel, Mary C. Boyce, and Weinong Chen. Stress-strain behavior of a polyurea and a polyurethane from low to high strain rates. *Polymer*, 48(8) :2208–2213, apr 2007.
- [181] Jyoti Sharma, Kshitij Tewari, and Raj Kumar Arya. Diffusion in polymeric systems—A review on free volume theory. *Progress in Organic Coatings*, 111 :83–92, oct 2017.
- [182] John A. Shaw, Alan S. Jones, and Alan S. Wineman. Chemorheological response of elastomers at elevated temperatures : Experiments and simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(12) :2758–2793, dec 2005.
- [183] A. V. Shutov and R. Kreißig. Finite strain viscoplasticity with nonlinear kinematic hardening : Phenomenological modeling and time integration. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 197(21-24) :2015–2029, 2008.
- [184] A. V. Shutov, R. Landgraf, and J. Ihlemann. An explicit solution for implicit time stepping in multiplicative finite strain viscoelasticity. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 265 :213–225, 2013.
- [185] F Sidoroff. Internal variables and phenomenological models for metals plasticity. *Revue de Physique Appliquée*, 23(4) :649–659, 1988.
- [186] J. C. Simo and T. J. R. Hughes. *Computational inelasticity*. Springer, 1998.
- [187] J.C. Simo. A framework for finite strain elastoplasticity based on maximum dissipation and the multiplicative decomposition : Part II. Computational aspects. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 66 :1–31, 1988.
- [188] J.C. Simo. A Framework for finite strain elastoplasticity based on maximum plastic dissipation and the multiplicative decomposition : part I. continuum formulation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 66 :199–219, 1988.
- [189] Masayo Sono, Kenji Kinashi, Wataru Sakai, and Naoto Tsutsumi. Spin-Trapping Analysis and Characterization of Thermal Degradation of Thermoplastic Poly(ether-ester) Elastomer. *Macromolecules*, 51(3) :1088–1099, feb 2018.

- [190] Vikas Srivastava, Shawn A. Chester, Nicoli M. Ames, and Lallit Anand. A thermo-mechanically-coupled large-deformation theory for amorphous polymers in a temperature range which spans their glass transition. *International Journal of Plasticity*, 26(8) :1138–1182, 2010.
- [191] Paul Steinmann, Mokarram Hossain, and Gunnar Possart. Hyperelastic models for rubber-like materials : consistent tangent operators and suitability for Treloar’s data. *Archive of Applied Mechanics*, 82(9) :1183–1217, sep 2012.
- [192] L C E Struik. Mechanical behaviour and physical ageing of semi-crystalline polymers : 4. *Polymer*, 30(5) :815–830, 1989.
- [193] L.C.E. Struik. The mechanical and physical ageing of semicrystalline polymers : 1. *Polymer*, 28(9) :1521–1533, 1987.
- [194] L.C.E. Struik. The mechanical behaviour and physical ageing of semicrystalline polymers : 2. *Polymer*, 28 :1534–1542, 1987.
- [195] L.C.E. Struik. Mechanical behaviour and physical ageing of semi-crystalline polymers : 3. Prediction of long term creep from short time tests. *Polymer*, 30(5) :799–814, may 1989.
- [196] E. Suhir. Three-step concept (TSC) in modeling microelectronics reliability (MR) : Boltzmann-Arrhenius-Zhurkov (BAZ) probabilistic physics-of-failure equation sandwiched between two statistical models. *Microelectronics Reliability*, 54(11) :2594–2603, 2014.
- [197] Atsushi Takahara, Kenji Yamada, Tisato Kajiyama, and Motowo Takayanagi. Analysis of fatigue behavior of high-density polyethylene based on dynamic viscoelastic measurements during the fatigue process. *Journal of Applied Polymer Science*, 26(4) :1085–1104, apr 1981.
- [198] A. Tcharkhtchi, S. Farzaneh, S. Abdallah-Elhirtsi, B. Esmaellou, F. Nony, and A. Baron. Thermal Aging Effect on Mechanical Properties of Polyurethane. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 19(7) :571–584, oct 2014.
- [199] Yun Lu Tee, Mei Sze Loo, and Andri Andriyana. Recent advances on fatigue of rubber after the literature survey by Mars and Fatemi in 2002 and 2004. *International Journal of Fatigue*, 110 :115–129, 2018.
- [200] L. R. G. Treloar. The Elasticity of a Network of Long-Chain Molecules. I. *Rubber Chemistry and Technology*, 16(4) :746–751, dec 1943.
- [201] L. R. G. Treloar. The elasticity of a network of long-chain molecules—II. *Trans. Faraday Soc.*, 39(0) :241–246, jan 1943.
- [202] K.C. Valanis and H.E. Read. An endochronic plasticity theory for concrete. *Mechanics of Materials*, 5(3) :277–295, sep 1986.
- [203] Thien An Nguyen Van. *Sur la modélisation et la simulation du couplage thermo-chimio-mécanique au sein des élastomères chargés*. PhD thesis, 2012.

- [204] A. Vandenbroucke, H. Laurent, N. Aït Hocine, and G. Rio. A Hyperelasto-Visco-Hysteresis model for an elastomeric behaviour : Experimental and numerical investigations. *Computational Materials Science*, 48(3) :495–503, may 2010.
- [205] R. M. Vasenin. The kinetics of swelling of polymers. *Polymer Science U.S.S.R.*, 6(4) :688–694, 1964.
- [206] Jacques Verdu. Effect of Aging on the Mechanical Properties of Polymeric Materials. *Journal of Macromolecular Science, Part A*, 31(10) :1383–1398, oct 1994.
- [207] Jacques Verdu. *Vieillissement oxydant des polymères, aspects cinétiques*. Hermès Science publications, 2012.
- [208] Laura Vergani, Chiara Colombo, and Flavia Libonati. A review of thermographic techniques for damage investigation in composites. *Frattura ed Integrità Strutturale*, 8(27) :1–12, dec 2013.
- [209] Xin-Feng Wei, Loris De Vico, Pierre Larroche, Kai J. Kallio, Stefan Bruder, Martin Bellander, Ulf W. Gedde, and Mikael S. Hedenqvist. Ageing properties and polymer/fuel interactions of polyamide 12 exposed to (bio)diesel at high temperature. *npj Materials Degradation*, 3(1) :1, dec 2019.
- [210] Jim R. White. Polymer ageing : physics, chemistry or engineering ? Time to reflect. *Comptes Rendus Chimie*, 9(11-12) :1396–1408, nov 2006.
- [211] D. Wollscheid and A. Lion. The benefit of fractional derivatives in modelling the dynamics of filler-reinforced rubber under large strains : a comparison with the Maxwell-element approach. *Computational Mechanics*, 53(5) :1015–1031, may 2014.
- [212] M. G. Wyzgoski, G. E. Novak, and D. L. Simon. Fatigue fracture of nylon polymers. *Journal of Materials Science*, 25(10) :4501–4510, oct 1990.
- [213] Rui Xiao, Hong Guang Sun, and Wen Chen. A finite deformation fractional viscoplastic model for the glass transition behavior of amorphous polymers. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 93(November 2016) :7–14, 2017.
- [214] B. Yang, P.K. Liaw, G. Wang, M. Morrison, C.T. Liu, R.A. Buchanan, and Y. Yokoyama. In-situ thermographic observation of mechanical damage in bulk-metallic glasses during fatigue and tensile experiments. *Intermetallics*, 12(10-11) :1265–1274, oct 2004.
- [215] J. Yi, M.C. Boyce, G.F. Lee, and E. Balizer. Large deformation rate-dependent stress–strain behavior of polyurea and polyurethanes. *Polymer*, 47(1) :319–329, jan 2006.
- [216] Patrick Zerbe, Benjamin Schneider, Egon Moosbrugger, and Michael Kaliske. A viscoelastic-viscoplastic-damage model for creep and recovery of a semicrystalline thermoplastic. *International Journal of Solids and Structures*, 110-111 :340–350, 2017.
- [217] Li-Lan Zhu and Gerhard Wegner. The morphology of semicrystalline segmented poly(ether ester) thermoplastic elastomers. *Die Makromolekulare Chemie*, 182(12) :3625–3638, dec 1981.

- [218] Li-Lan Zhu, Gerhard Wegner, and Upali Bandara. The crystallization behavior and the mechanical properties of segmented poly(ether ester) thermoplastic elastomers. *Die Makromolekulare Chemie*, 182(12) :3639–3651, dec 1981.
- [219] Y. Y. Zhu and S. Cescotto. A fully coupled elasto-visco-plastic damage theory for anisotropic materials. *International Journal of Solids and Structures*, 32(11) :1607–1641, 1995.
- [220] S. N. Zhurkov. Kinetic concept of the strength of solids. *International Journal of Fracture*, 26(4) :295–307, 1984.
- [221] S. N. Zhurkov, V. A. Zakrevskiy, V. E. Korsukov, and V. S. Kuksenko. Mechanism of Submicrocrack Generation in Stressed Polymers. *J Polym Sci Part A-2 Polym Phys*, 10(8) :1509–1520, 1972.
- [222] C. Zopf, S.E. Hoque, and M. Kaliske. Comparison of approaches to model viscoelasticity based on fractional time derivatives. *Computational Materials Science*, 98 :287–296, feb 2015.



---

**Titre :** Développement et implémentation dans le cadre éléments finis de modèles de comportement adaptés aux matériaux thermoplastiques élastomères en vue de la fatigue des structures

**Mots clés :** Thermoplastiques élastomères, fatigue, vieillissement, modèle, plasticité, endommagement, larges déformations

**Résumé :** Cette thèse, menée en collaboration avec Trelleborg Boots, a pour but d'étudier le comportement en fatigue des soufflets servant de protection aux articulations de cardan des trains avant des véhicules automobile. Durant son utilisation, cette pièce contenant de la graisse est soumise à des sollicitations de fatigue. Elle évolue en grande transformation dans des conditions extrêmes entre des températures de -40 à 140°C. Les matériaux employés sont des Thermo Plastiques Elastomères. L'objectif de la thèse est de déterminer un critère de fatigue destiné à prédire la durée de vie des soufflets. Des modèles de comportement élastoplastiques endommageables avec et sans viscosité sont proposés afin de mener des analyses par

Eléments Finis. Des essais mécaniques de fatigue ont été réalisés. Ils ont permis de construire une courbe de Wöhler. Le vieillissement du matériau dû à la graisse a été étudié au travers de l'évolution de ses propriétés mécaniques. Des essais rapides de type autoéchauffement ont été proposés pour déterminer la limite d'endurance des TPE-E. Un nouvel indicateur a été proposé pour déterminer la limite d'endurance des TPE-E

---

**Title :** Development and finite element implementation of constitutive models adapted to thermoplastic elastomers towards fatigue analysis of structures

**Keywords :** Thermoplastic elastomers, fatigue, ageing, model, plasticity, damage, large deformations

**Abstract :** This thesis, carried out in collaboration with Trelleborg Boots, aims to study the fatigue behaviour of bellows used to protect the cardan joints of motor vehicle front axles. During use, this grease-containing part is subject to fatigue stresses. It evolves in large transformation under extreme conditions between temperatures of -40 to 140°C. The materials used are Thermo Plastics Elastomers. The objective of the thesis is to determine a fatigue criterion to predict the life span of bellows. Damageable elastoplastic behaviour models with and without viscosity are available for finite element analysis. Mechanical fatigue tests were carried out. They made it possible to build a Wöhler curve. The ageing of the material due to grease has been studied through the

evolution of its mechanical properties. Rapid self-heating tests have been proposed to determine the endurance limit of the TPE-E. A new indicator has been proposed to determine the endurance limit of TPE-E.