



HAL
open science

Caractérisation et modélisation du comportement à la déchirure de matériaux élastomères endommagés par chargements multiaxiaux

David Roucou

► **To cite this version:**

David Roucou. Caractérisation et modélisation du comportement à la déchirure de matériaux élastomères endommagés par chargements multiaxiaux. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Centrale Lille Institut, 2020. Français. NNT : 2020CLIL0001 . tel-03123299

HAL Id: tel-03123299

<https://theses.hal.science/tel-03123299>

Submitted on 27 Jan 2021

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.

N° d'ordre :

CENTRALE LILLE

THESE

Présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

Spécialité : MÉCANIQUE

par

David ROUCOU

DOCTORAT DELIVRE PAR CENTRALE LILLE

Titre de la thèse :

Caractérisation et modélisation du comportement à la déchirure de matériaux élastomères endommagés par chargements multiaxiaux

Soutenance le 7 Janvier 2020 devant le jury d'examen :

Président	Matteo CICCOTTI	Professeur, SIMM, ESPCI Paris
Rapporteur	Michel CORET	Professeur, GeM, Ecole Centrale de Nantes
Rapporteur	Yann MARCO	Maître de conférences HDR, IRDL, ENSTA Bretagne
Membre	Jean-Benoit LE CAM	Professeur, IPR, Université de Rennes 1
Invité	Davide COLOMBO	Ingénieur de Recherche, MICHELIN, Ladoux
Invité	Armel MBIAKOP-NGASSA	Ingénieur de Recherche, MICHELIN, Ladoux
Directeur de thèse	Mathias BRIEU	Professeur, LaMcube, Centrale Lille
Directrice de thèse	Julie DIANI	Directrice de Recherche, LMS, Ecole Polytechnique

Thèse préparée dans le Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multiéchelles
(FRE CNRS 2016)

Ecole Doctorale SPI 072 (Université de Lille, Artois, ULCO, UVHC, Centrale Lille)

Remerciements

Voilà qu'arrive enfin le moment où le travail se trouve derrière moi, et où je peux repenser à celles et ceux qui ont apporté leur contribution grâce à leur aide et à leurs conseils. C'est donc avec plaisir que je rédige ces quelques lignes pour exprimer ma gratitude envers ces personnes.

Je souhaite tout d'abord remercier mes deux directeurs de thèse qui ont su m'aider à mener ce travail à bien, notamment grâce à leur grande disponibilité à mon égard : Julie Diani, dont le nombre et la qualité de nos échanges a permis de bâtir une grande portion de ce travail, ainsi que Mathias Brieu, qui parviens très souvent à mettre le doigt sur des détails qui se révèlent capitaux, et qui a su être à mon écoute quand j'en avais le plus besoin.

Je souhaite ensuite remercier Michel Coret, Yann Marco et Jean-Benoit Le Cam pour avoir accepté d'évaluer mon travail en prenant part au jury de cette thèse, ainsi que Matteo Ciccotti pour avoir présidé celui-ci. J'ai une pensée particulière pour les deux rapporteurs, vis à vis de l'efficacité de leurs retours portant sur ce travail relativement conséquent, et ce dans un délai restreint.

Je remercie ensuite le groupe Michelin pour m'avoir permis de travailler sur ce sujet et pour l'avoir financé. En particulier, je remercie mes deux encadrants : Armel Mbiakop-Ngassa pour m'avoir accueilli dans son équipe à Clermont-Ferrand et qui a permis grâce à son guidage d'amener à la conclusion de ce travail, ainsi que Davide Colombo dont j'ai particulièrement apprécié les moments d'échange que nous avons partagé. J'exprime également ma gratitude envers Julien Caillard, Florian Guidolin et Yann Kilburg pour leur aide théorique et pratique dans la réalisation de mes travaux, ainsi qu'envers l'ensemble des collègues que j'ai eu le plaisir de côtoyer et qui ont pu m'aider à différents degrés.

Je tiens également à remercier Jean-François Witz, sans qui mes travaux auraient certainement pris une tournure bien différente, tout en exprimant quelques regrets quand au fait que nous n'ayons pas eu l'opportunité de pousser certains aspects jusqu'à leur aboutissement.

Mes remerciements vont ensuite vers mes collègues et amis du LaMcube dont j'ai eu la chance de partager la compagnie, que ce soit au laboratoire ou en dehors. Je ne pourrais faire la liste complète de toutes les personnes qui ont pu m'aider durant mes travaux, mais j'ai une pensée particulière pour François, Arnaud, Annie, Laure et Victor, qui ont su être là et m'aider dans les moments les plus difficiles. J'ai bien évidemment une pensée spéciale pour l'ensemble de la team B16.

Enfin, mes dernières pensées vont envers mes amis et ma famille, pour leurs encouragements et leur soutien tout au long de ces trois années.

Table des matières

Remerciements	3
Présentation générale de l'étude	13
1 Introduction générale	17
1.1 Introduction	19
1.2 Matériaux élastomères	19
1.2.1 Description des élastomères	19
1.2.2 Comportement mécanique des élastomères chargés	21
1.3 Modélisation du comportement	25
1.3.1 Grandes déformations	25
1.3.2 Lois de comportement hyperélastiques	27
1.3.3 Présentation du modèle Néo-Hookéen pénalisé	28
1.4 Fissuration des élastomères	31
1.4.1 Généralités	31
1.4.2 Calcul du taux de restitution d'énergie	31
1.4.3 Lien entre analyse globale et locale	36
1.4.4 Application aux élastomères non cristallisant non chargés	37
1.4.5 Application aux élastomères chargés	38
1.4.6 Prise en compte de l'effet d'une dissipation	39
1.5 Bilan	40
2 Matériaux et protocoles expérimentaux	41
2.1 Composition des matériaux	43
2.2 Moyens utilisés pour les essais mécaniques	44
2.3 Comportement mécanique des matériaux	46
2.3.1 Effet de la vitesse	46
2.3.2 Anisotropie initiale des plaques calandrées	47
2.3.3 Effet Mullins au cours d'une traction cyclique	48
2.3.4 Anisotropie induite par effet Mullins	48
2.4 Protocole de préchargement des plaques entières	49
2.4.1 Précharge en traction	50
2.4.2 Précharge en compression	53
2.5 Essais de fissuration	53
2.5.1 Essais SENT	53
2.5.2 Fissuration en cisaillement pur	57
2.6 Conclusion	61

3	Mesures locales des déplacements et déformations	63
3.1	Suivi des déplacements par une méthode de <i>tracking</i>	65
3.2	Calcul du tenseur gradient de la transformation en utilisant des éléments de Lagrange	68
3.2.1	Rappel de la théorie : élément triangulaire 2D d'ordre 1	68
3.2.2	Stratégie d'obtention du champ de \mathbf{F} à partir de données expérimentales	70
3.3	Obtention des déformations à partir des formes des taches	72
3.4	Comparaison des deux méthodes	73
3.4.1	Comparaison des champs obtenus	73
3.4.2	Comparaison des orientations locales	76
3.4.3	Méthode retenue	78
3.4.4	Précision de la mesure	78
3.5	Validation des hypothèses de Rivlin et Thomas	80
3.5.1	Hypothèses SENT	80
3.5.2	Hypothèses de la fissuration en cisaillement pur	86
3.6	Autres applications	88
3.6.1	Observations supplémentaires sur les essais de cisaillement pur	88
3.6.2	Déformation des images à partir du champ des déplacements	90
3.6.3	Qualité du protocole de préchargement des plaques MA	92
3.7	Conclusion	95
4	Caractérisation de la fissuration critique de matériaux élastomères	97
4.1	Étude d'un SBR non chargé	99
4.1.1	Introduction	99
4.1.2	Essais de cisaillement pur	100
4.1.3	Essais SENT	103
4.1.4	Comparaison des valeurs de G_c estimées	104
4.2	Extension au SBR chargé	107
4.2.1	Essais SENT	107
4.2.2	Choix de G_c : Vitesse de propagation	108
4.2.3	Effet de la taille de l'éprouvette	112
4.3	Conclusion	115
5	Effet d'un préchargement sur la fissuration d'un SBR chargé	117
5.1	Effet d'un préchargement : Résultats expérimentaux	119
5.1.1	Effet de précharges uniaxiales	119
5.1.2	Effet de préchargements complexes	125
5.1.3	Effet de l'intensité de la précharge	127
5.1.4	Conclusion de la campagne expérimentale	128
5.2	Prise en compte de la dissipation Mullins dans le bilan énergétique	130
5.2.1	Analyse de la fissuration d'un matériau dissipatif suivant l'approche de Griffith	130
5.2.2	Application au cisaillement pur : Approche de Rivlin et Thomas	133
5.3	Calcul théorique de G_c^* à l'aide d'une loi de comportement	135
5.4	Prise en compte d'une dissipation Mullins pendant la fissuration	137
5.5	Conclusion	150

Conclusion générale et Perspectives	151
Bibliographie	155
Annexes	
A La boîte à moustaches de Tukey	169
B Entailles réalisées par découpe laser	171

Table des figures

1.1	Illustration d'un élastomère réticulé	20
1.2	Agrégat de noir de carbone	21
1.3	Courbe de comportement d'un SBR chargé	22
1.4	Essai cyclique sur un SBR chargé	22
1.5	Anisotropie induite	24
1.6	Changements de volume	25
1.7	Décomposition polaire du tenseur \mathbf{F}	26
1.8	Modes de propagation d'une fissure.	31
1.9	Scénario charge-décharge avec croissance de fissure	33
1.10	Essai SENT	35
1.11	Essai de cisaillement pur	36
1.12	Faciès de rupture d'un SBR non chargé	38
2.1	Montage expérimental.	44
2.2	Taches suivies par vidéoextensométrie	45
2.3	Éprouvette standard (H2) de traction uniaxiale.	46
2.4	Effet de la vitesse de sollicitation	46
2.5	Anisotropie initiale des plaques MA	47
2.6	Évaluation de l'effet Mullins	48
2.7	Anisotropie induite par effet Mullins	49
2.8	Préchargement d'une plaque MA	50
2.9	Relaxation suite à une précharge uniaxiale	51
2.10	Relaxation suite à une précharge multiaxiale	52
2.11	Courbes effort-déplacement des préchargements en compression	53
2.12	Résultats des essais SENT sur SBR non chargé, petites entailles	55
2.13	Résultats des essais SENT sur SBR chargé, petites entailles	55
2.14	Résultats des essais SENT sur SBR non chargé, grandes entailles	56
2.15	Résultats des essais SENT sur SBR chargé, grandes entailles	57
2.16	Comparaison d'éprouvettes SENT post-mortem	58
2.17	Déformation macroscopique lors des essais SENT	58
2.18	Effet du serrage sur les essais de cisaillement pur	59
2.19	Courbes de comportement des essais de cisaillement pur	60
2.20	Faciès de rupture d'une éprouvette de cisaillement pur de SBR non chargé	60
3.1	Exemple de pochoir en SENT	65
3.2	Exemple de pochoir en cisaillement pur	66
3.3	Approche des taches par des ellipses	67

3.4	Éléments triangulaires d'ordre 1	69
3.5	Maillages obtenus par tranguation Delaunay et forme <i>alpha</i>	71
3.6	Grandeurs caractéristiques de l'ellipse	72
3.7	Exemples de valeurs des paramètres élliptiques	73
3.8	Comparaison des champ de V_{11} donnés par les deux méthodes	74
3.9	Comparaison des champ de V_{22} donnés par les deux méthodes	75
3.10	Différences entre les champs donnés par les deux méthodes	75
3.11	Orientations locales calculées	77
3.12	Comparaions entre orientations locales calculées et mesurées	78
3.13	Histogrammes des valeurs des champs des composantes diagonales de \mathbf{F}	79
3.14	Histogrammes des valeurs de champs des invariants du tenseur de Hencky	79
3.15	Champs des composantes diagonales de \mathbf{F} en SENT, petite entaille	81
3.16	Champs des composantes hors-diagonales de \mathbf{F} en SENT, petite entaille	81
3.17	Champs des invariants de \mathbf{C} en SENT, petite entaille	82
3.18	Champs des invariants du tenseur de Hencky en SENT, petite entaille	83
3.19	Champs des composantes diagonales de \mathbf{F} en SENT, grande entaille	84
3.20	Champs des composantes hors-diagonales de \mathbf{F} en SENT, grande entaille	84
3.21	Champs des invariants du tenseur de Hencky en SENT, petite entaille	85
3.22	Champs des composantes de \mathbf{F} en cisaillement pur	86
3.23	Champs des invariants du tenseur de Hencky en cisaillement pur	87
3.24	Champs des composantes de \mathbf{F} en cisaillement pur, déviation d'entaille	88
3.25	Estimation des régions affectées par la présence de la fissure	89
3.26	Image de référence sur un essai de fissuration en cisaillement pur	90
3.27	Image lors de la propagation pour le même essai	90
3.28	Image remappée	91
3.29	Résidus entre image initiale et remappée	91
3.30	Photos d'un préchargement uniaxial d'une plaque MA	93
3.31	Champs des composantes diagonales de \mathbf{F} lors d'une précharge uniaxiale	94
3.32	Champs des invariants du tenseur lors d'une précharge uniaxiale	94
4.1	Différentes méthodes d'obtention de G et leurs relations	100
4.2	Efforts mesurés en cisaillement pur pour différentes longueurs d'entailles	101
4.3	Énergie élastique U en fonction de la longueur d'entaille a	102
4.4	Comparaison des méthodes de Rivlin et Thomas et de Griffith	102
4.5	Efforts mesurés en SENT pour différentes longueurs d'entailles	103
4.6	G_c en fonction de a pour les deux géométries	104
4.7	Faciès de rupture en SENT, petite entaille	105
4.8	Estimation post-mortem des longueurs d'entaille réelles en SENT	106
4.9	G_c en SENT calculé avec les longueurs d'entailles réelles	106
4.10	Eprouvette post-mortem en SENT, pour le SBR chargé	108
4.11	Algorithme utilisé pour detecter la pointe d'entaille	109
4.12	Position et vitesse de la pointe en fonction du temps	110
4.13	Vitesse de la pointe en repère log-log	111
4.14	Eprouvettes de cisaillement pur de dimensions différentes utilisées	112
4.15	Effet de taille d'éprouvette : courbes de comportement	113
4.16	Effet de taille d'éprouvette : paramètres de fissuration critique	114

5.1	Différentes combinaisons testées pour les sens de précharge et de fissuration . . .	120
5.2	Précharges uniaxiales : Comportement de référence	121
5.3	Précharges uniaxiales : courbes de fissuration	122
5.4	Exemples de trajectoires de fissuration	123
5.5	Précharges uniaxiales : paramètres de fissuration	124
5.6	Chargements complexes : Courbes de référence et de fissuration	126
5.7	Chargements complexes : paramètres de fissuration	127
5.8	Effet d'intensité de précharge : comportements de référence	128
5.9	Effet d'intensité de précharge : paramètres de fissuration	128
5.10	Comparaison globale : paramètres de fissuration	129
5.11	Théorie de Griffith en prenant en compte une dissipation énergétique	131
5.12	Eprouvette de cisaillement pur	133
5.13	Cycle charge-décharge en cisaillement pur avec effet Mullins	134
5.14	Comportement en cisaillement pur prévu par le modèle Néo-Hookéen avec en- dommagement	136
5.15	Valeurs de G_c et G_c^* estimées par le modèle	136
5.16	Illustration des hystérèses et énergies associées	138
5.17	Équivalence entre déplacement de la pointe d'entaille et des points matériels . . .	140
5.18	Champ de la densité de travail mécanique estimé par le modèle	143
5.19	Profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ expérimental	144
5.20	Représentation de \mathcal{W} dans le repère tridimensionnel (X, Y, \mathcal{W})	145
5.21	Symétrie de $\mathcal{W}_{max}(Y)$	146
5.22	Extrapolation de $\mathcal{W}_{max}(Y)$ en pointe d'entaille	147
5.23	Effet du préchargement sur $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ et $\mathcal{W}_{max}(Y)$	148
A.1	Illustration des éléments constituant une boîte à moustache.	169
B.1	Image au microscope, mesure du rayon du fond d'entaille faite au laser	171
B.2	Courbes de fissuration en SENT avec entailles faites au laser	172
B.3	Faciès de rupture en SENT avec entaille faite au laser	173
B.4	Comparaison des paramètres de fissuration en SENT selon le type d'entaille . . .	173

Présentation générale de l'étude

Les systèmes mécaniques modernes comportent des pièces qui doivent être capables de se déformer grandement, afin de réaliser certaines liaisons ou jouer le rôle d'amortissement par exemple, préservant l'intégrité du système. Les élastomères sont des matériaux de choix pour remplir ces fonctions, grâce à leur propriétés mécaniques uniques. Parmi les différentes applications, nous pouvons citer par exemple les courroies, les gaines, les supports anti-vibratoires, ainsi que les pneumatiques. Certaines propriétés peuvent être ciblées et améliorées en rajoutant de fines particules, tel que le noir de carbone, au mélange. Cependant, ceci a également pour effet d'induire une dépendance du comportement de ces matériaux à l'historique des chargements. Cet effet, communément appelé "effet Mullins", a été largement étudié et caractérisé par la communauté scientifique. Il a en particulier été montré qu'il s'agit d'un adoucissement du matériau soumis à un chargement pour la première fois. Cet effet dépend des directions sollicitées par le chargement, rendant le matériau anisotrope.

Dans certaines applications, ces pièces peuvent être soumises à des sollicitations extrêmes, où la croissance de fissures est observée. La fissuration des élastomères a elle aussi fait l'objet de nombreuses études, particulièrement dans des conditions de fatigue cyclique. En dépit d'une bonne connaissance générale des phénomènes de fissuration d'une part et d'adoucissement par effet Mullins d'autre part, ce dernier est rarement pris en compte dans l'étude de la propagation de fissures. Certaines études récentes, principalement dans le domaine de la fissuration des hydrogels, ont proposé des théories introduisant la prise en compte d'un endommagement dissipatif tel que l'effet Mullins, mais les caractérisations et données expérimentales restent rares dans la littérature de façon générale.

C'est dans ce contexte que le présent sujet de thèse a été lancé dans le cadre d'une convention CIFRE, conjointement entre la Manufacture Française des pneumatiques Michelin, le Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multiéchelles¹ (Centrale Lille), et le Laboratoire de Mécanique des Solides (École polytechnique). L'entreprise apporte une forte culture concernant la diversité des élastomères industriels, et les laboratoires sont reconnus pour leurs expertises sur la caractérisation et modélisation mécanique de tels matériaux, et en particulier de l'effet Mullins. De nombreuses collaborations ont précédemment eu lieu entre ces acteurs, incluant entre autres une thèse portant sur la caractérisation et la modélisation de l'effet Mullins.

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire est d'étudier l'impact d'un préchargement sur le comportement à la fissuration en mode d'ouverture des élastomères chargés au noir de carbone. Nous nous intéresserons spécifiquement à l'effet d'un adoucissement, mais aussi au caractère anisotrope de ce dernier. La portée de ce travail est l'élaboration d'un critère de fissuration capable de prendre en compte l'historique de chargement du matériau, éventuellement

1. Anciennement Laboratoire de mécanique de Lille (LML)

multiaxial. Afin de baser le travail sur des éléments expérimentaux, les points suivants seront abordés :

- définition d'un critère de fissuration s'appliquant aux conditions d'étude expérimentales, *i.e.* sous chargement monotone et en mode d'ouverture,
- mise en place d'un protocole expérimental permettant d'appliquer des préchargements multiaxiaux contrôlés aux matériaux étudiés,
- caractérisation de la fissuration en fonction de différents préchargements.

Ce mémoire de thèse est composé de 5 chapitres, qui sont organisés de la manière suivante :

Le premier chapitre établit un état de l'art sur les élastomères étudiés, lié à la problématique de ce travail. Les propriétés des matériaux d'intérêt sont décrites, ainsi que leur modélisation mécanique. Une revue de la littérature sur la fissuration monotone des élastomères, thème central à notre étude, est ensuite présentée.

Les matériaux étudiés expérimentalement dans ce travail, ainsi que les protocoles utilisés, sont présentés dans le deuxième chapitre. Nous nous intéresserons à une gomme de styrène-butadiène (SBR) non chargé et à cette même gomme chargée à 50 pce de noir de carbone. Le second mélange, qui présente un effet Mullins prononcé, sera le sujet principal de l'étude. Parmi les protocoles présentés, des méthodes ont été mises en place durant la thèse pour pouvoir imposer différents préchargements à cet élastomère. Les comportements mécaniques des deux matériaux sont évalués par des essais de caractérisation classiques et des essais de fissuration, en chargement monotone et en mode d'ouverture, sont également réalisés. Les observations préliminaires mettent en évidence certaines problématiques concernant la caractérisation de la fissuration, appelant des analyses plus poussées.

Nous présentons dans le troisième chapitre les méthodes d'analyse qui ont été mises en place pour estimer les champs de déformation locaux par une méthode de suivi de marqueurs, adaptée aux grandes transformations auxquelles sont soumis les échantillons fissurés. Leur étude permet de vérifier les hypothèses théoriques portant sur les éprouvettes de fissuration. Ces validations permettront dans les chapitres suivants de caractériser la propagation d'une fissure en appliquant des méthodes énergétiques. La méthode d'analyse locale permet aussi d'étudier les champs de déformation résultant des préchargements appliqués, validant ainsi les protocoles expérimentaux utilisés.

Le quatrième chapitre de ce mémoire porte sur la caractérisation de la fissuration critique des élastomères étudiés. Deux géométries classiques sont considérées pour étudier la fissuration en mode d'ouverture, la géométrie SENT et celle en cisaillement pur. Chacune d'entre elles permet de faire une analyse énergétique globale de la propagation catastrophique d'une entaille, et les résultats des deux méthodes sont comparés sur le SBR non chargé. La comparaison montre que l'essai de cisaillement pur est à privilégier, car plus robuste et montrant moins de dispersion dans les estimations réalisées. Nous montrons ensuite que le critère énergétique peut aussi s'appliquer au SBR chargé au noir de carbone, en comparant les résultats d'essais de cisaillement pur de dimensions différentes.

Le cinquième et dernier chapitre présente les résultats d'une nouvelle campagne expérimentale, qui vise à caractériser l'impact de préchargements sur la fissuration de l'élastomère chargé au noir de carbone. L'impact de l'adoucissement induit par effet Mullins est étudié, ainsi que l'anisotropie induite par ce phénomène. Les bilans énergétiques théoriques sont réévalués pour prendre en compte la dissipation d'énergie causée par l'effet Mullins. Les mesures expérimentales

sont alors étudiées à l'aide des méthodes locales introduites dans le chapitre 3, couplées à une loi modélisant le comportement du matériau. Cette procédure a pour objectif d'estimer chacune des quantités énergétiques, afin d'évaluer si le bilan énergétique permet de proposer un critère de fissuration critique général, qui prenne en compte l'historique de chargement.

Enfin, quelques conclusions et perspectives issues de ce travail viendront clore ce manuscrit.

Chapitre 1

Introduction générale

Ce chapitre d'introduction a pour but de décrire le contexte dans lequel s'inscrit cette étude. Premièrement, la structure et le comportement des élastomères sont présentés, en particulier lorsqu'ils sont renforcés avec des charges. La dépendance de ces matériaux à l'historique de chargement, dit effet Mullins, est également décrit. Ensuite, nous verrons brièvement le cadre mécanique dans lequel les élastomères sont étudiés, ainsi que certaines lois de comportement employées pour leur modélisation. À cette occasion, le modèle que nous adopterons sera présenté en détail. Enfin, une revue de la littérature sur la fissuration des élastomères sera proposée, en développant en détail les principes énergétiques fondateurs. Cette revue permettra de mettre en lumière une insuffisance quant à la prise en compte de l'impact de l'effet Mullins sur les propriétés de fissuration des élastomères, justifiant la suite de cette étude.

Table des matières

1.1	Introduction	19
1.2	Matériaux élastomères	19
1.2.1	Description des élastomères	19
1.2.2	Comportement mécanique des élastomères chargés	21
1.3	Modélisation du comportement	25
1.3.1	Grandes déformations	25
1.3.2	Lois de comportement hyperélastiques	27
1.3.3	Présentation du modèle Néo-Hookéen pénalisé	28
1.4	Fissuration des élastomères	31
1.4.1	Généralités	31
1.4.2	Calcul du taux de restitution d'énergie	31
1.4.3	Lien entre analyse globale et locale	36
1.4.4	Application aux élastomères non cristallisant non chargés	37
1.4.5	Application aux élastomères chargés	38
1.4.6	Prise en compte de l'effet d'une dissipation	39
1.5	Bilan	40

1.1 Introduction

Les élastomères sont des matériaux particulièrement utilisés en ingénierie pour leur capacité à se déformer grandement et revenir à leur configuration initiale sans endommagement. Pour pouvoir davantage étendre leurs domaines d'utilisation, des particules renforçantes comme le noir de carbone peuvent y être incorporées. L'ajout des charges permet d'augmenter leur rigidité ainsi que d'autres propriétés mécaniques comme l'allongement à rupture ou la résistance à l'abrasion. Cependant, les charges induisent des comportements non linéaires absents dans la gomme pure, en particulier l'adoucissement du matériau lorsque des sollicitations lui sont appliquées pour la première fois. Cet effet est connu sous le nom d'effet Mullins (Mullins, 1969).

Par ailleurs, les élastomères doivent répondre à des critères de durabilité pour une utilisation en toute sécurité. L'un des ces critères est la bonne résistance à la fissuration. Cette propriété a largement été étudiée dans les élastomères depuis plus de soixante-dix ans, et l'influence d'un certain nombre de paramètres est bien documentée en particulier pour des sollicitations cycliques (Mars et Fatemi, 2004) : effet de la température (Lake et Lindley, 1964), effet de l'atmosphère (Lake et Lindley, 1965; Braden et Gent, 1960), fréquence de sollicitation (Greensmith, 1964; Lindley, 1974) parmi d'autres facteurs. Ceci s'explique par l'utilisation industrielle prépondérante des élastomères dans les systèmes d'amortissement tels que les plots anti-vibratoires ou pneumatiques. En revanche, l'impact sur les propriétés en fissuration d'un historique de chargement autre que la fatigue est rarement considéré, malgré l'importance reconnue de la prise en compte de l'effet Mullins dans la caractérisation des élastomères chargés. Des niveaux de déformation importants peuvent pourtant être rencontrés lors d'un impact ou de sollicitations extrêmes associées à des chargements monotones.

L'objectif de ce chapitre sera de faire un point sur les connaissances existantes dans la littérature sur les différentes thématiques abordées, introduisant les outils théoriques qui seront utiles au reste de l'étude. Premièrement, la structure et le comportement des élastomères chargés seront présentés, en portant un intérêt particulier à l'effet Mullins. Deuxièmement, nous verrons le cadre mécanique employé pour l'étude de tels matériaux, ainsi que quelques lois de comportement hyperélastiques utilisées pour les modéliser. Ces dernières peuvent en particulier prendre en compte l'effet Mullins, et nous détaillerons le modèle choisi pour le reste de l'étude. Enfin, l'étude de la fissuration dans les élastomères sera décrite d'un point de vue théorique et phénoménologique.

1.2 Matériaux élastomères

1.2.1 Description des élastomères

Les élastomères qui nous intéressent font partie de la famille plus générale des polymères amorphes. Ils sont composés d'un assemblage répété de monomères sous forme de très longues chaînes macromoléculaires enchevêtrées. On parle d'homopolymères lorsque les monomères sont tous identiques, et de copolymère si le polymère contient au moins deux types de monomères différents. Les élastomères peuvent être d'origine naturelle, comme le caoutchouc naturel obtenu à partir du latex, ou obtenus de façon synthétique, le plus souvent à partir de matières pétrolières. Les élastomères se différencient des autres polymères par leur capacité à se déformer grandement de manière quasi-élastique, grâce à une grande mobilité des chaînes.

Pour leur conférer la propriété d'élasticité, les élastomères doivent être vulcanisés. En effet, dans leur état non vulcanisé (appelé "cru") les chaînes peuvent glisser les unes sur les autres, le

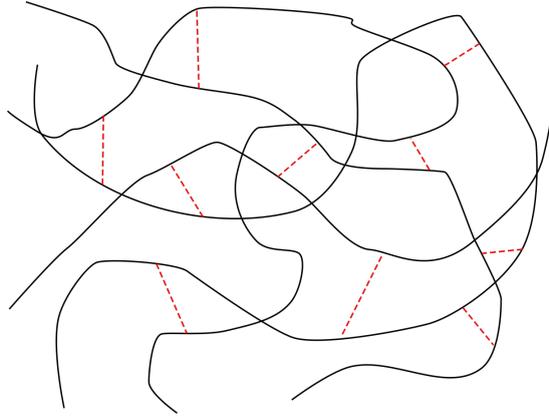


FIGURE 1.1: Illustration d'un élastomère réticulé. Les longues chaînes macromoléculaires (traits pleins noirs) sont reliées par des liaisons covalentes (traits pointillés rouges).

matériau n'a pas de forme propre et flue au cours du temps. L'étape de vulcanisation consiste à réticuler le polymère, c'est-à-dire créer des liaisons (ou "ponts") entre les chaînes formant un réseau tridimensionnel (Figure 1.1). L'élastomère vulcanisé possède alors une configuration de référence à laquelle il revient naturellement lorsqu'il est déformé puis relâché. La vulcanisation est effectuée par la cuisson à haute température et sous pression d'un mélange principalement composé de l'élastomère auquel sont ajoutés des agents vulcanisant et éventuellement d'autres additifs. L'agent de vulcanisation généralement utilisé pour les élastomères les plus communs est le soufre, capable de former des ponts sulfure. Les additifs remplissent différentes fonctions, pouvant faciliter ou altérer la réaction de vulcanisation (accélérateurs) pour contrôler la densité de pontage par exemple, ou alors modifier les propriétés du matériau final (tel que les antioxydants protégeant du vieillissement, ou des plastifiants). L'ensemble des possibilités combinant différents types de monomères, l'ajout de dizaines d'additifs, et la maîtrise de la cuisson (durée, température, pression...) permettent de synthétiser des élastomères aux propriétés très variées voire même de cibler des propriétés spécifiques, justifiant l'utilisation répandue de tels matériaux en ingénierie. Enfin, le matériau peut être mis en forme durant la vulcanisation par moulage, parmi d'autres techniques.

La mobilité des chaînes, fournissant aux élastomères leur caractère grandement déformable, dépend largement de la température considérée. Comme les autres polymères, ils sont caractérisés par une température de transition vitreuse T_g . Lorsque la température est suffisamment au dessus de T_g , on parle d'état caoutchoutique dans lequel les grandes déformations sont possibles du fait de changements de configurations (trans/gauche). Au contraire, si la température est en dessous de T_g , l'élastomère est dans un état vitreux. Dans cet état, la mobilité des chaînes est limitée à des mouvements atomiques locaux et le matériau devient rigide et fragile. Enfin, lorsque la température est proche de T_g le matériau se trouve dans un état viscoélastique. Les macromolécules acquièrent de la mobilité au fur et à mesure que la température augmente, engendrant des phénomènes dissipatifs. Lors d'essais mécaniques cycliques (*Dynamic Mechanical Analysis*), ceci se manifeste macroscopiquement par un maximum du facteur de perte dynamique $\tan \delta = G''/G'$, avec G' et G'' les modules de conservation et de perte en cisaillement. Sauf exception, les élastomères sont employés à l'état caoutchoutique.

Les propriétés des élastomères peuvent être modifiées par l'ajout de particules renforçantes. On parle alors d'élastomères chargés ou renforcés. Les charges les plus utilisées sont la silice et le noir de carbone. En raison des matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse, nous ne

nous intéresserons qu’au noir de carbone. Les particules se rassemblent sous la forme d’agrégats (Figure 1.2). Les différents noirs de carbone sont catégorisés en plusieurs classes, en fonction de leur effet renforçant. L’effet du renfort dépend de la taille ainsi que de la structure des agrégats. Les structures les plus fines disposent généralement d’une surface spécifique plus grande (Vilgis et al., 2009). Cette surface réagit avec l’élastomère en créant des liaisons avec les chaînes, formant une “couche de caoutchouc liée” (Dannenberg, 1986; Leblanc, 2002).

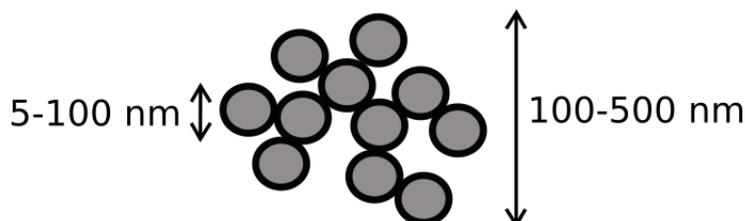


FIGURE 1.2: Illustration d’un agrégat de particules de noir de carbone.

Certains élastomères tels que le caoutchouc naturel présentent le phénomène de cristallisation sous tension. Celui-ci se manifeste par la formation d’une structure cristalline, due à l’alignement des chaînes, lorsque l’étirement dépasse une valeur seuil (Trabelsi et al., 2003). Ces structures renforcent le caoutchouc naturel et lui confèrent notamment une résistance supérieure à la fissuration en fatigue (Thèse de Rublon, 2013). Dans notre cadre, seuls des vulcanisés à base de styrène-butadiène (SBR) seront étudiés. Ce caoutchouc synthétique ne cristallise pas.

1.2.2 Comportement mécanique des élastomères chargés

Comportement général

La Figure 1.3 présente le comportement d’un SBR chargé au noir de carbone soumis à une traction uniaxiale. Cette courbe non linéaire, présentant la contrainte nominale (effort sur la section initiale) en fonction de l’allongement (longueur déformée sur la longueur initiale), est parfois appelée “courbe en S” en raison de sa forme caractéristique. En particulier, le comportement en grandes déformations montre un raidissement du matériau, qui est généralement interprété par une extensibilité limite des chaînes : les chaînes restent enroulées sur elles-mêmes sous forme de pelotes jusqu’à des niveaux d’étirement modérés, mais à des niveaux de déformation plus élevés elles s’alignent dans la direction de la sollicitation et ne peuvent plus se “déplier” davantage, induisant un fort raidissement.

Les élastomères sont également des matériaux viscoélastiques dans leurs domaines d’utilisation et leurs propriétés montrent une dépendance à la température. Le principe d’équivalence temps-température s’applique et cette dépendance est donnée par la loi empirique dite WLF proposée par Williams, Landel et Ferry (Williams et al., 1955). Cet aspect sera peu évoqué dans le contexte de notre étude où les essais sont réalisés à température ambiante et à vitesse de déformation imposée bien choisie.

L’ajout du noir de carbone permet de rendre l’élastomère plus rigide, ainsi que d’améliorer d’autres propriétés mécaniques telles que l’allongement à rupture et la résistance à l’abrasion (Parkinson, 1951; Rigbi, 1980). Un effet renforçant a aussi été rapporté pour la résistance à la fissuration (Hamed et Park, 1999; Gherib et al., 2010). Néanmoins, l’incorporation des charges induit l’apparition de nouveaux phénomènes non linéaires dans ces matériaux : l’effet Payne et l’effet Mullins. Nous ne nous attarderons pas sur le premier qui concerne principalement les

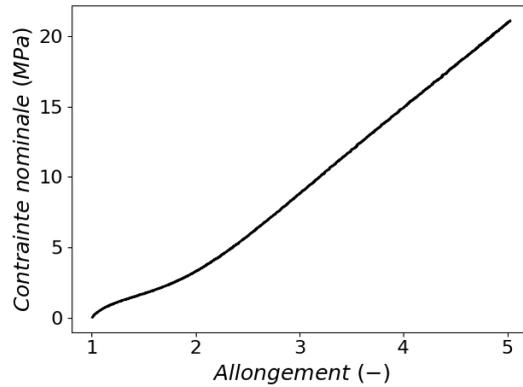


FIGURE 1.3: Courbe contrainte nominale en fonction de l’allongement pour un SBR chargé au noir de carbone, lors d’une traction uniaxiale monotone.

déformations petites ou modérées (Fletcher et Gent, 1954; Payne, 1962). L’effet Mullins sera quant à lui essentiel dans notre étude et sera décrit en détail dans la section suivante.

Effet Mullins

Bouasse et Carrière (1903) ont été les premiers à rapporter un effet d’adoucissement de certains élastomères lorsqu’ils sont étirés pour la première fois. Cet effet est communément appelé “effet Mullins”, du fait des nombreux travaux de Mullins et ses co-auteurs sur le sujet (Mullins, 1948, 1949, 1969, parmi d’autres). Ce phénomène a été principalement observé dans des élastomères chargés, bien qu’il ait aussi été observé dans le caoutchouc naturel non chargé par exemple (Harwood et al., 1965). De nombreuses observations expérimentales de ce phénomène ont été rapportées et sont récapitulées dans la revue de Diani et al. (2009).

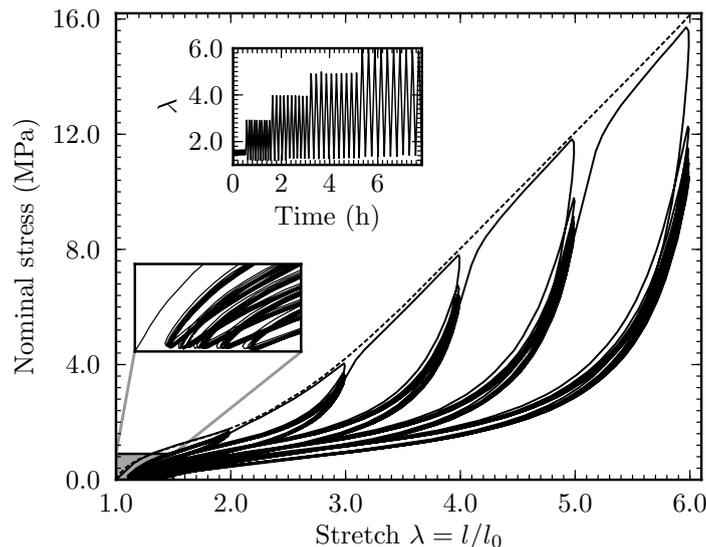


FIGURE 1.4: Essai de traction uniaxial cyclique sur un SBR chargé au noir de carbone. Figure reproduite de Merckel et al. (2012).

Plusieurs caractéristiques typiques d’un essai cyclique sur un SBR chargé peuvent être observées sur la Figure 1.4, reproduite de Merckel et al. (2012). L’encadré supérieur présente

l'étirement imposé. Plusieurs cycles sont effectués au même allongement avant que l'allongement maximal ne soit incrémenté. L'adoucissement est le plus important lors de la première charge, attribué à l'effet Mullins. Lors des cycles successifs, une légère variation du comportement est aussi observée mais cet effet est découplé de l'effet Mullins et souvent négligé, à moins d'appliquer un grand nombre de cycles. Lorsque l'allongement maximal est dépassé, le comportement du matériau adouci rejoint celui du matériau vierge monotone, et la décharge de ce premier cycle à un niveau d'allongement plus grand montre que l'effet Mullins a été réactivé. L'effet Mullins est plus prononcé lorsque la quantité de charges est plus élevée, mais n'est pas affecté par la densité de pontage (Merckel et al., 2011). Enfin, la Figure 1.4 montre également une déformation résiduelle qui semble évoluer avec l'effet Mullins, ainsi qu'avec l'adoucissement cyclique. Cette déformation résiduelle montre un recouvrement partiel important à température ambiante (Mullins, 1949), alors que l'effet Mullins montre un recouvrement faible dans ces conditions, y compris sur de longues durées (Mullins, 1948; Rigbi, 1980). Par ailleurs, certains matériaux comme le silicone présentent une déformation résiduelle négligeable malgré la présence d'un effet Mullins (Machado et al., 2012). L'effet Mullins peut toutefois être entièrement recouvert en exposant l'élastomère à une température élevée pendant plusieurs heures (Mullins, 1948; Diani et al., 2009). Plus récemment, Diaz et al. (2014) et Corby et Focatiis (2019) notent néanmoins une modification des propriétés de l'élastomère vierge dans les mêmes conditions, possiblement due à une reprise de la vulcanisation. Harwood et Payne (1966) ont également observé un recouvrement de l'effet Mullins en laissant l'élastomère dans un solvant pendant plusieurs heures.

Par ailleurs, cet adoucissement induit un comportement anisotrope du matériau (Diani et al., 2006a; Merckel et al., 2012; Machado et al., 2012; Marckmann et al., 2016). Après avoir préchargé le matériau dans une direction, en traction uniaxiale ou en cisaillement pur par exemple, il est possible d'évaluer l'anisotropie induite en découpant des petites éprouvettes uniaxiales dans différentes orientations. L'adoucissement est le plus prononcé dans la direction de la précharge, et il est le moins important dans la direction transverse (Figure 1.5). Merckel et al. (2012) a obtenu la validation expérimentale d'un critère général d'activation de l'effet Mullins, incluant les préchargements non proportionnels (dans une direction différente de la précharge) et biaxiaux. Ce critère s'exprime comme l'enveloppe tridimensionnelle des allongements maximaux directionnels vus dans l'historique du matériau. L'effet Mullins est donc activé (ou réactivé) lorsqu'il existe au moins une direction de l'espace telle que l'allongement dans cette direction dépasse la valeur maximale précédemment rencontrée dans son historique. Notons que ce critère avait été proposé antérieurement par Diani et al. (2006b); Dargazany et Itskov (2009), et repris postérieurement par Marckmann et al. (2016) qui considère également un effet de l'allongement minimal dû à la compression directionnelle.

Bien que la phénoménologie de l'effet Mullins soit bien documentée, plusieurs interprétations physiques du phénomène ont été proposées mais aucune ne fait l'unanimité (Diani et al., 2009). Les différentes propositions ont toutes en commun de suggérer un réarrangement ou bien une modification de la structure du matériau, mais les mécanismes proposés sont différents :

- Rupture de chaînes, décrochage entre chaîne et charge (Blanchard et Parkinson, 1952; Bueche, 1960)
- Glissement des chaînes sur les charges (Houwink, 1956), équivalant à des ruptures et reformations de liaison chaînes-charges (Aleksandrov et Lazurkin, 1946)
- Transformation d'un "phase dure" en une "phase molle" (Mullins et Tobin, 1957), dont l'interprétation physique pourrait être la rupture d'agrégats de charges (Kraus et al., 1966)

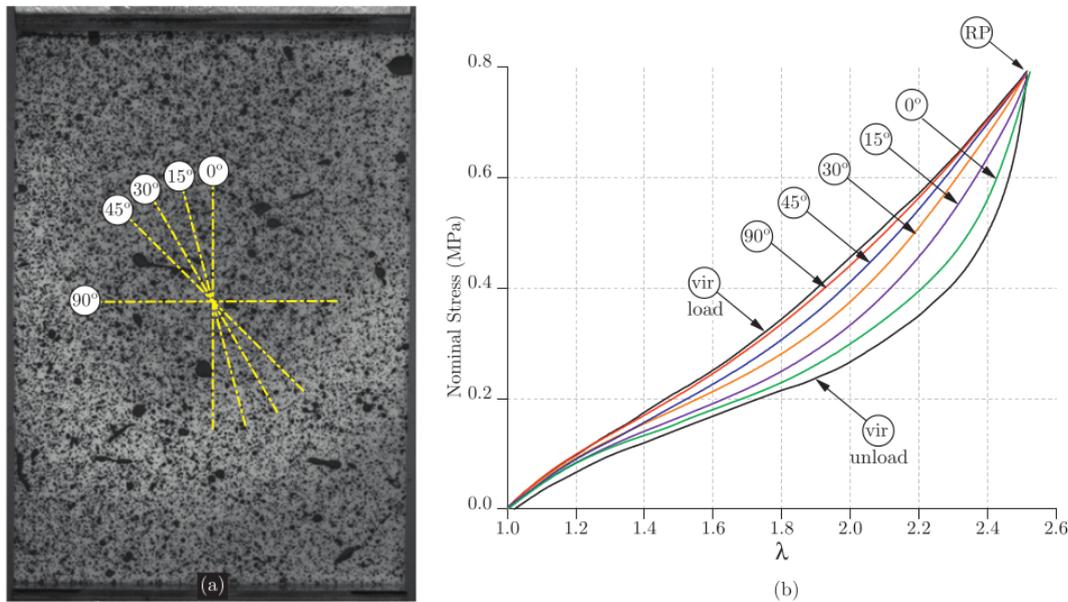


FIGURE 1.5: Illustration de l'anisotropie par des essais de traction uniaxiale réalisés dans différentes directions à la suite d'une précharge uniaxiale dans la direction 0° . Figure reproduite de [Machado et al. \(2012\)](#).

- Démêlage d'enchevêtrements ([Hanson et al., 2005](#))
- Formation d'un réseau entre les couches de caoutchouc lié ([Fukahori, 2005](#))

Cet aspect est toujours un sujet d'études actif ([Diaz et al., 2014](#); [Wan et al., 2019](#)), et l'effet cumulé de plusieurs des mécanismes précédents est parfois proposé.

Changement de volume dans les élastomères

Les élastomères sont généralement supposés incompressibles, permettant de nombreuses simplifications dans le cadre mécanique utilisé. Des études ont été menées pour confronter cette hypothèse à des mesures de changements de volume dans des caoutchoucs lorsqu'ils sont étirés. Les premières études ont été réalisées par des mesures de dilatométrie ([Gee et al., 1950](#); [Shinomura et Takahashi, 1970](#)), montrant des variations de volume négligeables pour des caoutchoucs non chargés et des variations significatives pour des caoutchoucs chargés. Des études plus récentes ont utilisé des techniques plus modernes tel que la corrélation d'images numériques (CIN) ([Le Cam et Toussaint, 2009](#); [de Crevoisier et al., 2012](#)). En particulier, l'étude de [de Crevoisier et al. \(2012\)](#) se démarque par la prise en compte d'une éventuelle anisotropie initiale d'un SBR chargé au noir de carbone et les trois élongations principales sont mesurées pour déterminer la variation de volume. Leurs résultats (Figure 1.6) font écho aux résultats obtenus par dilatométrie, qui montrent l'existence d'une valeur de l'étirement seuil au-dessus de laquelle une augmentation de volume est observée, et en dessous de laquelle aucun changement significatif n'est mesuré. À la décharge, le volume se rétracte et retrouve sa valeur initiale. Lors des recharges, une augmentation de volume est observée uniquement lorsque l'allongement dépasse la valeur maximale précédente. De plus, il est souligné que les changements de volume n'ont une influence sur la contrainte mesurée que pour de grandes élongations. Ces changements de volume sont interprétés, en regard de mesures SAXS (diffusion de rayons X aux petits angles) effectuées dans les mêmes conditions ([Zhang et al., 2012](#)), par l'ouverture de nanocavités lorsque le volume augmente, et la fermeture

de celles-ci à la décharge. Au vu de ces résultats, nous supposons par la suite l'hypothèse d'incompressibilité toujours vraie dans les matériaux étudiés.

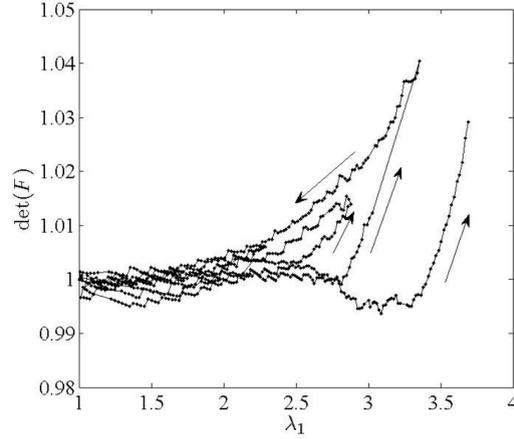


FIGURE 1.6: Illustration des changements de volume observés par CIN lors d'un essai de traction uniaxial cyclique dans un SBR chargé au noir de carbone. Figure reproduite de de Crevoisier et al. (2012).

1.3 Modélisation du comportement

1.3.1 Grandes déformations

Le comportement élastique non-linéaire des élastomères est étudié dans le formalisme des grandes déformations en mécanique des milieux continus. L'hypothèse d'incompressibilité est généralement adoptée et les matériaux sont le plus souvent supposés isotropes. Les configurations lagrangienne (ou matérielle, ou de référence) et eulérienne (configuration déformée) sont dissociées, et la transformation reliant les deux configurations est classiquement caractérisée par le tenseur gradient de la transformation que l'on notera \mathbf{F} . Son déterminant, qui quantifie la variation de volume, est noté J et vaut donc 1 sous hypothèse d'incompressibilité. La transformation peut être découpée en une rotation de corps rigide et une déformation propre. La décomposition polaire du tenseur \mathbf{F} est illustré sur la Figure 1.7 et s'écrit de manière unique :

$$\mathbf{F} = \mathbf{V}\mathbf{R} = \mathbf{R}\mathbf{U}. \quad (1.1)$$

où \mathbf{R} est le tenseur de rotation propre, \mathbf{U} et \mathbf{V} sont les tenseurs des "déformations pures", également nommés tenseur de Biot droit et gauche respectivement. Nous noterons par ailleurs \mathbf{C} et \mathbf{B} les tenseurs de Cauchy-Green droit et gauche donnés par $\mathbf{C} = \mathbf{F}^T\mathbf{F} = \mathbf{U}^2$ et $\mathbf{B} = \mathbf{F}\mathbf{F}^T = \mathbf{V}^2$. Notons que \mathbf{U} et \mathbf{C} sont définis dans la configuration de référence, alors que \mathbf{V} et \mathbf{B} le sont dans la configuration déformée.

Les tenseurs les plus souvent utilisés pour mesurer la déformation sont le tenseur des déformations de Green-Lagrange $E = \frac{1}{2}(\mathbf{C} - \mathbf{1})$ et le tenseur des déformations d'Euler-Almansi donné par $A = \frac{1}{2}(\mathbf{1} - \mathbf{B}^{-1})$, respectivement associés à la configuration lagrangienne et eulérienne.

Une autre mesure de la déformation est donnée par la déformation logarithmique de Hencky (Hencky, 1928), dont le tenseur \mathbf{h} est défini par¹ :

1. Certains auteurs (par exemple Neff et al., 2016) définissent la déformation logarithmique à partir de U mais

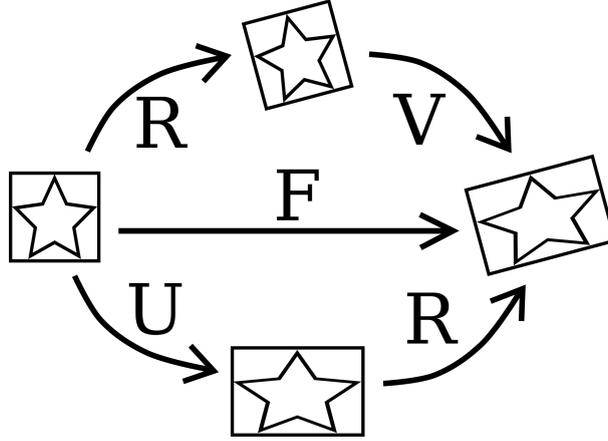


FIGURE 1.7: Décomposition polaire du tenseur gradient de la transformation \mathbf{F} . L'ordre d'application des tenseurs \mathbf{U} puis \mathbf{R} (respectivement \mathbf{R} puis \mathbf{V}) montre le caractère lagrangien (respectivement eulérien) de la déformation.

$$\mathbf{h} = \ln(\mathbf{V}) = \frac{1}{2} \ln(\mathbf{F}\mathbf{F}^T). \quad (1.2)$$

Cette déformation est parfois qualifiée de “déformation naturelle” (Nadai, 1937; Freed, 1995) et permet de symétriser le comportement en traction et en compression avec des déformations comprises entre $(-\infty, +\infty)$, contrairement aux déformations de Green-Lagrange ou d'Euler-Almansi. Cet avantage est discuté, entre autres, par Xiao (2005).

Ce tenseur est particulièrement intéressant pour les informations données par ses invariants (Criscione et al., 2000; Diani et Gilormini, 2005). En notant ses valeurs propres $h_i = \ln(\lambda_i)$ (avec λ_i les valeurs propres de \mathbf{V} classées par ordre décroissant $\lambda_1 \geq \lambda_2 \geq \lambda_3$), l'hypothèse d'incompressibilité fournit pour le premier invariant :

$$\lambda_1 \lambda_2 \lambda_3 = 1, \quad \text{donc} \quad h_1 + h_2 + h_3 = 0. \quad (1.3)$$

Le second invariant peut être défini par :

$$h_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}(h_1^2 + h_2^2 + h_3^2)}. \quad (1.4)$$

Cette quantité rappelle la contrainte équivalente de Von Mises utilisée pour la plasticité (Timoshenko, 1983), elle quantifie l'intensité de la sollicitation appliquée. Le troisième invariant peut être donné par :

$$\rho = \frac{3h_2}{h_3 - h_1} = \sqrt{3} \tan \left[\frac{1}{3} \arcsin \left(\frac{4}{h_{eq}^3} \det \mathbf{h} \right) \right]. \quad (1.5)$$

Cette grandeur permet de caractériser l'état de la sollicitation. Nous pouvons remarquer quelques valeurs spécifiques :

- $\rho = -1$ caractérise la traction équi-biaxiale ou compression uniaxiale
- $\rho = 0$, le cisaillement pur
- $\rho = 1$, le traction uniaxiale.

nous ne nous intéresserons pas à ce cas. Par ailleurs, les valeurs propres données par les deux définitions de la déformation logarithmique sont les mêmes (découlant du même résultat pour U et V) et donc les invariants qui nous intéresseront le sont aussi.

Cette dissociation entre l'intensité et l'état de la sollicitation est avantageuse dans le cas des essais de caractérisation mécanique usuels pour lesquels ρ est constant et un seul invariant évolue pendant l'essai (toujours sous hypothèse d'incompressibilité), contrairement aux invariants classiques $I_1 = \text{tr}(\mathbf{C})$ et $I_2 = \frac{1}{2}(\text{tr}(\mathbf{C})^2 - \text{tr}(\mathbf{C}^2))$ (et $I_3 = \det(\mathbf{C}) = 1$ par incompressibilité) qui changent simultanément durant ces essais (Diani et Gilormini, 2005). De plus, dans le cas de sollicitations inhomogènes, le champ de ρ peut permettre de déterminer l'état de déformation en tout point.

Enfin, les élastomères sont considérés comme des matériaux hyperélastiques ou matériaux élastiques de Green. Il est supposé que la relation entre contraintes et déformations dérive d'un potentiel hyperélastique \mathcal{W} (aussi appelé densité d'énergie de déformation). En particulier, les tenseurs des contraintes de Piola-Kirchoff I (contraintes nominales), noté $\boldsymbol{\tau}$, et celui des contraintes de Cauchy $\boldsymbol{\sigma}$ sont donnés par :

$$\boldsymbol{\tau} = \frac{\partial \mathcal{W}}{\partial \mathbf{F}} \quad (\text{cas général}), \quad \boldsymbol{\tau} = \frac{\partial \mathcal{W}}{\partial \mathbf{F}} - p\mathbf{F}^{-T} \quad (\text{cas incompressible}), \quad (1.6)$$

$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{1}{J} \frac{\partial \mathcal{W}}{\partial \mathbf{F}} \mathbf{F}^T \quad (\text{cas général}), \quad \boldsymbol{\sigma} = \frac{\partial \mathcal{W}}{\partial \mathbf{F}} \mathbf{F}^T - p\mathbf{1} \quad (\text{cas incompressible}), \quad (1.7)$$

où p est un multiplicateur de Lagrange.

1.3.2 Lois de comportement hyperélastiques

La modélisation des élastomères constitue une épreuve à part entière, en raison de la difficulté à reproduire le comportement fortement non-linéaire en grandes déformations des nombreux matériaux auxquels ces modèles s'appliquent. La littérature comporte un nombre important de modèles basés sur différentes formes de densités d'énergie, et reste un domaine de recherche d'actualité. Des revues sur le sujet ont été proposées par Boyce et Arruda (2000) et Marckmann et Verron (2006).

Parmi les différents modèles, certains sont d'ordre phénoménologique et tentent de modéliser le comportement mécanique global du matériau sans faire le lien avec sa microstructure. Nous pouvons citer la famille des modèles de Mooney-Rivlin (Rivlin et Rideal, 1948) basés sur les invariants de la déformation, ainsi que le modèle d'Ogden (Ogden et Hill, 1972) basé sur les allongements principaux. D'autres, en revanche, reposent sur des théories statistiques prenant en compte les configurations possibles de chaînes macromoléculaires. Le modèle Néo-Hookéen proposé par Treloar (1943) fait partie de cette catégorie, ainsi que les différents modèles directionnels tel que le modèle huit chaînes proposé par Arruda et Boyce (1993) ou le modèle de réseau complet (*full network*) décrit par Treloar et al. (1979). Ces modèles directionnels reposent sur un comportement des chaînes modélisé par une loi en fonction de Langevin inverse suivant l'approche de Kuhn et Grün (1942). Le comportement global est obtenu par intégration spatiale sur l'ensemble des directions considérées.

Les modèles précédents s'appliquent à des matériaux parfaitement élastiques, pour lesquels le comportement du matériau à la charge et à la décharge coïncident. Pour prendre en compte l'effet Mullins, il est nécessaire d'introduire une ou plusieurs variables d'endommagement qui vont garder en mémoire l'historique des chargements appliqués au matériau.

Une première approche consiste à écrire la densité d'énergie sous la forme $\mathcal{W} = (1 - D)\mathcal{W}_0$ avec \mathcal{W}_0 une densité hyperélastique donnée et D une variable interne d'endommagement. Cette approche, notamment employée par Simo et Ju (1987) et Miehe (1995), voit la variable d'en-

dommagement D varier pendant la première charge. Elle reste constante lors des décharges et des recharges tant que l'effet Mullins n'est pas réactivé. Cette vision se rapproche du modèle pseudo-élastique proposé par [Ogden et Roxburgh \(1999\)](#) sous la forme $\mathcal{W} = \eta\mathcal{W}_0$ auquel est ajouté un terme additionnel de dissipation. Ce dernier modèle diffère des précédents par le fait que la variable η reste égale à 1 durant la première charge de telle sorte que \mathcal{W}_0 décrit le comportement du matériau non endommagé. η est ensuite une fonction de l'allongement avec $\eta \leq 1$ sur les décharges et recharges. Notons que tous ces modèles sont fondés sur des approches phénoménologiques et ne permettent pas de représenter d'anisotropie induite.

D'autres approches sont basées sur des modèles directionnels. Il s'agit notamment du cas des modèles de [Marckmann et al. \(2002\)](#), de [Göktepe et Miehe \(2005\)](#), de [Diani et al. \(2006b\)](#) et de [Merckel et al. \(2013\)](#). Le modèle proposé par [Marckmann et al. \(2002\)](#) reste isotrope en raison d'un choix de critère d'endommagement portant sur l'invariant I_1 . Les trois autres modèles cités permettent au contraire la représentation de l'anisotropie induite par l'effet Mullins en prenant en compte un endommagement directionnel des chaînes. Dans ce cas, une déformation rémanente peut être modélisée comme conséquence de contraintes résiduelles lorsque le matériau retourne à sa forme initiale ([Diani et al., 2006b](#)).

D'autres phénoménologies plus complexes comme la viscoélasticité peuvent être prises en compte dans certains modèles qui ne seront pas présentés ici et peuvent être trouvés dans la revue de [Muhr \(2005\)](#) par exemple.

1.3.3 Présentation du modèle Néo-Hookéen pénalisé

Nous verrons dans le chapitre 5 qu'une loi de comportement devra être exploitée pour modéliser le comportement du matériau étudié. Afin de modéliser le comportement du matériau dans un cadre par ailleurs assez complexe, la loi de comportement utilisée restera la plus simple possible et sera basée sur un modèle Néo-Hookéen, physiquement fondé. De plus, le matériau sera supposé incompressible et isotrope.

La densité d'énergie Néo-Hookéenne, que l'on qualifiera de "densité d'énergie de référence" par la suite, s'écrit :

$$\mathcal{W}^{NH}(\mathbf{F}) = \frac{\mu}{2}(I_1 - 3). \quad (1.8)$$

Afin de prendre en compte l'effet Mullins, cette densité est pénalisée par une variable d'endommagement D , ou de manière équivalente une fonction de pénalisation η , donnant la densité d'énergie stockée Ψ :

$$\Psi(\mathbf{F}) = (1 - D)\mathcal{W}^{NH} = \eta\mathcal{W}^{NH}, \quad (1.9)$$

où la fonction de pénalisation η est comprise entre 0 et 1, et dépend de l'état maximal de déformation vu par le matériau.

Pour le choix de la forme de η , nous optons pour la forme suivante :

$$\eta(I_{1max}) = \frac{1}{1 + \alpha(I_{1max} - 3)^\beta}, \quad (1.10)$$

où α et β sont les paramètres d'endommagement du modèle, et I_{1max} la valeur maximale vue par I_1 dans son historique. Lorsque le matériau est vierge, $I_{1max} = 3$ donc $\eta = 1$, mais lors de la première charge, ou lorsque la déformation dépasse les niveaux vus dans son historique, $I_{1max} = I_1$ et η évolue. Notons que ce choix de pénalisation s'inspire de l'expression proposée par [Diani et al. \(2006b\)](#) dans le cadre d'un modèle directionnel.

Dérivation de la contrainte

En introduisant (1.9) dans (1.6), le tenseur $\boldsymbol{\tau}$ s'exprime selon :

$$\boldsymbol{\tau} = \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{F}} - p \mathbf{F}^{-T} = \eta \frac{\partial \mathcal{W}^{NH}}{\partial \mathbf{F}} - p \mathbf{F}^{-T}, \quad (1.11)$$

où p est un multiplicateur de Lagrange pour tenir compte de l'incompressibilité. L'expression générale de la contrainte dans ce cas est donc :

$$\boldsymbol{\tau} = \eta \mu \mathbf{F} - p \mathbf{F}^{-T}. \quad (1.12)$$

Cette contrainte devient dans les cas particuliers classiques qui nous intéresseront :

— en traction uniaxiale (TU) d'allongement principal $\mathbf{F}_{11} = \lambda$ dans la direction 1,

$$p = \frac{\eta \mu}{\lambda} \quad \longrightarrow \quad \boldsymbol{\tau}^{TU} = \eta \mu \left(\mathbf{F} - \frac{1}{\lambda} \mathbf{F}^{-T} \right) \quad (1.13)$$

— en cisaillement pur (PS) d'allongement principal $\mathbf{F}_{11} = \lambda$ dans la direction 1,

$$p = \frac{\eta \mu}{\lambda^2} \quad \longrightarrow \quad \boldsymbol{\tau}^{PS} = \eta \mu \left(\mathbf{F} - \frac{1}{\lambda^2} \mathbf{F}^{-T} \right) \quad (1.14)$$

Notons en particulier que dans le cas de la première charge ou lorsque le Mullins est réactivé, ($I_1 = I_{1max}$), η évolue avec I_1 :

$$\eta(I_{1max}) = \eta(I_1) = \frac{1}{1 + \alpha(I_1 - 3)^\beta}. \quad (1.15)$$

Densité d'énergie mécanique extérieure et densité d'énergie dissipée

Lors d'un chargement quelconque, la contrainte durant la décharge (ou la recharge élastique) dérive directement de Ψ , qui s'identifie comme la densité d'énergie élastique. En revanche, la densité d'énergie mécanique externe \mathcal{W} et la densité d'énergie dissipée U_d ne sont pas obtenues trivialement. Comme nous aurons besoin de ces quantités au Chapitre 5, leurs calculs sont explicités ici.

Commençons par obtenir l'expression des densités d'énergie recherchées dans le cas de la **première charge du matériau vierge**, respectivement notées \mathcal{W}^{vg} et U_d^{vg} . Connaissant la densité d'énergie élastique donnée par Ψ , il suffit de déterminer \mathcal{W}^{vg} pour en déduire U_d^{vg} . \mathcal{W}^{vg} est déduite par intégration de la contrainte durant la première charge :

$$\mathcal{W}^{vg}(\mathbf{F}) = \int_1^{\mathbf{F}} \boldsymbol{\tau} : d\mathbf{F} = \int_1^{\mathbf{F}} \left(\eta \frac{\partial \mathcal{W}^{NH}}{\partial \mathbf{F}} - p \mathbf{F}^{-T} \right) : d\mathbf{F}. \quad (1.16)$$

Or la formule de Jacobi donne :

$$dJ = tr(adj(\mathbf{F})d\mathbf{F}) = (adj(\mathbf{F}))^T : d\mathbf{F} = (J\mathbf{F}^{-1})^T : d\mathbf{F} \quad (1.17)$$

(avec $adj(\bullet)$ la matrice adjointe) et $dJ = 0$ par incompressibilité d'où

$$\mathcal{W}^{vg}(\mathbf{F}) = \int_1^{\mathbf{F}} \eta \frac{\partial \mathcal{W}^{NH}}{\partial \mathbf{F}} : d\mathbf{F} = \int_0^{\mathcal{W}^{NH}(\mathbf{F})} \eta d(\mathcal{W}^{NH}). \quad (1.18)$$

Or pendant la première charge :

$$\eta = \eta(I_1) = \frac{1}{1 + \alpha(I_1 - 3)^\beta} = \frac{1}{1 + \alpha(\frac{2}{\mu})^\beta (\mathcal{W}^{NH})^\beta}, \quad (1.19)$$

ce qui donne une expression intégrale du terme recherché :

$$\mathcal{W}^{vg}(\mathbf{F}) = \int_0^{\mathcal{W}^{NH}(\mathbf{F})} \frac{1}{1 + \alpha(\frac{2}{\mu})^\beta (\mathcal{W}^{NH})^\beta} d(\mathcal{W}^{NH}). \quad (1.20)$$

La primitive de cette intégrale est obtenue à l'aide d'un logiciel de calcul formel (module Python Sympy, [Meurer et al., 2017](#)) comme :

$$\int_0^X \frac{1}{1 + CX^\beta} dX = \frac{X\Phi(CX^\beta e^{i\pi}, 1, \frac{1}{\beta})\Gamma(\frac{1}{\beta})}{\beta^2\Gamma(1 + \frac{1}{\beta})}, \quad (1.21)$$

à l'aide de la *fonction transcendante de Lerch* et de la *fonction gamma*, qui sont les fonctions spéciales définies par :

$$\Phi(z, s, \alpha) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{z^n}{(n + \alpha)^s}, \quad (1.22)$$

$$\Gamma(z) = \int_0^{\infty} t^{z-1} e^{-t} dt. \quad (1.23)$$

La densité d'énergie mécanique du matériau vierge peut donc être estimée numériquement à partir de Eq. (1.21), et nous noterons Ω la fonction donnant cette densité à partir de la densité de référence Néo-Hookéenne :

$$\Omega : \mathcal{W}^{NH} \longrightarrow \mathcal{W}^{vg}. \quad (1.24)$$

La densité d'énergie dissipée durant la première charge du matériau vierge est alors directement donnée par :

$$U_d^{vg} = \mathcal{W}^{vg} - \Psi. \quad (1.25)$$

Posons \mathcal{U}_d^{vg} la fonction qui donne la densité d'énergie dissipée à partir de la densité de référence Néo Hookéenne :

$$\mathcal{U}_d^{vg} : \mathcal{W}^{NH} \longrightarrow U_d^{vg} = \Omega(\mathcal{W}^{NH}) - \eta\mathcal{W}^{NH}. \quad (1.26)$$

Dans le cas général où le matériau a connu un historique de chargement correspondant à une certaine densité d'énergie notée \mathcal{W}_{hist}^{NH} , la densité d'énergie U_d dissipée lors d'une charge quelconque se déduit de \mathcal{U}_d^{vg} . Notons \mathcal{W}_{max}^{NH} la densité d'énergie maximale vue pendant la charge considérée. Cette valeur peut être supérieure ou inférieure à \mathcal{W}_{hist}^{NH} . La fonction \mathcal{U}_d qui donne U_d à partir de \mathcal{W}_{max}^{NH} et \mathcal{W}_{hist}^{NH} s'exprime comme :

$$\mathcal{U}_d : (\mathcal{W}_{max}^{NH}, \mathcal{W}_{hist}^{NH}) \longrightarrow U_d = \begin{cases} \mathcal{U}_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}) - \mathcal{U}_d^{vg}(\mathcal{W}_{hist}) & \text{si } \mathcal{W}_{hist} < \mathcal{W}_{max}. \\ 0 & \text{si } \mathcal{W}_{pre} \geq \mathcal{W}_{max}. \end{cases} \quad (1.27)$$

Enfin, la densité d'énergie mécanique \mathcal{W} dans le cas général avec un préchargement quelconque peut être obtenue comme : $\mathcal{W} = U_d + \Psi$.

1.4 Fissuration des élastomères

1.4.1 Généralités

La durabilité des matériaux élastomères est généralement étudiée dans la littérature sous deux principaux aspects : l'initiation des fissures d'une part, et leur propagation d'autre part (Mars et Fatemi, 2002). Le premier aspect s'intéresse à la formation de fissures dans une éprouvette initialement saine, le plus souvent sous des conditions de fatigue cyclique. Le second considère une fissure existante et cherche à caractériser les conditions sous lesquelles cette fissure va grandir. Dans le cadre de cette thèse, nous nous intéresserons uniquement à ce dernier cas.

En mécanique de la rupture (non spécifique aux élastomères), il est admis qu'une fissure peut être sollicitée sous trois modes différents (Figure 1.8), ou bien une combinaison linéaire des trois. Ces modes sont : le mode d'ouverture (Mode I) où les surfaces de la fissure s'éloignent l'une de l'autre, le mode de cisaillement plan (Mode II) où les surfaces se déplacent parallèlement, dans le sens de la propagation et le mode de cisaillement hors-plan (Mode III) où les surfaces se déplacent parallèlement, dans le sens donné par le fond de fissure. Notre étude portera uniquement sur la fissuration en mode I, ce dernier étant généralement reconnu comme le plus critique des trois.

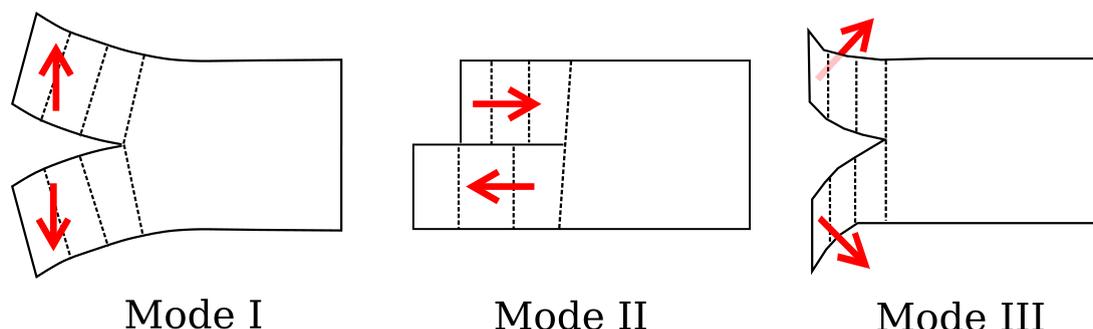


FIGURE 1.8: Modes de propagation d'une fissure.

L'étude de la fissuration des élastomères a connu des développements précoces (Busse, 1934; Buist, 1945) mais les résultats étaient dépendants de la géométrie des éprouvettes étudiées. Des avancées ont pu réellement avoir lieu à partir de l'introduction de la notion de taux de restitution d'énergie dans les élastomères avec les travaux fondateurs de Rivlin et Thomas (1953).

1.4.2 Calcul du taux de restitution d'énergie

En s'inspirant d'une approche existante pour les matériaux fragiles faiblement déformables, Rivlin et Thomas (1953) ont étendu la notion de taux de restitution d'énergie aux élastomères. La méthode est basée sur une approche énergétique, suivant Griffith (1921). La fissuration fragile est caractérisée par une fracture se produisant dans le domaine élastique d'un matériau, sans perte d'énergie par ductilité par exemple. Bien que les élastomères soient des matériaux dissipatifs, l'application d'une telle analyse a été justifiée sous hypothèse que l'ensemble des phénomènes dissipatifs se produisent au voisinage de la fissure uniquement. Cela implique que la dissipation locale est déterminée par les propriétés du matériau et par la géométrie de la pointe d'entaille, mais pas par la géométrie globale de l'échantillon (Thomas, 1994). Sous ces hypothèses, le critère de fissuration serait bien indépendant de la géométrie considérée. Toutefois l'énergie perdue ne peut plus être assimilée à une énergie de surface à proprement parler, comme dans le cas des

matériaux parfaitement fragiles, car une partie de l'énergie est dissipée par d'autres phénomènes. Cette approche s'est imposée pour l'étude de la propagation de fissures dans les caoutchoucs, et nous allons la détailler dans ce qui suit.

Rappel de la théorie de Griffith pour un matériau parfaitement élastique

La méthode originale proposée par Griffith (1921) prend ses racines dans la difficulté à quantifier les champs des déformations et des contraintes locaux en pointe de fissure. L'approche consiste à se désintéresser de ce qu'il se passe localement et à invoquer le principe de conservation de l'énergie totale du système. Ainsi, lorsqu'une fissure se propage dans un corps parfaitement élastique, l'énergie stockée dans le matériau diminue en raison d'un changement de configuration comportant de nouvelles surfaces libres. Cette variation en énergie stockée est alors assimilée à une énergie de surface 2γ (le facteur 2 découle de la création de deux surfaces).

Le bilan énergétique suivant l'analyse de Griffith pour un matériau parfaitement élastique est présenté en détail ici, en considérant un échantillon d'épaisseur constante t et présentant une entaille de longueur a . Le scénario de la croissance de fissure peut être subdivisé en trois étapes :

- Ⓘ Chargement de l'échantillon jusqu'à un déplacement global L_c . On suppose que l'échantillon ne fait que se déformer, la fissure ne se propage pas.
- Ⓜ À un déplacement global donné L_c , la fissure se propage d'une petite distance da , atteignant une longueur totale $a + da$. Une certaine quantité d'énergie est consommée pour la fissuration.
- Ⓝ Déchargement de l'éprouvette. L'énergie de déformation élastique contenue dans l'éprouvette après propagation est entièrement restituée.

Ces trois étapes sont représentées sur la Figure 1.9. Considérons maintenant les quantités énergétiques mises en jeu. Le matériau étant élastique, la totalité du travail extérieur $U_{ext}(a)$ apporté pour déformer l'échantillon durant l'étape Ⓘ est stockée sous forme d'énergie de déformation élastique $U_{elas}(a)$ et est représentée dans la Figure 1.9 comme l'aire sous la courbe de charge marquée I . Lors de l'étape Ⓝ, l'échantillon est déchargé et restitue son énergie stockée $U_{elas}(a + da)$, illustrée par l'aire sous la courbe de décharge. En conséquence, l'étape Ⓜ est associée à une perte énergétique de $U_{elas}(a)$ à $U_{elas}(a + da)$, introduisant la variation d'énergie élastique δU :

$$U_{elas}(a + da) - U_{elas}(a) = \delta U. \quad (1.28)$$

Cette variation d'énergie est illustrée dans la Figure 1.9 comme l'aire de la boucle d'hystérèse. Suivant Griffith, cette quantité est interprétée comme l'énergie dépensée durant l'étape Ⓜ pour créer de nouvelles surfaces libres en pointe d'entaille, d'aire totale $2.S = 2.t.da$. Contrairement aux autres quantités considérées qui sont associées à une configuration avec soit l'entaille de longueur a , soit l'entaille de longueur $a + da$, δU est une quantité mixte reliant les deux configurations. Afin de caractériser l'avancée de fissure qui est ici interprétée comme la création de nouvelles surfaces libres, l'équation (1.28) mène naturellement à la définition classique du taux de restitution d'énergie G pour un déplacement global L constant :

$$G = -\frac{1}{t} \frac{\partial U_{elas}}{\partial a} \Big|_L = -\frac{1}{t} \frac{\partial U_{ext}}{\partial a} \Big|_L. \quad (1.29)$$

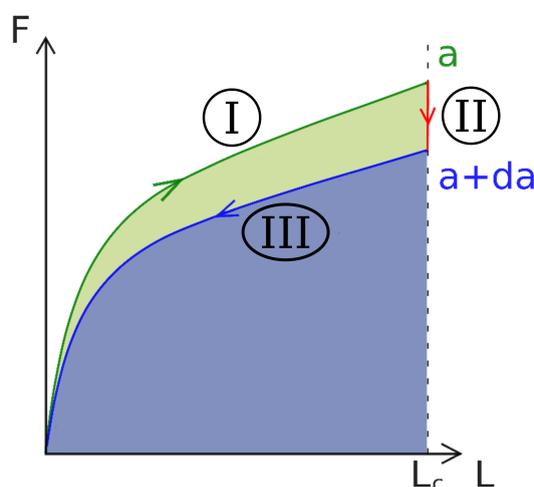


FIGURE 1.9: Illustration du scénario charge-décharge avec croissance de fissure pour un matériau parfaitement élastique, et une entaille de longueur initiale a .

Extension aux élastomères

Rivlin et Thomas (1953) ont étendu cette démarche aux élastomères en notant que la méthode décrite précédemment ne se limitait pas aux petites déformations. Ils ont montré que cette quantité pouvait définir un critère de fissuration pertinent pour le caoutchouc naturel, en montrant l'existence d'une valeur caractéristique² G_c pour laquelle la fissure propage de manière catastrophique dès que $G > G_c$. Notons que la grandeur G_c (notée Γ_c par certains auteurs) est vue comme une propriété intrinsèque du matériau, tandis que G correspond à la quantité mécanique qui varie en fonction de l'allongement global et qui représente l'intensité de la sollicitation appliquée à la pointe de fissure.

Dans la réalité la propagation est difficilement contrôlable, et l'entaille ne s'arrête pas à une distance $a + da$ mais se propage de manière catastrophique jusqu'à atteindre des effets de bords ou jusqu'à la rupture de l'échantillon. Pour contourner cette difficulté, les propriétés de fissuration peuvent être caractérisées expérimentalement en invoquant l'élasticité du matériau. En effet, le comportement d'un échantillon avec une entaille de longueur $a + da$ est identique à la charge et à la décharge. Le taux de restitution d'énergie peut être évalué à l'aide de la différence de raideur d'échantillons présentant des tailles d'entaille variées, qui pourra être obtenue en comparant leur comportement en chargement monotone.

Analyse mono-spécimen de Rivlin et Thomas

Tester différents échantillons afin d'obtenir la fonction $U_{elas}(a)$ à dériver peut être une cause d'imprécisions dans les mesures expérimentales en raison de dimensions ou de comportements légèrement différents, auxquelles peut s'ajouter une variabilité expérimentale causée par le montage de l'éprouvette dans les mors de la machine de traction. Rivlin et Thomas (1953) ont montré qu'en formulant des hypothèses simplificatrices, exploitant les géométries spécifiques de certaines éprouvettes, il est possible de formuler des expressions qui permettent de calculer G pour chaque échantillon. Parmi les différentes géométries proposées, nous avons choisi de nous fo-

2. Cette quantité est notée T dans l'article d'origine et dénommée "énergie de déchirure".

caliser sur deux d'entre elles permettant de réaliser des essais de fissuration sous des sollicitations classiques : l'essai de traction uniaxiale, et l'essai de cisaillement pur.

Essai de fissuration en traction uniaxiale

L'essai de fissuration en traction uniaxiale, plus communément appelé essai SENT (*single edge notch tensile test*) consiste simplement à introduire une pré-entaille dans une éprouvette de traction uniaxiale sur l'un de ses bords libres (Figure 1.10a). L'hypothèse simplificatrice considérée ici est celle d'une petite entaille de longueur a dans un demi-plan infini d'épaisseur t . Par une analyse dimensionnelle basée sur un résultat en petites déformations, Rivlin et Thomas (1953) estiment que la différence d'énergie stockée entre les configurations entaillée et sans entaille est proportionnelle à $a^2.t.W_0$, avec W_0 la densité d'énergie dans la zone non affectée par la présence de l'entaille, *i.e.* en traction uniaxiale. Alors le taux de restitution d'énergie critique, associé à un allongement critique λ_c pour lequel la fissure propage de manière catastrophique, est donné par l'expression suivante :

$$G_c = 2.a.K(\lambda_c).W_0(\lambda_c), \quad (1.30)$$

où K serait une constante dans le contexte des petites déformations, mais devient une fonction de λ pour prendre en compte les grandes déformations. Cette expression dépend de l'hypothèse de petite entaille, et Rivlin et Thomas (1953) ont évalué que cette condition reste vraie lorsque la taille d'entaille a est plus petite que 20% de la largeur w de l'éprouvette. En revanche ils ont reconnu ne pas être capables de fournir une expression précise de K dans leur article d'origine, en raison des variations d'énergie quasiment négligeables à évaluer. Cette tâche a été entreprise par Greensmith (1963) qui est parvenu à une estimation expérimentale de cette fonction à l'aide d'un montage particulier, permettant de s'affranchir des variations expérimentales causées par des échantillons de dimensions sensiblement différentes. Il montre que la fonction $K(\lambda)$ est la même pour un ensemble d'élastomères différents, prenant des valeurs de l'ordre de 2 à 3 selon l'allongement (Figure 1.10b). Ces résultats ont été validés numériquement quelques années plus tard par Lindley (1972). Ce dernier en propose alors une expression analytique qui peut être approchée par $K(\lambda) = \frac{3}{\sqrt{\lambda}}$.

Notons qu'à notre connaissance, cette expression de K n'a jamais été validée expérimentalement au-delà de l'étude de Greensmith (1963), qui portait sur des caoutchouc naturels non chargés. Numériquement, plusieurs études ont été menées (Yeoh, 2002; Timbrell et al., 2003; Legrain et al., 2005), montrant que cette expression dépend de l'état de contraintes planes, ainsi que de la forme de la densité d'énergie choisie.

Essai de fissuration en cisaillement pur

L'échantillon dit de cisaillement pur (en anglais *pure shear*, abrégé en PS), est un échantillon d'épaisseur constante t dont la largeur w est beaucoup plus grande que la hauteur h_0 . À l'exception des effets de bord, lors de la traction, la contraction dans le sens de la largeur est bloquée et l'effet Poisson s'exprime uniquement dans l'épaisseur. Il s'agit donc d'un état de cisaillement pur. Yeoh (2001) présente une analyse numérique de cette géométrie en discutant notamment de l'effet du rapport w/h_0 sur la taille de la région en cisaillement pur et des effets de bords. Il recommande un rapport d'au moins 5 pour assurer la présence d'une région en cisaillement pur au centre de l'éprouvette, en soulignant que la taille des effets de bords diminue avec l'élongation

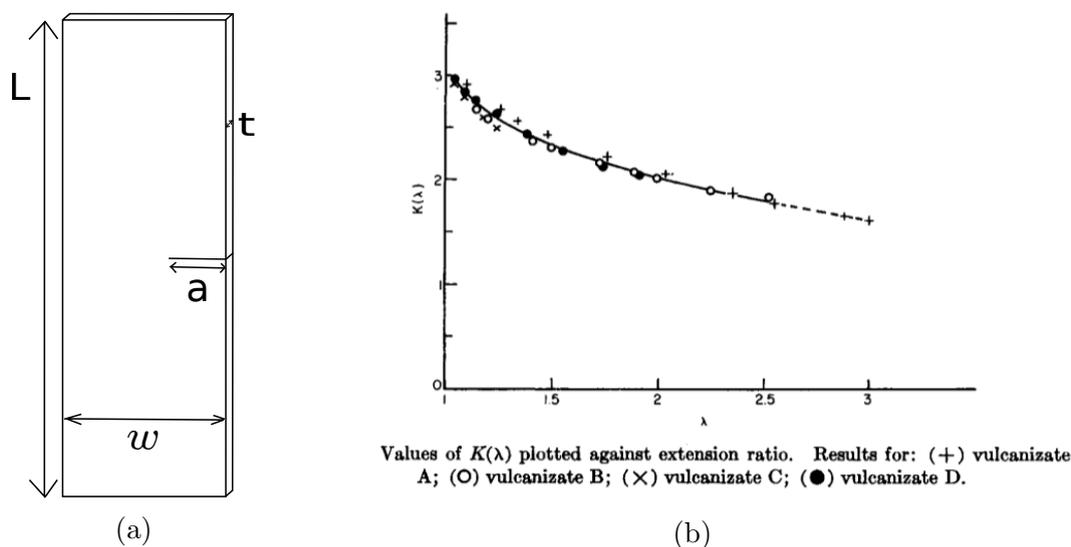


FIGURE 1.10: Essai SENT. (a) Géométrie de l'éprouvette de fissuration avec une taille d'entaille initiale a . (b) Valeurs de $K(\lambda)$ obtenues expérimentalement sur plusieurs vulcanisés, figure reproduite de [Greensmith \(1963\)](#).

globale. Notons cependant que le comportement des bords libres tend vers un état de traction uniaxial, et que la réponse mécanique dans cet état est reconnu pour être peu différencié de celle du cisaillement pur. Les effets de bords sont donc souvent négligés.

L'essai de fissuration sur cette géométrie, illustré en Figure 1.11, permet la détermination de G_c en formulant l'hypothèse que la région autour de la pointe de fissure reste auto-similaire quand la fissure se propage. Suivant [Rivlin et Thomas \(1953\)](#), l'échantillon peut être divisé en quatre régions selon les états des déformations : la région A est non déformée car libre de charge, la région B est dans un état de cisaillement pur, et les régions C et D sont toutes deux dans un état de déformation complexe en raison de la présence de la fissure d'une part et des effets de bords d'autre part. Notons que ces considérations sont soumises à l'existence d'une région libre de charge et d'une région en cisaillement pur, donnant des conditions sur une longueur minimale d'entaille, et une largeur minimale de la section non entaillée respectivement.

Lorsque l'entaille de longueur initiale a se propage d'une longueur additionnelle da à une elongation globale λ_c donnée, la région autour de la pointe d'entaille est translatée de la même distance. Un petit volume C' est cédé de la région B à la région C, et un volume A' est donné à la région A par la région C. Ces deux volumes sont égaux, valant $t \cdot h_0 \cdot da$. Le volume A' étant relâché dans la nouvelle configuration, l'équilibre énergétique global entre les configurations où l'entaille est de longueur a et de longueur $a + da$ respectivement donne la variation d'énergie comme l'énergie $U_{elas}(C' \in B)$ contenue dans C' au moment de son transfert. Cela fournit $\delta U = U_{elas}(C' \in B) = \mathcal{W}_0(\lambda_c) \cdot t \cdot h_0 \cdot da$ avec \mathcal{W}_0 la densité d'énergie du matériau dans un état de cisaillement pur, menant alors directement à l'expression bien connue du taux de restitution d'énergie critique pour les essais en cisaillement pur :

$$G_c = \mathcal{W}_0(\lambda_c) \cdot h_0. \quad (1.31)$$

D'autres géométries ont également permis d'obtenir une expression directe de G et la comparaison des résultats entre géométries a permis la validation du critère. Nous n'étudierons pas ces géométries dans le détail, mais l'éprouvette "pantalon" mérite tout de même d'être mentionnée,

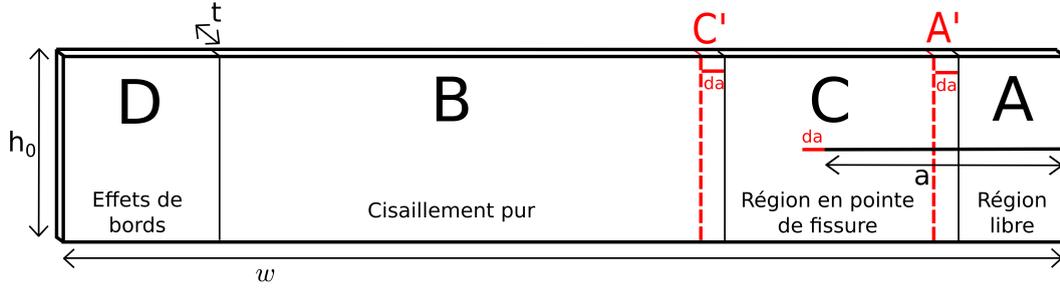


FIGURE 1.11: Représentation de l’essai de fissuration sur une éprouvette de cisaillement pur avec une taille d’entaille initiale a . La longueur additionnelle de l’entaille lorsqu’elle s’est propagée est notée da . Les différentes régions sont décrites dans le texte.

en raison de sa popularité dans la littérature. Celle-ci permet d’imposer directement la vitesse de propagation de la fissure. Cependant, le mode de fissuration imposé est le mode III (déchirure), et cette géométrie paraît globalement mal contrôlée avec une rotation possible de l’axe du fond de fissure.

1.4.3 Lien entre analyse globale et locale

Bien que la définition de G découle d’une analyse globale, plusieurs résultats de la littérature pointent vers une équivalence local-global. Cette équivalence est par ailleurs nécessaire si G_c est bien un paramètre intrinsèque du matériau. [Thomas \(1955\)](#) a cherché à étudier la relation entre le critère local et les champs de déformation autour d’un défaut. Pour cela, il a simplifié le problème en travaillant non pas sur une entaille fine, mais sur des défauts avec un fond d’entaille de rayon non nul d compris entre 1 et 3 mm. Cette étude lui a permis de proposer et de vérifier expérimentalement une relation de la forme :

$$G_c = E_b \cdot d. \quad (1.32)$$

où E_b correspond au travail à rupture par unité de volume. Cette relation fait donc le lien entre la quantité globale G et les propriétés locales. Notons cependant que cette relation a été obtenue par comparaison avec les valeurs de G_c obtenues par (1.31), dont le sens est discutable lorsque le défaut n’est pas une vraie entaille. Néanmoins, les valeurs obtenues pour E_b se sont montrées constantes, démontrant que dans le cas d’un défaut avec un rayon fini, la valeur de G_c évaluée par (1.31) dépend directement du rayon d’entaille. Ce résultat est régulièrement invoqué pour justifier de l’effet d’un émoussement de la pointe d’entaille sur la fissuration (“*blunting*”). [Glücklich et Landel \(1976\)](#) affirment que E_b constitue la propriété intrinsèque définissant la résistance à la fissuration, et que G_c n’en est qu’une représentation qui dépend en plus du rayon de fond d’entaille. Ils justifient leur approche en montrant que E_b obéit à la loi WLF.

L’équilibre énergétique lors de la propagation peut également être évalué au travers d’une intégrale de contour, introduite indépendamment par [Rice \(1968\)](#) et [Cherepanov \(1967\)](#) et communément nommée intégrale J . [Rice \(1968\)](#) a montré que cette intégrale est théoriquement indépendante du contour choisi et équivalente au taux de restitution d’énergie. Le concept d’intégrale J est initialement valable uniquement en élasticité linéaire pour de petites déformations mais a été étendu au contexte des grandes déformations non linéaires par [Chang \(1972\)](#) à l’aide d’une expression dans la configuration matérielle. Plusieurs auteurs ont rapporté une cohérence

expérimentale entre J et G pour différents matériaux : SBR chargé au noir de carbone (Lee et Donovan, 1985), caoutchouc naturel chargé au noir de carbone et non chargé (Liu et al., 1987; Caimmi et al., 2015). Notons que cette expression est dérivée sous hypothèse de matériaux parfaitement élastiques. Selon Long et Hui (2015), l'équivalence entre intégrale J et le taux de restitution peut être appliquée à un matériau dissipatif si la dissipation est confinée au voisinage de la pointe d'entaille. Dans le cas contraire, l'équivalence n'a plus de raison de tenir et l'intégrale J n'est plus nécessairement indépendante du contour. Caimmi et al. (2015) ont remarqué une telle dépendance sur le contour, de même pour Wunde et al. (2019) plus récemment.

Corre (2018) souligne le fait que l'équivalence entre global et local dans le cas parfaitement élastique provient directement de l'hypothèse implicite que l'énergie globale dissipée par l'éprouvette doit en fait passer par la pointe d'entaille pour y être dissipée, car c'est uniquement à cet endroit que se produit la conversion d'énergie élastique stockée en énergie de surface (Bouchbinder et al., 2010). Il convient de remarquer que, dans un cas dissipatif, si la dissipation est localisée en pointe de fissure comme dans l'hypothèse de Rivlin et Thomas (1953), cette hypothèse devrait toujours être valable. Ceci présuppose que l'énergie en pointe de fissure est convertie sous différentes formes (énergie dissipée, énergie de surface).

1.4.4 Application aux élastomères non cristallisant non chargés

L'étude de Rivlin et Thomas (1953) a été effectuée sur des caoutchoucs naturels uniquement. Les résultats ont été étendus à des gommés non cristallisantes par Greensmith et Thomas (1955). Ils rapportent que contrairement au caoutchouc naturel qui présente une valeur nette de G_c au dessus de laquelle la fissuration est catastrophique, les matériaux non cristallisants montrent une fissuration dépendant de la vitesse de sollicitation et de la température³. En particulier, Thomas (1960) a comparé les résultats obtenus pour les différentes géométries d'éprouvettes, en introduisant de plus une nouvelle géométrie, et a montré une bonne correspondance entre les courbes donnant le taux de restitution d'énergie en fonction de la vitesse de propagation. Ces résultats ont justifié la validité du critère sur ces matériaux, pour lesquels G_c ne prend pas une unique valeur mais dépend de la vitesse de fissuration. Smith (1958) montre que la loi WLF peut être appliquée pour unifier les résultats obtenus à différentes températures ou vitesses de sollicitations pour les propriétés à rupture dans des essais non fissurés. Un résultat analogue est ensuite obtenu pour les propriétés en déchirure de ces matériaux (Mullins, 1959; Thomas, 1994). Remarquons que des résultats similaires ont été obtenus par Lake et Lindley (1964) en fatigue. Ceci suggère que la résistance à la fissuration de ces matériaux est corrélée à leur viscosité.

Plusieurs études ont fait l'observation d'une dépendance de l'aspect des surfaces de fissuration à la vitesse de propagation imposée dans de tels matériaux (Thomas, 1960; Kadir et Thomas, 1981; Tsunoda et al., 2000). Pour des vitesses faibles, un faciès rugueux est observé, alors que pour de grandes vitesses celui-ci est très lisse (par exemple Figure 1.12). Les rugosités du faciès sont attribuées au phénomène de cavitation (Tsunoda et al., 2000), ou de manière semblable à la formation de fissures secondaires en pointe d'entaille (Gent et Pulford, 1984).

3. Les auteurs considèrent une valeur de l'énergie de déchirure T variable.

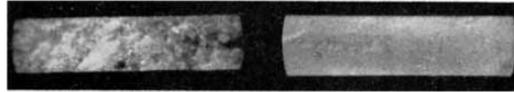


FIGURE 1.12: Faciès de rupture obtenus pour un SBR (GRS) non chargé à différentes vitesses de propagation : lente à gauche, rapide à droite. Reproduite de [Thomas \(1960\)](#).

1.4.5 Application aux élastomères chargés

Dans ce paragraphe nous ne chercherons pas à distinguer si les élastomères cristallisent, car les résultats discutés seront valables dans les deux cas.

La mesure de G_c a été également appliquée à l'étude des élastomères chargés ([Greensmith et Thomas \(1955\)](#); [Medalia \(1987\)](#); [Glücklich et Landel \(1976\)](#); [De et Gent \(1996\)](#); [Hamed et Park \(1999\)](#); [Gherib et al. \(2010\)](#) parmi d'autres). Ces études ont toutes en commun de prendre le critère de [Rivlin et Thomas \(1953\)](#) pour acquis et évaluent directement le taux de restitution d'énergie. Parmi les études citées, seule celle de [De et Gent \(1996\)](#) considère deux géométries différentes et compare les résultats obtenus. Ceux-ci sont par ailleurs difficiles à interpréter en raison de différents types de comportements observés à la fissuration pour certains matériaux. Dans le cas des matériaux qui montrent le même type de comportement de fissuration pour les deux géométries, les valeurs de G_c obtenues coïncident.

Les différents types de comportement à la fissuration sont les suivants : propagation droite de l'entaille pour le premier type, et propagation déviée, en rotation, ou ralentie (tous ces cas étant communément référés sous le nom de "*knotty tearing*" dans la littérature) pour le second type⁴. Ce second type de comportement à la fissuration, que l'on qualifiera plus largement de "déviations de fissures", est en fait au cœur de la problématique de la fissuration des élastomères chargés. L'ensemble des études précitées évoquent ce phénomène qui semble inhérent à la propagation dans ce type de matériaux. Celui-ci semble plus prononcé dans le cas de caoutchoucs cristallisants ([Gherib et al., 2010](#); [Diani et al., 2015](#)), qui peuvent parfois voir des bifurcations de fissures ([Gabrielle et al., 2011](#); [Hamed et Park, 1999](#)). De plus, ce phénomène semble pouvoir se produire pour toutes les géométries, bien que [De et Gent \(1996\)](#) notent une tendance moindre pour la géométrie de cisaillement pur. L'explication la plus souvent proposée pour les phénomènes de déviations de fissures est la formation d'une zone anisotrope en pointe de fissure. [Gent et al. \(2003\)](#) proposent une explication à partir du calcul numérique de taux de restitution d'énergie dans différentes directions, montrant que dans certaines conditions la croissance d'entaille est favorisée dans une direction différente de celle de la propagation droite.

L'effet du noir de carbone sur le renforcement à la fissuration des élastomères chargés est interprété par [Medalia \(1987\)](#) par des déviations de fissures qui peuvent soit être macroscopique comme décrit précédemment, soit microscopique en forçant la fissure à contourner les charges. Cette vue est partagée par [Andrews et Walsh \(1958\)](#) et [Kamenskii et al. \(1971\)](#) qui ont réalisé des observations microscopiques de faciès de rupture. L'interprétation de [Greensmith et Thomas \(1955\)](#) est que les charges sont renforçantes car elles facilitent la création d'une structure anisotrope en pointe de fissure. Ces visions peuvent éventuellement être réconciliées par [De et Gent \(1996\)](#) qui proposent que la structure anisotrope augmente la tendance à dévier les fissures. [Gabrielle et al. \(2011\)](#) justifient l'effet résistant d'une rotation macroscopique sur la fissuration

4. Un troisième type de comportement à la fissuration, le "*stick-slip*" est parfois évoqué. Il s'agit de l'alternance entre les deux autres types de fissuration, la phase de *slip* correspondant à la fissuration droite et la phase de *stick* à une rotation ou un ralentissement de la fissure.

par la création d'une entaille équivalente dont le rayon en fond d'entaille est fini.

Enfin, notons que bien que certains auteurs discutent un lien entre l'hystérèse du matériau et ses propriétés en fissuration (Medalia, 1987; De et Gent, 1996), la dissipation par effet Mullins n'est pas prise en compte dans l'obtention des taux de restitution d'énergie. D'autre part, les élastomères chargés sont parfois pré-conditionnés (en particulier pour des essais de fatigue), parfois rien n'est précisé auquel cas le matériau est *a priori* testé vierge. Cependant, les études cherchant à prendre en compte l'impact d'un historique de chargement sont très rares (Diani et al., 2015; El Yaagoubi et al., 2018).

1.4.6 Prise en compte de l'effet d'une dissipation

Le taux de restitution d'énergie défini par Eq. (1.29) et les formules de Rivlin et Thomas (1953) s'appliquent théoriquement à des matériaux parfaitement élastiques. Les études prenant en compte la viscoélasticité du matériau écrivent parfois G sous la forme (Gent et Schultz, 1972; Maugis, 1985) :

$$G = G_0(1 + f(a_T v)), \quad (1.33)$$

avec f un facteur de dissipation dépendant de la vitesse de propagation v et du facteur de recalage de la viscosité a_T pouvant être donné par la loi WLF proposée par Williams et al. (1955). Cette écriture considère G comme la contribution d'un terme intrinsèque et d'un terme visqueux dissipatif. G_0 est éventuellement considéré comme le seuil énergétique de la fissuration, correspondant à l'énergie de rupture des chaînes comme suggéré par Lake et al. (1967). Alors, le second terme quantifie la perte d'énergie par les effets visco-élastiques. La prise en compte de la viscosité n'est pas le sujet de cette étude, et le lecteur curieux pourra trouver des développements dans les revues de Persson et al. (2005) et de Creton et Ciccotti (2016).

Un certain nombre d'auteurs suggèrent l'expression du taux de restitution d'énergie en prenant en compte la courbe de *décharge* pour déterminer l'énergie élastique comme Mzabi (2010), qui cite lui-même Martin Borret (1998). Les travaux de thèse de Elmukashfi (2015) vont aussi dans ce sens, considérant toutes les pertes dissipatives y compris thermiques.

Citons également la théorie d'Andrews (1974) qui veut généraliser la théorie de Griffith à tous types de solides. En particulier, il commence par développer le cas élastique, obtenant une formule semblable à celles de Rivlin et Thomas (1953), mais qui n'est pas spécifique à une géométrie donnée. Ensuite, il étudie le cas anélastique (non restreint au voisinage de la pointe d'entaille) et fait la part des choses entre l'énergie disponible à la propagation \mathcal{T}_0 et le travail externe totale dépensé pour faire croître la fissure \mathcal{T} . En particulier, il aboutit à la relation $\mathcal{T} = \mathcal{T}_0 \Phi(\sigma_0, T, R)$ avec Φ une "fonction de perte" dépendant de la contrainte lointaine imposée σ_0 ainsi que de la température T et la vitesse de déformation R . Cette expression est en tout point semblable à celle évoquée pour des matériaux visco-élastiques.

Enfin, quelques contribution récentes dans le domaines des hydrogels considèrent l'impact de l'effet Mullins dans la détermination de G_c (Zhang et al., 2015; Long et Hui, 2016; Qi et al., 2018). Ces théories se basent sur une décomposition du taux de restitution d'énergie en une composante intrinsèque G_0 et une composante dissipative G_d : $G_c = G_0 + G_d$. Ces approches nécessitent la connaissance du champ de déformation d'un échantillon de fissuration pour estimer G_d . L'approche de Zhang et al. (2015) est empirique, tandis que Qi et al. (2018) développent un modèle thermodynamique complet du problème considéré, et évaluent G_d sous des hypothèses simplificatrices sur le comportement du matériau. Notons que ces estimations se basent sur des calculs numériques.

1.5 Bilan

Ce chapitre a été l'occasion de présenter le contexte de l'étude. Tout d'abord, les matériaux considérés ont été détaillés, à la fois d'un point de vue micro-structural et d'un point de vue comportemental. Les élastomères sont employés en raison de leur grande déformabilité. Certaines propriétés mécaniques peuvent être renforcées par l'ajout de charges de noir de carbone, mais cela a aussi pour effet d'introduire (ou d'amplifier) la dépendance des propriétés du matériau à l'historique de chargement, dit l'effet Mullins. Les conséquences de l'effet Mullins ont été décrites, ainsi que son critère d'activation.

Nous avons ensuite abordé le cadre mécanique employé pour ces matériaux, et succinctement décrit les modèles hyperélastiques utilisés pour les décrire, en particulier en prenant en compte l'historique de chargement. Nous avons alors détaillé le modèle choisi dans le cadre de ce travail, qui permettra notamment de déterminer les différentes quantités énergétiques impliquées.

Enfin, la fissuration dans les élastomères a été présentée, en détaillant particulièrement l'analyse de Griffith et les formules de Rivlin et Thomas. Les avancées réalisées dans les gommés non chargés puis dans les élastomères chargés ont été ensuite décrites. En particulier, il a été mis en avant que l'effet Mullins n'est presque jamais pris en compte lors des études portant sur la propagation de fissures dans ces matériaux. Pourtant, la théorie appliquée a été dérivée initialement pour un matériau au comportement élastique, sauf éventuellement à la pointe d'entaille.

Cette introduction permet donc de poser les bases de ce travail de thèse, dont l'objectif est la proposition d'un critère de propagation de fissure prenant en compte l'historique de chargement du matériau. Pour cela, la première étape sera de mettre au point un protocole expérimental permettant de caractériser correctement la fissuration critique dans nos matériaux. Le critère de Rivlin et Thomas semble être un bon candidat et sera évalué. Une fois que nous serons capables de quantifier les propriétés de fissuration, une campagne expérimentale sera menée pour évaluer l'impact de différents préchargements sur ces propriétés.

Chapitre 2

Matériaux et protocoles expérimentaux

Ce chapitre a pour but d'introduire les matériaux étudiés, ainsi que les protocoles mis en place pour pouvoir quantifier l'effet d'un préchargement sur la propagation de fissures au sein de matériaux élastomères. Les compositions des matériaux étudiés seront présentées, ainsi que les moyens utilisés pour les caractériser. Leurs comportements mécaniques, évalués par des essais classiques, seront décrits. Enfin, les protocoles utilisés pour le préchargement et pour les essais de fissuration seront détaillés. Les premières observations faites lors d'essais de fissuration seront également présentées.

Des éléments de ce chapitre sont présents dans la référence suivante ([Roucou et al., 2018](#)) :

D. Roucou, J. Diani, M. Brieu, J.-F. Witz, et A. Mbiakop-Ngassa. Experimental investigation of elastomer mode I fracture : an attempt to estimate the critical strain energy release rate using SENT tests. International Journal of Fracture, 209(1-2) : 163–170, Jan. 2018. ISSN 0376-9429, 1573-2673.

Table des matières

2.1	Composition des matériaux	43
2.2	Moyens utilisés pour les essais mécaniques	44
2.3	Comportement mécanique des matériaux	46
2.3.1	Effet de la vitesse	46
2.3.2	Anisotropie initiale des plaques calandrées	47
2.3.3	Effet Mullins au cours d'une traction cyclique	48
2.3.4	Anisotropie induite par effet Mullins	48
2.4	Protocole de préchargement des plaques entières	49
2.4.1	Précharge en traction	50
2.4.2	Précharge en compression	53
2.5	Essais de fissuration	53
2.5.1	Essais SENT	53
2.5.2	Fissuration en cisaillement pur	57
2.6	Conclusion	61

2.1 Composition des matériaux

Deux caoutchoucs vulcanisés sont étudiés, l'un chargé au noir de carbone et l'autre constitué de la gomme pure sans ajout de charges. Le premier constituera l'objet principal de l'étude, et le second servira d'élément de comparaison, permettant de mettre en évidence certains effets des charges.

Les deux matériaux sont réalisés à partir du même copolymère statistique aléatoire de styrène-butadiène. Cette gomme de SBR étoilé contient une fraction molaire de 15% de styrène, et sa densité est de 0.94 g/cm^3 . Sa masse moléculaire avant vulcanisation est de $M_n = 120 \text{ kg/mol}$, et la densité d'enchevêtrement est proche de $42.10^{-5} \text{ mol/cm}^3$. Les agents vulcanisant utilisés sont le soufre et le CBS (N-cyclohexyl-2-benzothiazole sulfonamide). La réaction est activée par de l'oxyde de zinc (ZnO) et de l'acide stéarique. Du 6PPD (N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylene diamine) est ajouté comme anti-oxydant pour prévenir le vieillissement du matériau. Le noir de carbone utilisé dans le matériau chargé est du N347, présent à 50 parties pour cent d'élastomère (pce). Ceci correspond à une fraction volumique de 19.98%. La finesse du noir de carbone est caractérisée par sa surface spécifique, évaluée à $90 \text{ m}^2/\text{g}$ par absorption d'azote par la méthode de Brenner Emmet Teller. Les propriétés d'un noir de carbone sont également dépendantes de la structures des agrégats. Celle-ci est évaluée par absorption DBP (Dibutylphtalate) à $120 \text{ ml}/100 \text{ g}$. La densité des charges est de 1.8 g/cm^3 .

Nous nommerons par la suite "SBR chargé" le matériau avec noir de carbone et "SBR non chargé" la gomme pure. Les compositions massiques de ces deux matériaux sont présentées dans le Tableau 2.1. La densité de pontage estimée par la théorie de Flory-Rehner est également indiquée.

TABLEAU 2.1: Composition des matériaux avant vulcanization (pce) et densités de pontages mesurées (10^{-5} mol/cm^3).

Ingrédient	SBR chargé	SBR non chargé
SBR	100	100
N347	50	0
6PPD	1.9	1.9
Acide stéarique	2	2
ZnO	2.5	2.5
CBS	2.3	2.3
Soufre	2.3	2.3
Densité de pontage	8.26	7.00

Tous les matériaux ont été mélangés, mis en forme et vulcanisés par la Manufacture Française des Pneumatiques Michelin, sous forme de plaques calandrées. Le calandrage consiste à comprimer le matériau non vulcanisé entre deux cylindres pour réduire son épaisseur. Le matériau est ensuite vulcanisé dans un moule sous pression sous forme de plaques, que nous appellerons "plaques MA" par la suite. Leurs dimensions approximatives sont $142 \text{ mm} \times 147 \text{ mm} \times 2.4 \text{ mm}$.

Les deux matériaux sont vulcanisés à 150° , pendant une durée de 20 min pour le SBR chargé et de 40 min pour le non chargé. Leurs températures de transition vitreuses sont estimées à $T_g = -43^\circ\text{C}$ pour les deux matériaux, par DSC (Calorimétrie différentielle à balayage). Notons que ces matériaux ont été choisis car ils ne cristallisent pas sous tension.

2.2 Moyens utilisés pour les essais mécaniques

Moyens expérimentaux

Le dispositif de traction est une machine électromécanique, de modèle Instron 5882. Celle-ci est utilisée pour tous les essais sauf mention contraire. En fonction des niveaux d'efforts rencontrés durant les différents types d'essais, elle est dotée d'une cellule de charge de 2 kN ou de 5 kN. La machine est équipée de mors pneumatiques, alimentés par de l'air comprimé à pression réglable, jusqu'à 6 bars. Ces mors permettent de maintenir au mieux les élastomères durant les essais de traction, ceux-ci étant particulièrement sensibles à des glissements dans les mors en raison de leur grande déformabilité. En particulier, leur épaisseur peut varier pendant un essai, et les mors pneumatiques permettent de rattraper le jeu grâce à l'application d'une pression constante. En fonction des essais, les fixations des mors utilisées sont des plaquettes à revêtement moleté de 50 mm de large, ou alors des plaquettes à revêtement en caoutchouc de 150 mm de large.

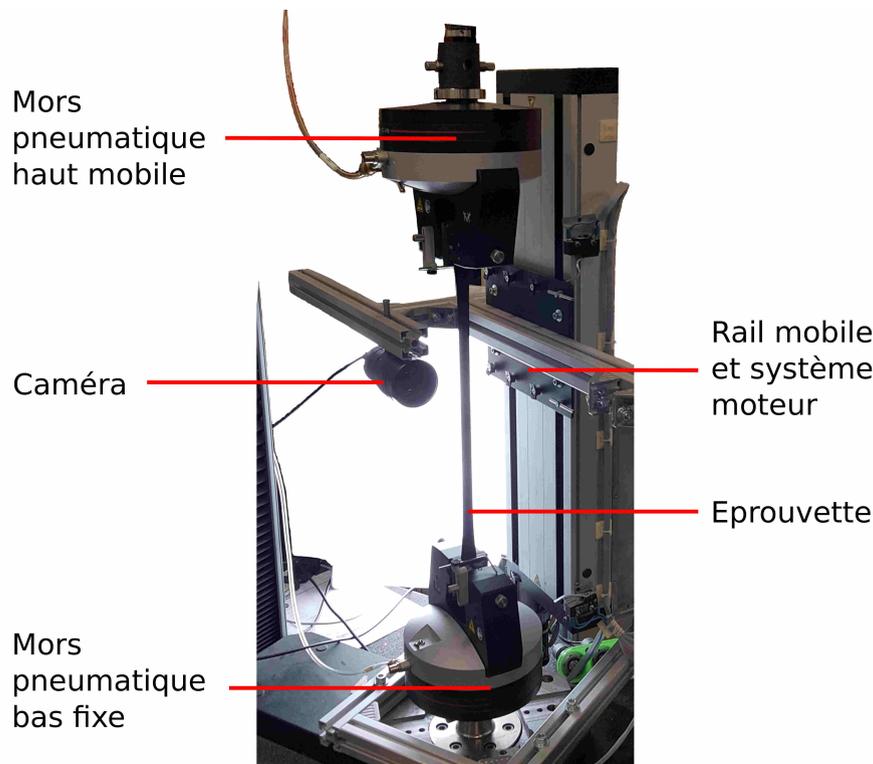


FIGURE 2.1: Montage expérimental.

Les essais sont filmés avec une caméra d'une résolution de 2048×2048 pixels et d'une fréquence d'acquisition pouvant monter à 75 images par seconde. Les images enregistrées lors des essais seront limitées à une ou deux images par seconde pour limiter l'espace de stockage nécessaire. La caméra est montée sur un système de rail mobile permettant de se déplacer pendant les essais. L'ensemble du montage est représenté à la Figure 2.1. Un bon éclairage est obtenu à l'aide de spots lumineux à LEDs qui ne sont pas représentés sur l'image.

Pilotage du système

L'ensemble du système machine-caméra-rail mobile est piloté de manière synchrone par la plateforme "CRAPPY" (*Command and Real-time Acquisition in Parallelized Python*), développée en interne au laboratoire LaMcube. Il s'agit d'un environnement logiciel open-source permettant d'opérer un ensemble d'appareils et actionneurs divers à partir de scripts écrits en langage python. L'intérêt de cette plateforme est de pouvoir centraliser le pilotage des différents éléments d'un essai complexe ainsi que l'ensemble des signaux mesurés par les capteurs. Ceci permet notamment aux différents composants de communiquer.

Par exemple, des essais pilotés par vidéoextensométrie sont possibles grâce au traitement en temps réel des images. Les éprouvettes sont marquées de quatre taches contrastant avec la couleur du matériau (Figure 2.2). Les positions initiales de leurs centres sont détectées et suivies au cours du temps, et permettent à tout instant de calculer les déformations dans les directions horizontale et verticale dans le plan filmé, par $\varepsilon = (l - l_0)/l_0$, avec l la distance entre les centres de deux taches opposées lors de la déformation, et l_0 la distance initiale correspondante. L'information de la déformation et les données des capteurs de la machine sont centralisées par CRAPPY, acquises sur la même base de temps. La mesure de la déformation peut aussi être utilisée dans une boucle de rétroaction sur la commande de la machine, permettant d'imposer des tractions jusqu'à un niveau de déformation préalablement choisi.

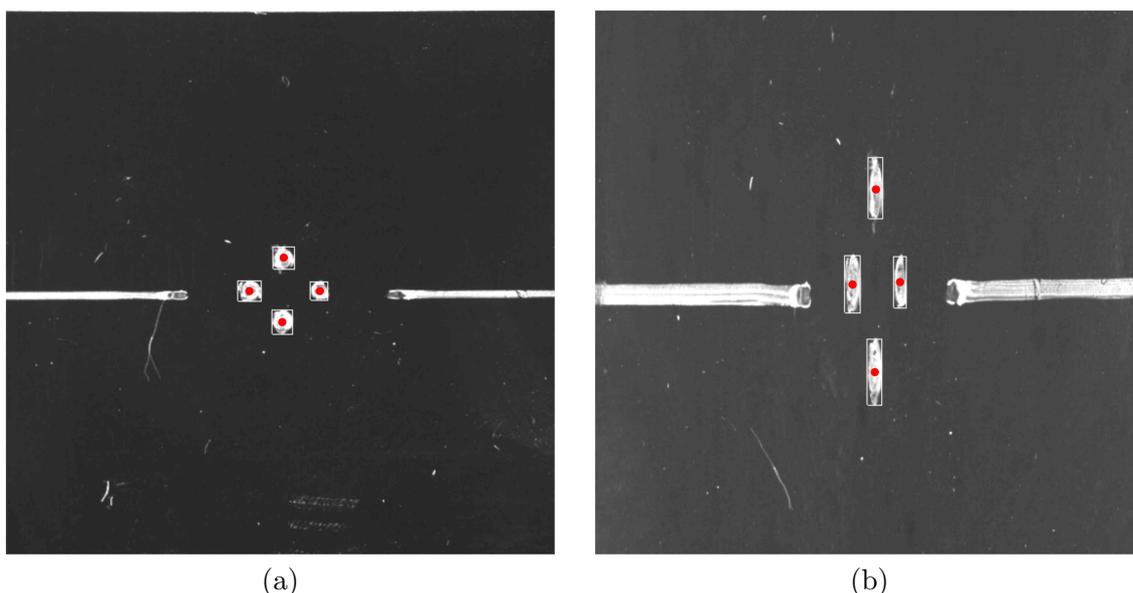


FIGURE 2.2: Illustration des taches suivies lors d'un essai avec vidéoextensométrie au cours d'une traction d'une plaque MA entière : (a) Image initiale, éprouvette au repos. (b) Image lors d'une traction à 200% de déformation.

De plus, l'information des positions des taches est également utilisée pour piloter le déplacement du rail mécanique. Cela permet à la caméra de rester centrée sur la région d'intérêt, évitant un déplacement hors champ des taches en raison des grandes déformations rencontrées en plus du fait qu'un seul des deux mors soit mobile. Une alternative à ce système serait de reculer la caméra pour filmer un plus grand angle. Cependant, ceci a l'effet de diminuer la résolution des objets filmés (moins de pixels dans chaque tache ou autre objet filmé) et donc la précision de la mesure. La caméra mobile permet ainsi de conserver une bonne précision de la mesure en grandes déformations.

Éprouvettes de caractérisation

Les essais de caractérisation en traction uniaxiale sont effectués à l'aide d'éprouvettes standards H2 (Figure 2.3), avec une zone utile de dimensions : 25 mm × 4 mm × 2.4 mm. Ces éprouvettes sont découpées avec un emporte-pièces adapté dans les plaques MA. Les dimensions

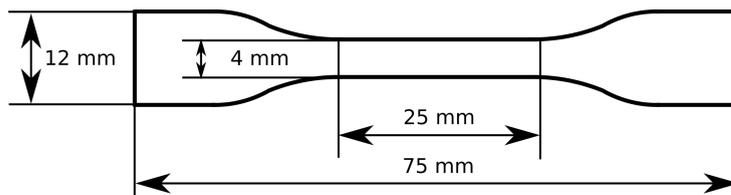


FIGURE 2.3: Éprouvette standard (H2) de traction uniaxiale.

en largeur et en hauteur sont définies par la géométrie de l'emporte-pièce, cependant des variations d'épaisseur entre éprouvettes ont été relevées. L'épaisseur est donc systématiquement mesurée à l'aide d'un micromètre à ressort.

2.3 Comportement mécanique des matériaux

2.3.1 Effet de la vitesse

Tous les essais de l'étude sont réalisés à vitesse de déplacement de traverse imposée, aussi est-il important d'évaluer l'effet de cette vitesse sur le comportement des matériaux. Notons également que l'ensemble des essais sera effectué à température ambiante. Pour chaque matériau, trois vitesses de traction ont été comparées en traction uniaxiale sur des éprouvettes standards H2. Deux éprouvettes ont été testées pour chaque vitesse et chaque matériau, permettant de vérifier une bonne reproductibilité. Pour les échantillons de SBR chargé, les éprouvettes ont été préalablement préchargées à 250% de déformation, soit un niveau plus haut que la déformation maximale vue pendant l'essai de caractérisation, pour dissiper l'effet Mullins avant l'essai. L'intérêt de cette précharge est de dissocier l'effet Mullins de l'effet viscoélastique.

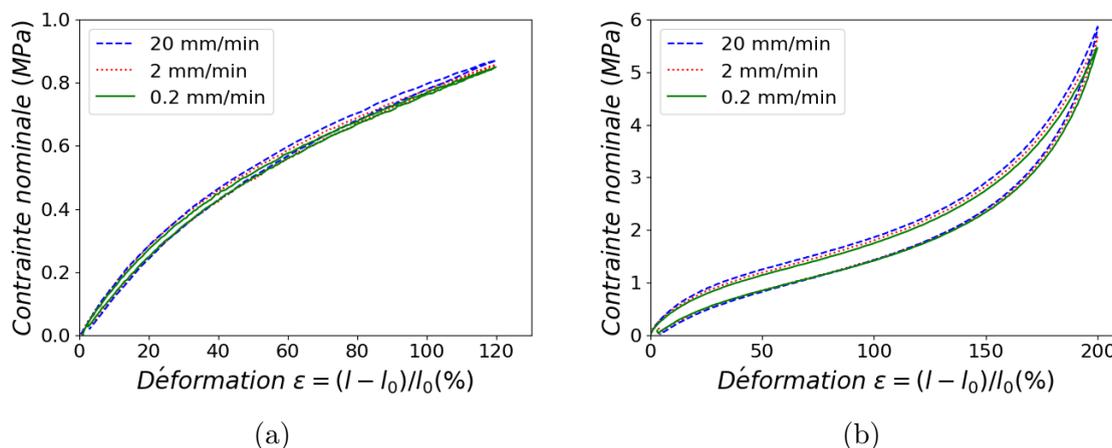


FIGURE 2.4: Courbe de contrainte nominale en fonction de la déformation en traction uniaxiale selon la vitesse de sollicitation imposée. (a) SBR non chargé. (b) SBR chargé préalablement préchargé à 250% de déformation.

Les vitesses choisies sont 20 mm/min, 2 mm/min et 0.2 mm/min. Les déformations sont

mesurées par vidéoextensométrie et les échantillons sont chargés à vitesse constante jusqu'à 200% de déformation (Figure 2.4). La perte d'énergie lors d'un cycle charge-décharge est évaluée par le rapport $\alpha = \frac{\text{énergie fournie}}{\text{énergie rendue}}$. Les énergies fournies et restituées sont évaluées par intégration numérique de l'aire sous la courbe de charge et la courbe de décharge respectivement. Les valeurs moyennes de α obtenues pour chaque vitesse sont indiquées dans le Tableau 2.2.

TABLEAU 2.2: Rapport d'énergie restituée sur l'énergie fournie lors d'un essai charge-décharge à 120% de déformation (SBR non chargé) ou à 200% de déformation (SBR chargé) selon la vitesse de déplacement imposée.

α moyen	20 mm/min	2 mm/min	0.2 mm/min
SBR non chargé	80.6%	82.9%	83.5%
SBR chargé	95.2%	95.8%	97.3%

Les variations faibles du rapport α et la similarité des courbes de traction pour des vitesses considérées sur plusieurs ordres de grandeur montre que le choix de la vitesse a une influence faible sur les résultats obtenus, pour ces vitesses.

2.3.2 Anisotropie initiale des plaques calandrées

Les éprouvettes sont toutes découpées à l'emporte-pièces dans des plaques calandrées. Plusieurs auteurs dans la littérature citent une potentielle anisotropie initiale du matériau en raison du calandrage (Diani et al., 2004; de Crevoisier et al., 2012; Marckmann et al., 2016). Cet effet est évalué par la découpe d'éprouvettes uniaxiales standards dans le sens normal au calandrage (sens 1) et parallèle à la direction de calandrage (sens 2), illustré en Figure 2.5a.

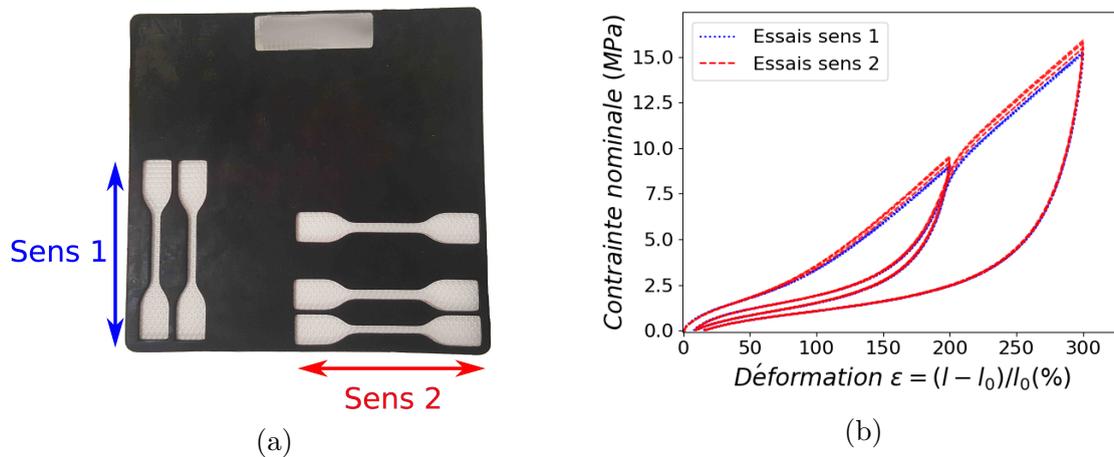


FIGURE 2.5: Évaluation de l'anisotropie due à la direction de calandrage. (a) Sens de découpe des éprouvettes dans la plaque MA. Le sens de calandrage correspond au sens 2. (b) Courbes contrainte-déformation selon le sens de découpe des éprouvettes.

Le trajet de chargement imposé est un cycle charge-décharge à 200% de déformation, piloté par vidéoextensométrie, suivi d'un second cycle à 300% de déformation. Trois essais sont réalisés dans chaque direction. Les résultats sont présentés en Figure 2.5b. Les trois essais dans le sens 2, correspondant au sens de calandrage, sont systématiquement plus raides que les essais dans l'autre direction. L'anisotropie initiale est évaluée par la différence de contrainte moyenne entre les deux directions à 300% de déformation. L'anisotropie est considérée comme peu prononcée,

la différence étant inférieure à 5% de la contrainte totale. Malgré cela, certains résultats obtenus (Chapitre 5) seront attribués à cette anisotropie initiale.

2.3.3 Effet Mullins au cours d'une traction cyclique

La présence d'un effet Mullins est évaluée pour les deux matériaux par des essais cycliques. Les essais sont réalisés à une vitesse constante de 20 mm/min sur des éprouvettes de traction uniaxiale standards H2. Pour le SBR non chargé, deux cycles successifs à 150% de déformation suffisent à montrer que ce matériau ne présente pas d'effet Mullins (Figure 2.6a). Ce niveau de déformation a été choisi proche de la déformation à rupture du matériau, estimée à 180% par des essais de traction monotone.

En revanche, le SBR chargé montre un effet Mullins important. Celui-ci peut être observé en appliquant un chargement cyclique au matériau, avec des cycles de plus en plus grands. Un tel essai est représenté en Figure 2.6b, avec une déformation maximale incrémentée de 25% à chaque cycle. Le comportement est comparé à celui obtenu lors d'un essai de traction monotone effectué dans les mêmes conditions par ailleurs.

Certaines caractéristiques d'un effet Mullins décrites dans la littérature (par exemple [Merkel \(2012\)](#)) sont retrouvées : lors de la première charge un adoucissement est observé par la différence entre la courbe de charge et celle de la décharge. Puis, pour le cycle suivant, le comportement à la recharge est proche de celui de la décharge précédente (avec une petite différence comme observée en Figure 2.4b), et lorsque la déformation maximale précédente est dépassée, l'effet Mullins est à nouveau observable. D'autre part, une déformation résiduelle est également observée, augmentant à chaque cycle. Notons que le comportement obtenu sur l'ensemble des cycles, lorsque le matériau atteint des déformations plus grandes que celles des cycles précédents, est très proche du comportement du matériau vierge.

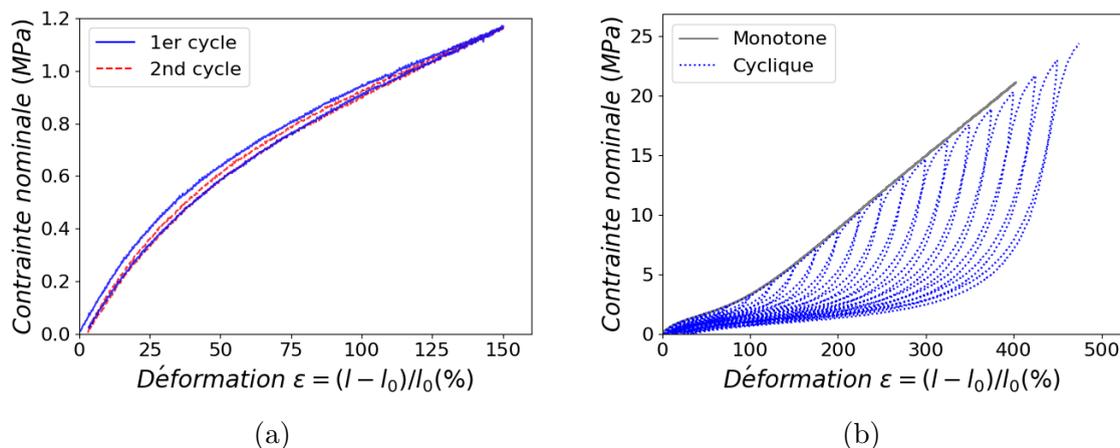


FIGURE 2.6: Évaluation de la présence d'un effet Mullins par des essais cycliques en traction uniaxiale. (a) SBR non chargé. (b) SBR chargé.

2.3.4 Anisotropie induite par effet Mullins

En anticipant sur les sections suivantes, l'anisotropie induite par effet Mullins peut être évaluée en préchargeant des plaques MA entières dans différentes directions (section 2.4) et en découpant par la suite des éprouvettes dans ces plaques. Seul le SBR chargé est considéré, étant donné l'absence d'effet Mullins de l'autre matériau.

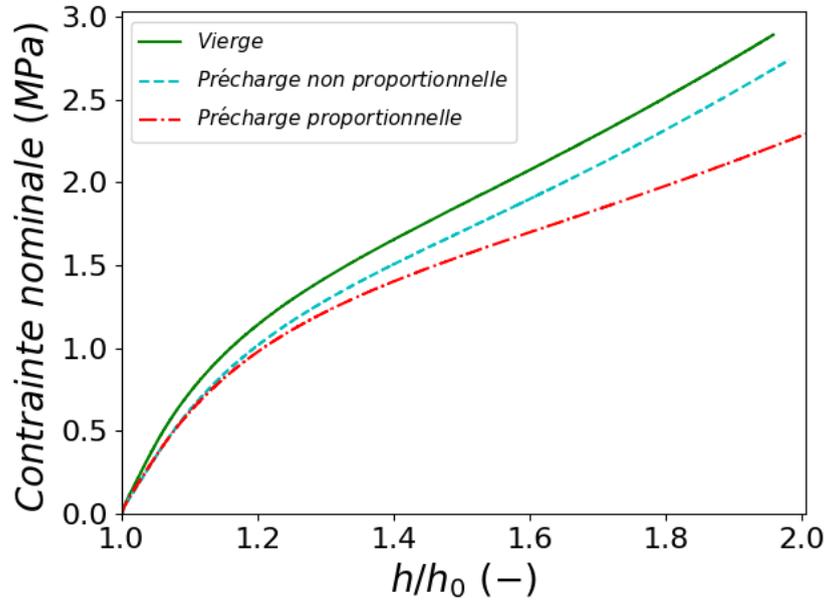


FIGURE 2.7: Illustration de l'anisotropie induite par effet Mullins, obtenue pour des essais de cisaillement pur pour le SBR chargé.

Cet effet est représenté en Figure 2.7, sur des éprouvettes de cisaillement pur¹ de dimensions utiles 20 mm × 145 mm × 2.4 mm (hauteur h_0 × largeur w × épaisseur t). Celles-ci sont chargées en traction monotone à une vitesse de 5 mm/min. La contrainte nominale est tracée en fonction de l'allongement h/h_0 avec h la hauteur de l'éprouvette déformée et h_0 la hauteur initiale. Trois cas sont considérés : essai sur le matériau vierge directement, un préchargement uniaxial à 200% de déformation suivi d'un essai dans la même direction de traction (essai proportionnel), et préchargement uniaxial à 200% de déformation suivi d'un essai dans la direction transverse au sens de la précharge (essai non proportionnel). Pour éviter un effet de l'anisotropie initiale relevée précédemment (section 2.3.2), le sens de traction doit toujours être choisi identique lors des essais de cisaillement pur. En conséquence, la précharge est effectuée en sens 1 pour l'essai proportionnel et en sens 2 pour l'essai non proportionnel (sens donnés Figure 2.5a).

Un phénomène d'anisotropie induite est bien retrouvé, l'essai proportionnel montrant un adoucissement plus important que le non proportionnel. Ce résultat est cohérent avec les observations dans la littérature (Merckel, 2012; Machado et al., 2012). Un adoucissement non négligeable est tout de même relevé sur l'essai non proportionnel, alors qu'il semble être presque négligeable dans les études citées. Une explication proposée est la procédure employée ici : la précharge en traction uniaxiale suivie d'un essai de cisaillement pur pourrait peut être rendre cet effet plus prononcé, en raison des états de sollicitation différents.

2.4 Protocole de préchargement des plaques entières

Afin de pouvoir évaluer l'effet de différents préchargements, il a été nécessaire de mettre en place des protocoles permettant de précharger des plaques MA entières. Les premiers préchargements considérés sont des tractions uniaxiales, qui permettent d'évaluer un effet de l'anisotropie induite en découpant des éprouvettes dans différentes directions. Une précharge multiaxiale

1. Ce choix d'éprouvette pour observer l'anisotropie induite sera justifié dans les chapitres 4 et 5.

sera également envisagée. Enfin, un préchargement en compression uniaxiale est considéré en comprimant les plaques dans la direction de l'épaisseur.

2.4.1 Précharge en traction

Nous allons présenter dans ce qui suit le protocole employé pour réaliser les précharges multiaxiales constituées de deux précharges uniaxiales successives dans deux directions transverses. Le protocole pour les précharges uniaxiales sera alors obtenu en se restreignant à la première charge. Remarquons que les précharges uniaxiales pourront être réalisées soit sens 1 soit sens 2, en gardant les conventions adoptées précédemment (Figure 2.5a). Les précharges multiaxiales seront systématiquement réalisées sens 1 en premier, puis sens 2.

Première charge

Malgré l'utilisation de mors pneumatiques, le maintien dans les mors d'un échantillon aussi grand qu'une plaque MA peut s'avérer difficile. Plusieurs solutions pour optimiser la fixation ont été testées, et la solution retenue consiste à utiliser des plaquettes à revêtement en caoutchouc, avec la pression des mors réglée au maximum. Une hauteur de 20 mm est agrippée dans les mors de chaque côté. Ce choix tend à écarter la sollicitation d'une traction uniaxiale (hauteur initiale légèrement plus petite que la largeur initiale) mais est nécessaire pour assurer le maintien.

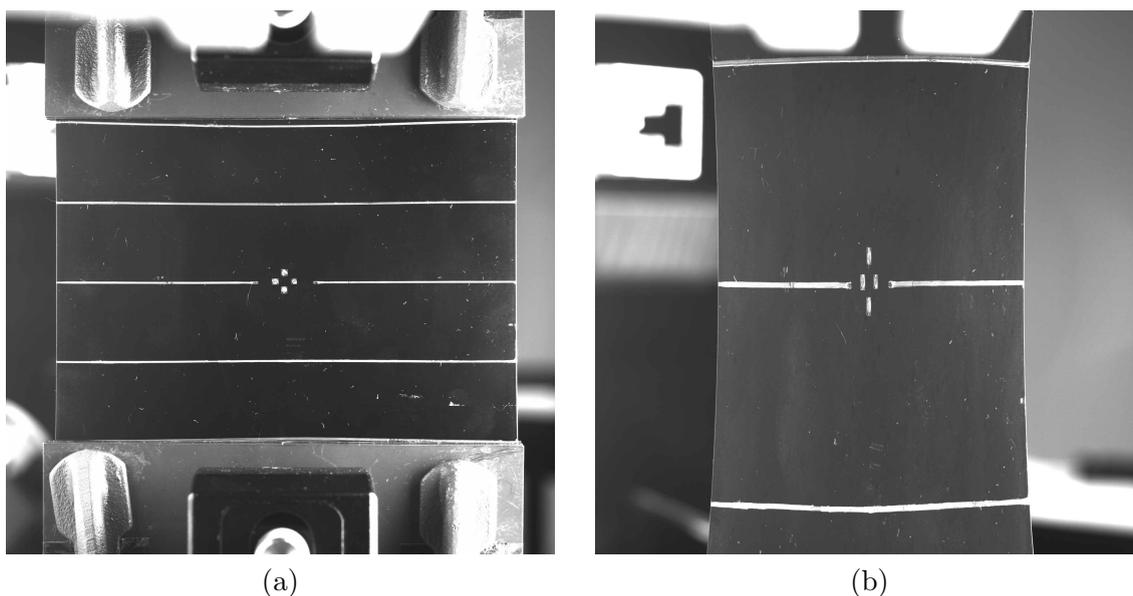


FIGURE 2.8: Préchargement d'une plaque MA. (a) Avant traction. (b) Traction à 200% de déformation.

Il a été constaté que le serrage des mors pneumatiques est appliqué au centre des plaquettes, donc la pression est plus forte vers le milieu et la plaque tend à glisser sur les bords. La sollicitation n'est alors plus homogène lorsque la déformation imposée augmente, et la plaque finit par glisser des mors avant d'atteindre les niveaux de déformation visés. Des presses mécaniques sont donc ajoutées sur les côtés pour homogénéiser la pression appliquée par les plaquettes. Dans ces conditions, un léger glissement de matière en dehors des mors est toujours observé mais celui-ci se produit de manière homogène sur toute la largeur, comme illustré par les lignes horizontales tracées sur l'échantillon qui restent relativement droites durant la déformation (Figure 2.8). Il

convient alors de mesurer la déformation par vidéoextensométrie, en faisant bon usage de la caméra mobile. Le serrage puissant induit un flambage de la plaque, une pré-tension de 10 N est donc appliquée avant l'essai. Cette valeur est négligeable par rapport à l'effort maximal atteint durant l'essai de préchargement (de l'ordre de 1200 N à 100% de déformation et 3200 N à 200% de déformation). Les plaques sont alors préchargées jusqu'au niveau de déformation voulue par un cycle charge-décharge à une vitesse arbitraire de 60 mm/min. Lorsque les plaques sont retirées des mors, elles présentent des déformations rémanentes comprenant des déplacements hors plan. Ceux-ci disparaissent lorsque la plaque est laissée au repos sur une surface plane pendant un certain temps.

Ceci soulève la question d'un impact de la relaxation du matériau et des déformations rémanentes suite à la précharge. Ces effets ont été quantifiés en utilisant un appareil photo fixe pour prendre des photos à des instants bien choisis d'une plaque en train de relaxer sur une surface plane, immédiatement après avoir subi une précharge à 200% de déformation. La plaque a été marquée avant le préchargement par des lignes verticales et horizontales délimitant une zone de largeur initiale $w_0 = 100$ mm et de hauteur initiale $h_0 = 100$ mm (Figure 2.9a). Les distances entre les lignes sont relevées sur chaque photo prise pendant la relaxation, permettant de calculer les longueurs résiduelles dans les deux directions. Nous noterons w_1 et h_1 leurs évolutions respectives, en notant que la précharge a été effectuée dans la direction de h_1 . Ces évolutions sont représentées en Figure 2.9b.

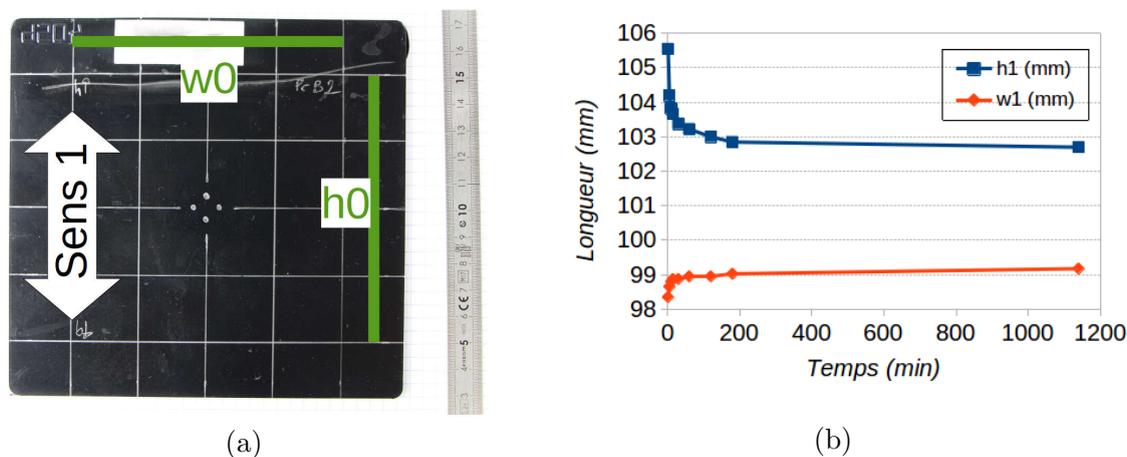


FIGURE 2.9: Évaluation de la relaxation et de l'évolution des longueurs suite à une précharge à 200% de déformation dans le sens 1. (a) Plaque avant traction et marquage donnant les longueurs initiales. (b) Évolution des longueurs après préchargement.

Les déformations montrent une évolution temporelle logarithmique dans les deux directions. Une partie des déformations rémanentes est récupérée au cours du temps, mais les dimensions finales semblent tendre vers des valeurs différentes des dimensions initiales. Un tel résultat a été observé par Mullins (1949) et par Diani et al. (2006a), qui montrent que ce phénomène dépend de la température. Il est intéressant de noter que la direction transverse est également affectée avec une déformation rémanente en compression. Les deux directions montrent une stabilisation au delà de 20 heures de relaxation. Par la suite, toutes les plaques soumises à des précharges seront laissées à relaxer pendant au moins 24 heures avant une seconde précharge ou une découpe d'éprouvettes.

Seconde charge

La seconde précharge est effectuée suivant le même protocole que la première, à la différence du sens de traction qui est choisi dans le sens transverse, *i.e.* le sens de w_0 et w_1 . De plus, la déformation maximale visée est corrigée par la déformation résiduelle dans cette direction : après repos, celle-ci semble se stabiliser à 99 mm environ (Figure 2.9b), la déformation appliquée est corrigée à 202%. Cette modification est réalisée pour tenter d’approcher au mieux un adoucissement équivalent dans les deux directions, en les étirant au même allongement par rapport à la configuration initiale. En pratique, cette correction a probablement un effet négligeable sur les résultats.

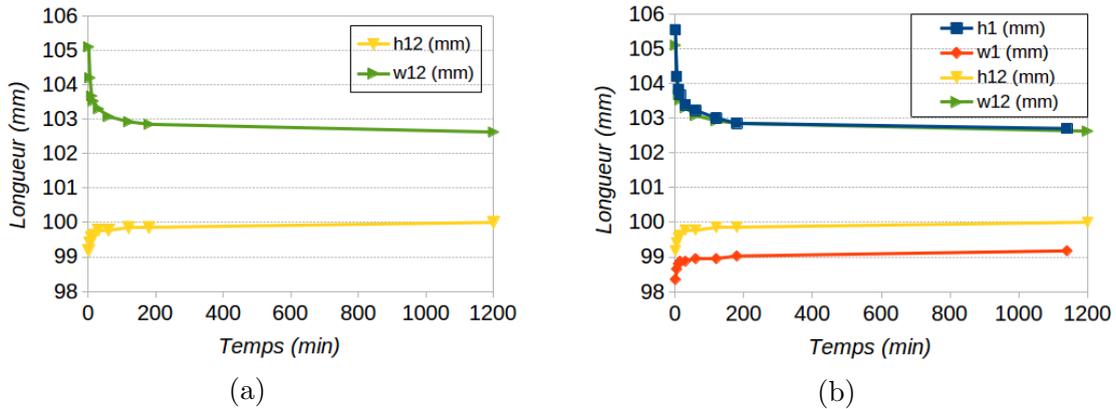


FIGURE 2.10: Évaluation de la relaxation et de l’évolution des longueurs lors du préchargement multiaxial. (a) Évolution des longueurs après préchargement. (b) Superposition des évolutions des longueurs suivant les deux précharges.

Les déformations résiduelles sont évaluées de la même manière que pour la première précharge, sur la même plaque et à partir des mêmes marquages. Pour bien permettre la distinction avec le cas précédent, l’évolution de la largeur (sens de la seconde précharge) est notée w_{12} , et celle de la longueur (sens de la première précharge) est notée h_{12} . Leurs évolutions (Figure 2.10a) sont également logarithmiques et se stabilisent au bout d’une durée similaire à la première précharge. La comparaison entre les deux précharges est complétée en traçant les données sur le même graphe (Figure 2.10b), avec les longueurs mesurées après la première précharge symbolisées par des quadrilatères et celles de la seconde précharge par des triangles. Les données obtenues pour les deux longueurs correspondant dans chaque cas à la direction de la dernière traction se superposent. Ceci suggère que la déformation rémanente ne dépend que de l’allongement matériel (par rapport à la configuration précédant tout préchargement) vu lors de la dernière traction appliquée. Par ailleurs, si l’on suppose que l’épaisseur de la plaque a diminué lors de chacune des deux précharges, l’incompressibilité du matériau pourrait justifier la différence observée entre les deux longueurs dans la direction transverse à la dernière précharge appliquée, *i.e.* h_{12} et w_1 . Ce résultat n’est néanmoins pas essentiel à notre étude et n’a pas été exploré davantage. Nous retiendrons principalement que la seconde précharge requiert également un temps de relaxation d’au moins 24 heures avant de découper des éprouvettes et de les tester, pour que les déformations rémanentes se stabilisent.

2.4.2 Précharge en compression

Pour pouvoir atteindre des niveaux de compression élevés, les compressions uniaxiales ont été effectuées sur une machine différente. Il s'agit d'un modèle Zwick et Rockwell z250 équipé de plateaux de compression. Les plaques ont été comprimées individuellement jusqu'à 205 kN en moyenne, correspondant à un déplacement de 1.5 mm environ (Figure 2.11), soit une déformation de l'ordre de -40%. Suite aux résultats sur les préchargements en traction, les plaques sollicitées en compression ont également relaxé pendant au moins 24 heures avant d'être exploitées.

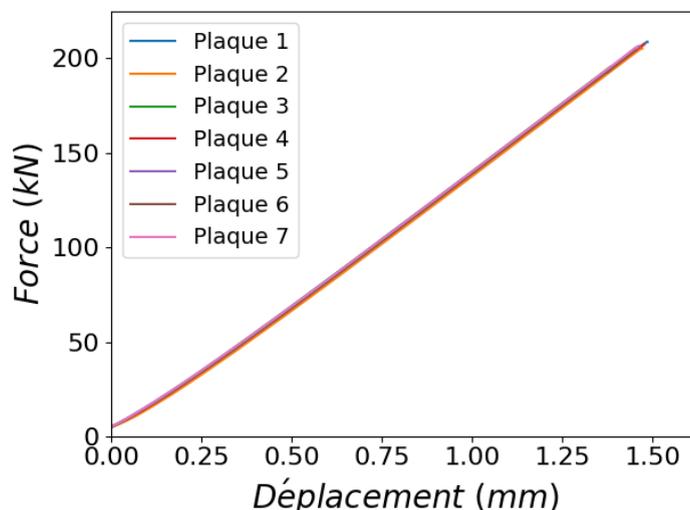


FIGURE 2.11: Courbes effort-déplacement mesurées lors de la compression des différentes plaques.

2.5 Essais de fissuration

Les deux géométries considérées pour les essais de fissuration, le SENT et l'essai de cisaillement pur, ont été présentées dans le chapitre précédent. Cette section portera sur les protocoles mis en place et sur les premières observations expérimentales. Pour faciliter la lecture, les formules données par Rivlin et Thomas (1953) sont rappelées ici, en reprenant les notations utilisées à la section 1.4.2 :

$$G_c = 2.a.K(\lambda_c).\mathcal{W}_0(\lambda_c) \quad \text{pour le SENT} \quad (2.1)$$

et

$$G_c = \mathcal{W}_0(\lambda_c).h_0 \quad \text{pour le cisaillement pur.} \quad (2.2)$$

2.5.1 Essais SENT

Protocole

Les éprouvettes SENT (Figure 1.10, chapitre 1) sont découpées dans les plaques MA à l'aide d'un emporte-pièces adapté. Les dimensions de la zone utile de l'éprouvette sont 80 mm × 30 mm × 2.4 mm (longueur L × largeur w × épaisseur t). Ces éprouvettes ont été privilégiées par rapport à des éprouvettes plus petites pour pouvoir travailler sur des entailles plus grandes.

Cela a pour but de permettre un meilleur contrôle des tailles d'entailles réalisées, ainsi qu'une meilleure observation de la propagation. Les entailles sont réalisées à la main avec une lame de rasoir, et différentes longueurs d'entailles ont été considérées. L'effet d'un rayon de fond d'entaille plus grand est décrit et étudié dans l'Annexe B, à l'aide d'entailles obtenues par découpe laser. Rappelons que selon Rivlin et Thomas (1953), les hypothèses utilisées en SENT ne s'appliquent que si la taille d'entaille a vérifie $a \leq 20\% \times w$.

En raison de la grande taille des éprouvettes, il a été constaté que l'épaisseur n'était pas toujours constante. Ainsi, nous avons considéré leurs épaisseurs moyennes obtenues à partir de dix points de mesure répartis sur la surface de l'échantillon, sondée avec un micromètre à ressort. Les autres dimensions sont constantes, la largeur étant délimitée par l'emporte-pièces et la hauteur par la distance initiale entre les mors. La mesure des longueurs d'entailles est en revanche capitale. Celles-ci ont été mesurées avec un microscope optique afin d'obtenir une bonne précision de mesure sur des longueurs pouvant être inférieures au millimètre. La longueur est mesurée systématiquement sur les deux faces opposées car les deux valeurs peuvent être différentes, et nous avons utilisé la moyenne des deux mesures.

Les essais consistent en une traction monotone à 20 mm/min jusqu'à la rupture catastrophique de l'échantillon. Le vidéoextensomètre n'est pas utilisé pour ces essais, en raison de l'éventuelle hétérogénéité du champ des déformations, mais les essais sont tout de même filmés. Dans un premier temps, les échantillons de SBR chargé ont été soumis à des précharges proportionnelles, à 250% de déformation, avant la réalisation de l'entaille, pour évacuer la majorité de l'effet Mullins durant les essais. Dans ces conditions, pour les deux matériaux, l'effet de la viscoélasticité est faible (d'après la section 2.3.1), il n'y a pas de cristallisation sous tension, ni d'expression de l'effet Mullins (sauf éventuellement en pointe de fissure). Les conditions d'essais sont alors proches des hypothèses de Rivlin et Thomas (1953).

Premières observations

Des premiers essais sont réalisés suivant la méthodologie de Rivlin et Thomas (1953), pour tenter d'évaluer si la formule (2.1) théorisée pour l'essai SENT s'applique aux matériaux étudiés. Pour chaque matériau, plusieurs essais sont effectués avec des tailles d'entailles comprises entre 0.5 mm et 20% de la largeur initiale des éprouvettes, soit 6 mm. L'effort mesuré est normalisé par la section initiale non entaillée $S_0 = w \times t$ afin d'effacer l'effet des variations d'épaisseurs entre éprouvettes. Notons que cette quantité ne peut pas être assimilée à "la contrainte" dans le matériau, bien qu'elle y soit dimensionnellement homogène, car le champ des contraintes est hétérogène en raison de l'entaille. En revanche, elle pourrait être interprétée comme la contrainte dans une région éloignée de l'entaille (par exemple proche des mors), sous condition que l'état des contraintes soit suffisamment homogène dans cette région.

Cette quantité est tracée en fonction de l'allongement L/L_0 , en Figure 2.12a pour le SBR non chargé et en Figure 2.13a pour le SBR chargé. La courbe correspondant à chaque essai est colorée suivant la taille d'entaille initiale, avec des couleurs plus claires pour des entailles plus grandes. Le point de rupture est déterminé en première approche comme le point où l'effort est maximal pendant l'essai et est représenté sur les figures par un rond plein. Les longueurs d'entailles initiales a de chaque essai sont représentées, en reprenant le code couleur précédent, en Figure 2.12b et 2.13b respectivement, où les allongements à rupture $\lambda_{rupture}$ sont tracés en fonction de ces longueurs.

Pour chaque matériau, toutes les courbes de l'effort normalisé en fonction de l'allongement

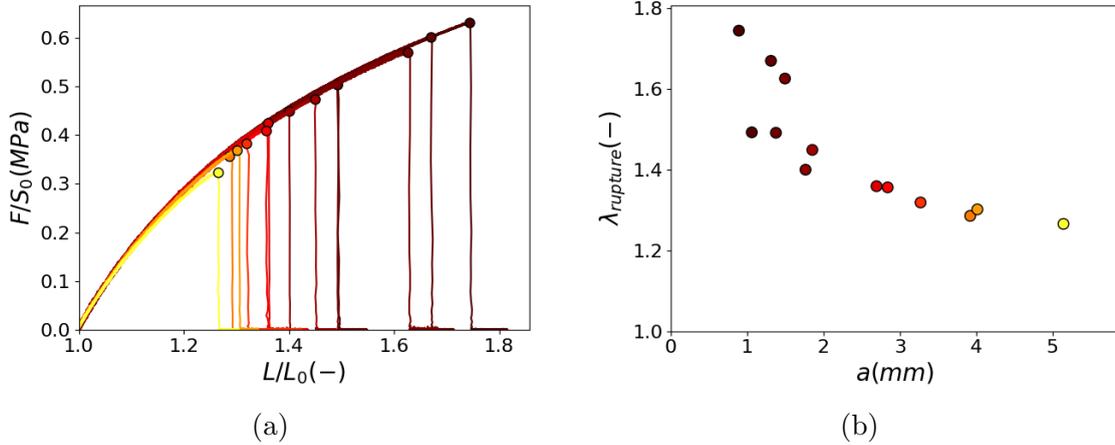


FIGURE 2.12: Résultats d'essais SENT sur SBR non chargé, avec des entailles initiales inférieures à 20% de la largeur de l'éprouvette. (a) Courbes de l'effort normalisé par la section initiale non entaillée S_0 en fonction de l'allongement. (b) Allongement à rupture en fonction de la taille d'entaille initiale.

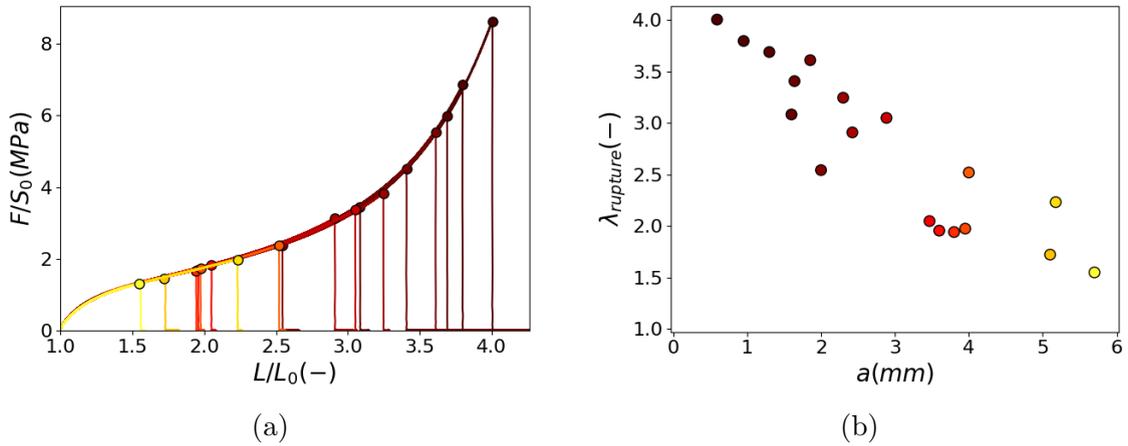


FIGURE 2.13: Résultats d'essais SENT sur SBR chargé, avec des entailles initiales inférieures à 20% de la largeur de l'éprouvette. (a) Courbes de l'effort normalisé par la section initiale non entaillée S_0 en fonction de l'allongement. (b) Allongement à rupture en fonction de la taille d'entaille initiale.

se superposent et ne montrent pas de dépendance à la longueur d'entaille initiale. Ce résultat est cohérent avec la formule théorique du SENT (2.1), qui est valable si la densité d'énergie \mathcal{W}_0 dans la zone éloignée de l'entaille est assimilée à la densité d'énergie en traction uniaxiale à la même élongation globale, s'il n'y avait pas d'entaille (voir Rivlin et Thomas, 1953). Ce constat montre néanmoins qu'une analyse de type Griffith (1921) ne peut pas être effectuée, et que la formule (2.1) n'est pas vérifiable par cette méthode, avec la précision de mesure disponible. En particulier, nous ne pouvons confirmer si la forme de la fonction $K(\lambda)$ évaluée par Greensmith (1963) sur des caoutchoucs naturels est valable sur les matériaux étudiés. La valeur du taux de restitution d'énergie critique G_c ne peut donc pas être estimée en toute confiance. Notons toutefois que les allongements à rupture présentent une dépendance à la taille d'entaille initiale.

La lecture attentive de l'étude originelle de Rivlin et Thomas (1953) montre des courbes effort-déplacement dépendant de la longueur d'entaille initiale sur des éprouvettes SENT (Figures 1 et 2 de cette référence), contrairement à nos résultats. Bien que les largeurs d'éprouvettes

ne soient pas indiquées, il est raisonnable de supposer que les éprouvettes utilisées sont plus hautes que larges. De plus, la hauteur initiale peut être en Figure 2 de l'article de Rivlin et Thomas (1953), valant 12 cm environ. Les tailles d'entailles indiquées (de 1.8 à 5.4 cm) ne respectent pas *a priori* la condition $a \leq 20\% \times w$ imposée par la suite pour l'application de (2.1).

En conséquence, nous avons également effectué des essais SENT sur des échantillons avec des grandes tailles d'entailles initiales, *i.e.* supérieures à 6 mm de long. Les données mesurées sont présentées de la même façon que pour les petites entailles initiales, dans les Figures 2.14 et 2.15 pour le SBR non chargé et le SBR chargé respectivement. Les données sont également comparées pour référence à une courbe obtenue sur un essai avec petite entaille initiale (Figures 2.14a et 2.15a). Les données des allongements à rupture $\lambda_{rupture}$ en fonction de la longueur d'entaille initiale pour les essais SENT avec grande entaille (ronds colorés) sont également comparées à celles obtenues précédemment pour des petites entailles (ronds blancs).

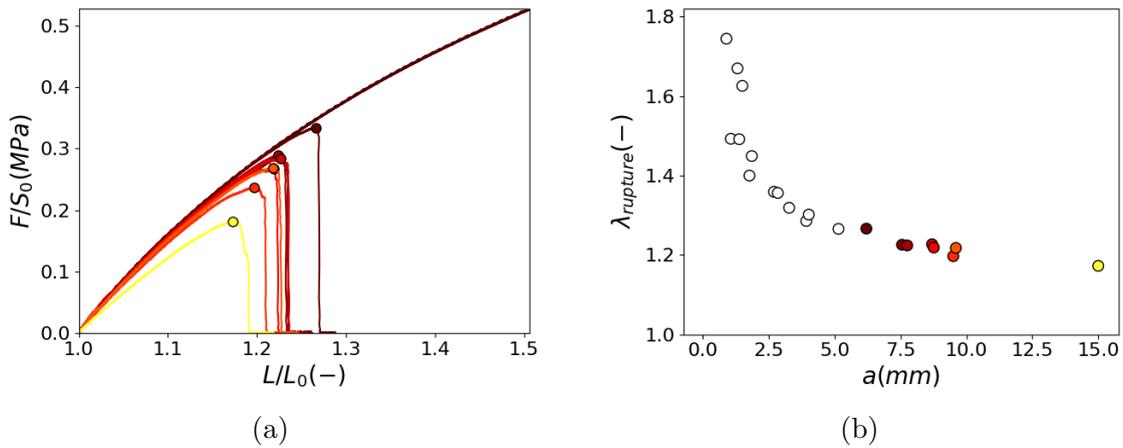


FIGURE 2.14: Résultats d'essais SENT sur SBR non chargé, avec des tailles d'entailles initiales supérieures à 20% de la largeur de l'éprouvette. (a) Courbes de l'effort normalisé par la section initiale non entaillée S_0 en fonction de l'allongement, et courbe de référence pour petite entaille initiale. (b) Allongement à rupture en fonction de la taille d'entaille initiale, grandes entailles initiales (en couleur) et petites entailles initiales (en blanc).

Lorsque de grandes entailles sont considérées, la dépendance de l'effort sur la taille d'entaille initiale est obtenue, ce qui permettrait une analyse de Griffith (1921). Notons par ailleurs que les allongements à rupture présentent une dépendance à la taille d'entaille initiale beaucoup plus faible que pour les petites entailles initiales et semblent tendre vers une valeur limite pour les entailles plus grandes que la demi-largeur d'éprouvette.

Cependant, l'observation de la fissuration des éprouvettes questionne la pertinence d'un essai avec grande entaille. Les deux matériaux présentent des phénoménologies différentes lors de la fissuration, mais des similarités sont relevées en fonction des conditions d'essais. Les faciès de fissuration obtenus pour le SBR non chargé sont présentés en Figure 2.16a, en fonction de la taille d'entaille initiale. En haut, une petite entaille initiale montre un faciès de propagation très lisse réfléchissant la lumière, évoquant une rupture fragile. En bas, le faciès est majoritairement rugueux. Pour le SBR chargé, les faciès obtenus sont similaires dans tous les cas, mais le trajet de fissuration montre une dépendance à la taille d'entaille initiale (Figure 2.16b). Pour une petite entaille initiale, à l'exception d'une légère réorientation de fissure au niveau de l'amorce, la fissuration obtenue est très droite et perpendiculaire à la direction de chargement. Les grandes entailles initiales, en revanche, produisent une rotation de fissure importante et la propagation

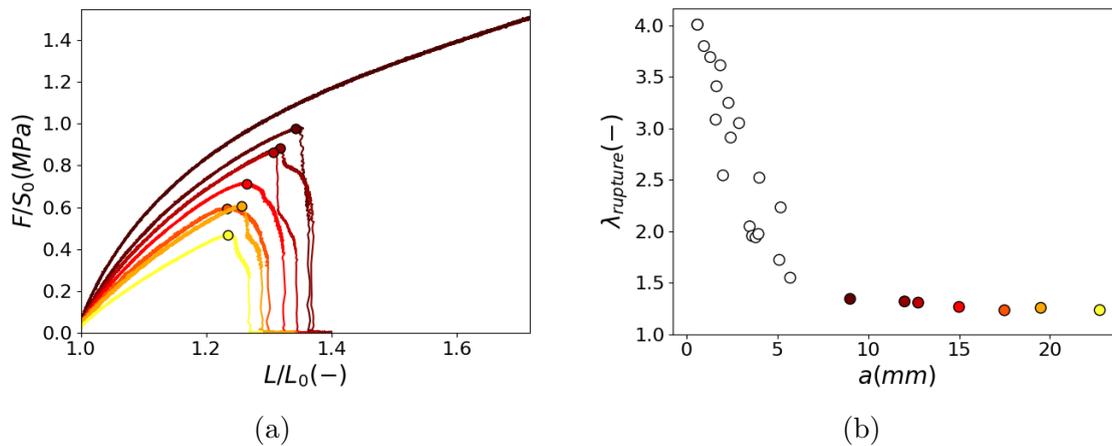


FIGURE 2.15: Résultats d'essais SENT sur SBR chargé, avec des tailles d'entailles initiales supérieures à 20% de la largeur de l'éprouvette. (a) Courbes de l'effort normalisé par la section initiale non entaillée S_0 en fonction de l'allongement, et courbe de référence pour petite entaille initiale. (b) Allongement à rupture en fonction de la taille d'entaille initiale, grandes entailles initiales (en couleur) et petites entailles initiales (en blanc).

se produit avec un angle compris entre 45° et 60° par rapport à la direction attendue. Ceci questionne le fait que la propagation se produise en mode I. Par exemple, en théorie de la rupture élastique linéaire, il est reconnu qu'un changement d'orientation de fissure est caractéristique d'un mode mixte (Gol'dstein et Salganik, 1974; Cotterell et Rice, 1980).

Ces comportements peuvent être reliés aux déformations globales des éprouvettes durant la traction. Les observations suivantes regroupent les essais sur les deux matériaux qui ont des comportements identiques. Les images des essais typiques sont montrées sur le SBR chargé (Figure 2.17). Elles illustrent le fait que lors de la traction, les essais avec une petite entaille initiale restent alignés dans la direction de traction. Des lignes blanches peintes sur l'éprouvette, initialement horizontales, restent dans cette orientation horizontalement. L'hypothèse d'un état de déformation uniaxiale loin de la fissure semble ainsi cohérent. En revanche, pour les grandes entailles, ces lignes peintes marquent des rotations importantes, indiquant une flexion de l'éprouvette. Il est alors possible que l'éprouvette soit soumise à la fois à de la traction et du cisaillement, et la fissure peut être soumise à un mode mixte.

Pour conclure sur ces premières observations sur essais SENT, une différence de comportement importante est observée suivant que la taille d'entaille initiale soit plus petite ou plus grande que 20% de la largeur de l'éprouvette environ. Lorsqu'une petite entaille initiale est considérée, suivant les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953), la validation de la formule par analyse de Griffith (1921) n'est pas possible. Pour de grandes entailles initiales, une chute d'effort en fonction de la taille d'entaille initiale est observée, mais la propagation semble se produire dans un mode mixte. L'utilisation de la formule (2.1) est donc remise en question.

2.5.2 Fissuration en cisaillement pur

Protocole

En raison de leur grande largeur, les éprouvettes de cisaillement pur sont plus difficiles à maintenir dans les mors, et la question du glissement se pose. Pour éviter celui-ci, les essais de cisaillement pur sont usuellement effectués sur des éprouvettes moulées avec des bourrelets,

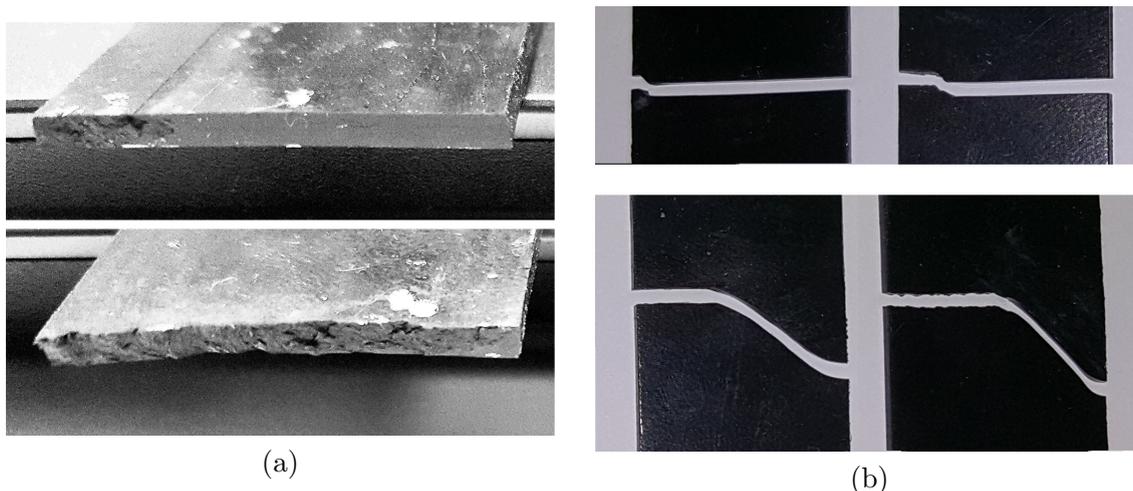


FIGURE 2.16: Comparaison des éprouvettes SENT post mortem en fonction de la taille d'entaille initiale. Toutes les pré-entailles sont situées à gauche. (a) SBR non chargé. Faciès lisse pour petite entaille initiale (haut) et faciès rugueux pour grande entaille initiale (bas). (b) SBR chargé. Rupture droite pour petite entaille initiale (haut) et rotation de fissure pour grande entaille initiale (bas).

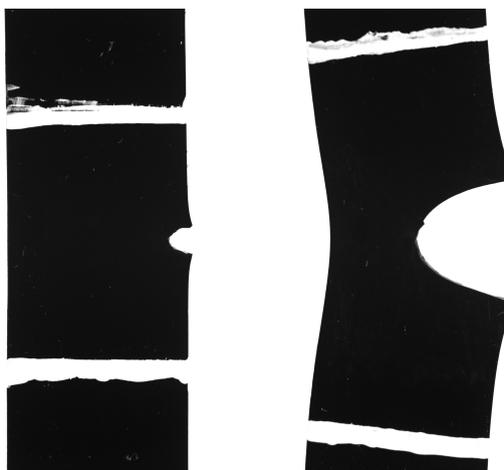


FIGURE 2.17: Déformation macroscopique des essais SENT sur le SBR chargé lors de la traction, prises au même allongement global $\lambda = 1.29$. L'éprouvette reste droite pour une petite entaille initiale (gauche). L'éprouvette fléchit pour une grande entaille initiale (droite).

permettant un maintien dans des mors adaptés (Mzabi, 2010; Rublon, 2013; Corre, 2018). Ces éprouvettes ne permettent pas d'effectuer facilement des précharges autrement qu'en traction proportionnelle.

Les éprouvettes de cisaillement pur ont donc été découpées à partir des plaques MA, permettant d'imposer différents types de préchargements décrits dans la section 2.4. Les dimensions utilisées pour la majorité des éprouvettes sont environ $20 \text{ mm} \times 145 \text{ mm} \times 2.4 \text{ mm}$ (hauteur $h_0 \times$ largeur $w \times$ épaisseur t). La largeur d'éprouvette correspond en réalité à la largeur de la plaque MA et dépend donc du sens de découpe (142 ou 147 mm), les plaques étant légèrement rectangulaires. L'effet de la taille des éprouvette est évalué dans le Chapitre 4, section 4.2.3. Les dimensions utilisées y seront décrites, mais le protocole sera inchangé par ailleurs. Les entailles initiales sont réalisées manuellement avec une lame de rasoir. Les longueurs d'entailles sont me-

surées au réglet car une bonne précision n'est pas requise contrairement au SENT. En effet, d'une part les entailles considérées sont plus grandes en raison de la grande largeur de l'éprouvette, et d'autre part la formule (2.2) ne fait pas intervenir la taille d'entaille dans l'évaluation de G_c .

Un glissement des éprouvettes a été relevé au niveau des bords libres pour le SBR chargé (Figure 2.18) lors d'un essai de cisaillement pur dans les mors pneumatiques. Ceci s'explique pour les mêmes raisons que lors du préchargement d'une plaque entière (voir section 2.4) et la même solution a été appliquée : des presses mécaniques sont ajoutées pour homogénéiser la pression sur les plaquettes, suite à quoi le glissement n'est plus. Les essais sur SBR non chargé n'ont pas montré de glissement en raison d'une rigidité du matériau plus faible, l'ajout de presses n'est donc pas nécessaire.

Les épaisseurs des éprouvettes sont évaluées de la même façon que pour les essais SENT, en réalisant la moyenne de dix mesures réparties le long de chaque éprouvette, avec un micromètre à ressort. La hauteur est imposée par la distance initiale entre les mors de la machine. En raison du serrage puissant nécessaire pour prévenir le glissement, l'éprouvette flambe lorsque les mors sont serrés. Les mors sont alors déplacés jusqu'à revenir à effort nul, mais des phénomènes viscoélastiques provoquent une dérive de l'effort mesuré. Chaque échantillon est donc laissé à fluer dans les mors serrés pendant 15 minutes, tout en imposant une consigne à effort nul. Après ce temps d'attente, le déplacement correspondant à l'effort nul est stable et la nouvelle distance entre les mors, de l'ordre de 24 mm en moyenne, est prise pour actualiser la hauteur initiale h_0 de l'éprouvette. L'essai est alors lancé. Il s'agit d'une traction monotone à rupture, à vitesse imposée de 5 mm/min. Cette vitesse a été choisie pour imposer un taux de déformation global proche de celui des essais SENT. De même que pour les essais SENT, les essais de cisaillement pur sont filmés sans effectuer de vidéoextensométrie.

Pour valider notre protocole de serrage, les résultats d'essais sur éprouvettes découpées dans les plaques MA ont été comparées à ceux obtenus sur des éprouvettes usuelles, avec bourrelets, testées au sein du centre de recherche Michelin. La comparaison des réponses contrainte nominale en fonction de l'allongement est présentée en Figure 2.18, sur des éprouvettes de cisaillement pure non entaillées. La bonne correspondance valide le protocole.

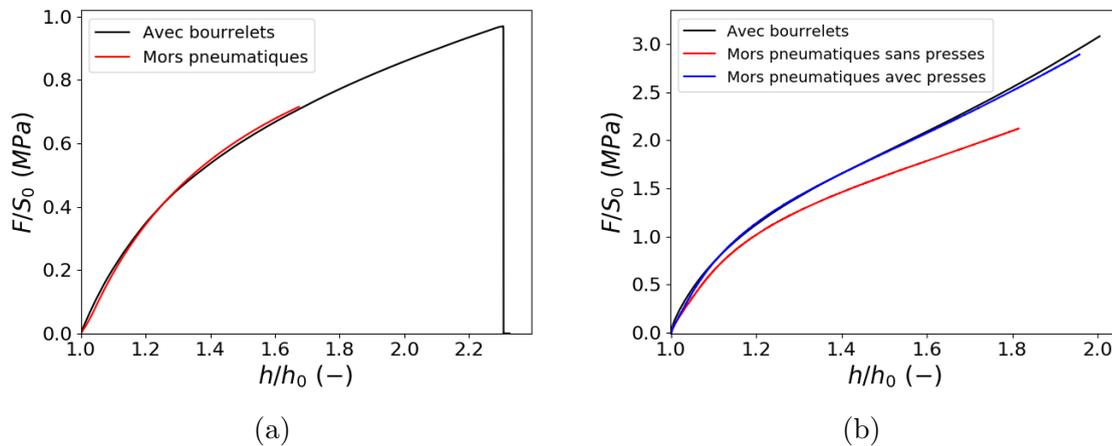


FIGURE 2.18: Comparaison de la réponse en contrainte nominale en fonction de l'allongement selon le serrage utilisé. (a) SBR non chargé. (b) SBR chargé.

Observations

Des essais de fissuration en cisaillement pur ont été réalisés sur le SBR non chargé avec des tailles d'entaille variables pour tenter de vérifier la formule (2.2) donnée par Rivlin et Thomas (1953). Les longueurs d'entailles sont comprises entre 20 mm et 70 mm.

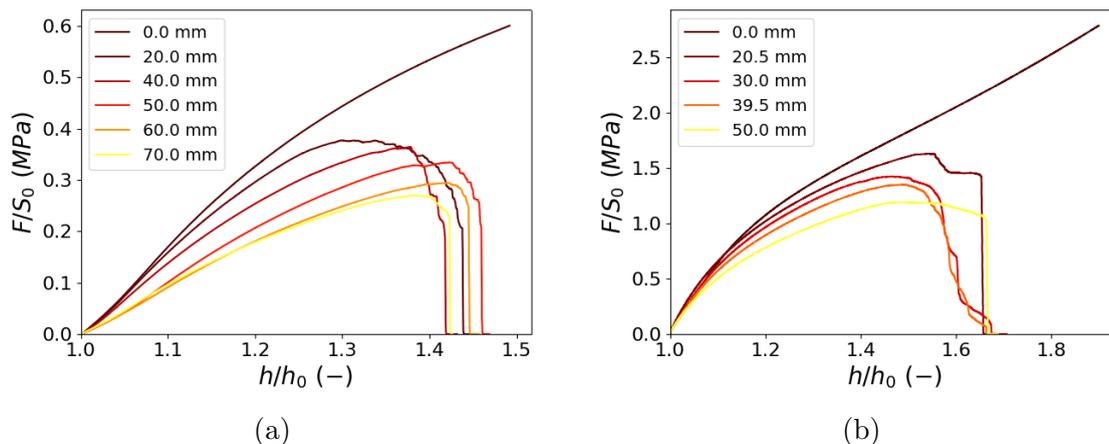


FIGURE 2.19: Effort normalisé par la section initiale sans entaille S_0 en fonction de l'allongement global, lors d'essais de fissuration en cisaillement pur. La légende indique les tailles d'entailles initiales. (a) SBR non chargé. (b) SBR chargé.

Les réponses obtenues (Figure 2.19a) montrent une dépendance claire de l'effort mesuré sur la longueur d'entaille initiale. Une analyse de Griffith (1921) est donc applicable contrairement aux essais SENT et sera effectuée dans le chapitre 4. En revanche, ces essais montrent un phénomène de fissuration progressive : la propagation démarre lentement à un allongement global de l'ordre de 1.25, et semble accélérer jusqu'à la rupture totale de l'échantillon, fournissant un aspect arrondi aux courbes de fissuration. Ceci soulève la question du choix de l'allongement à rupture critique pour ces essais. Notons que le faciès de rupture (Figure 2.20), observé dans le sens de la propagation, montre d'abord des surfaces rugueuses sur quelques centimètres suivant la pré-entaille, semblables à celles obtenues en SENT pour de grandes entailles initiales (Figure 2.16a en bas). Ces faciès sont suivis par des faciès lisses identiques à ceux obtenus en SENT avec de petites entailles (Figure 2.16a en haut). De plus, les faciès lisses sont obtenus lors de la rupture finale du matériau, visible en Figure 2.19a par une chute verticale instantanée de l'effort. L'allongement global au moment de la transition entre les deux types de faciès peut donc être éventuellement proposé comme candidat pour l'allongement à rupture critique.



FIGURE 2.20: Faciès de rupture d'une éprouvette de cisaillement pur de SBR non chargé. De droite à gauche : entaille initiale (vert), faciès rugueux (jaune), faciès lisse (rouge).

Des essais de cisaillement pur effectués sur le SBR chargé montrent un comportement semblable, comme illustré Figure 2.19b avec des longueurs d'entailles comprises entre 20 mm et 50 mm. À noter que ces essais ont été effectués sur le matériau vierge, sans aucun préchargement,

donc en présence d'un effet Mullins.

Comme pour le premier matériau, la taille d'entaille initiale influe directement sur l'effort mesuré. On observe aussi une fissuration progressive du matériau, qui paraît accélérer avec l'allongement global jusqu'à la rupture totale de l'échantillon. Les essais SENT ont montré une correspondance entre faciès rugueux pour le matériau non chargé, et rotation de fissure pour le SBR chargé, ces phénomènes étant observés lorsque les conditions d'essai sont identiques. En cisaillement pur, malgré la présence de faciès rugueux suite à la propagation dans le non chargé, des rotations de fissures aussi sévères qu'en SENT ne sont pas observées. Notons toutefois que les trajectoires de fissuration peuvent présenter des déviations en s'écartant du centre de l'éprouvette. D'autres en revanche montrent une fissuration très droite. L'absence de variation de rugosité du faciès de rupture, combiné à la fissuration progressive, rend la question du choix de l'allongement à rupture encore plus ardue que pour l'autre matériau.

2.6 Conclusion

Dans cette section, nous présentons les matériaux et les méthodes expérimentales utiles à l'évaluation de leurs propriétés mécaniques et de fissuration, en vue d'étudier l'impact d'un adoucissement par effet Mullins. Les matériaux étudiés sont décrits : il s'agit de deux vulcanisés réalisés à partir de la même gomme de SBR. L'un ne comporte pas de charges renforçantes et ne montre pas d'effet Mullins, tandis que l'autre est chargé au noir de carbone et exhibe un effet Mullins prononcé. Les protocoles utiles à notre étude ont été présentés. D'une part, des protocoles sont mis en place pour assurer des préchargements en compression, en traction uniaxiale et en traction multiaxiale. D'autre part, les protocoles utilisés pour évaluer la propagation de fissure ont été présentés, et des observations préliminaires ont été exposées. Celles-ci soulèvent plusieurs questions quant à la quantification de la propagation de fissures dans les matériaux étudiés.

Le prochain chapitre portera sur les méthodes d'analyse d'images employées pour vérifier les hypothèses qui sont postulées, permettant de répondre à certaines interrogations qui se posent sur la propagation de fissures.

Chapitre 3

Mesures locales des déplacements et déformations

Les protocoles employés pour quantifier la propagation de fissures ont été présentés dans le chapitre précédent. Les méthodes énergétiques proposées par Rivlin et Thomas (1953) pour évaluer un taux de restitution d'énergie présentent l'avantage de ne pas avoir à connaître l'état complexe des déformations locales en pointe de fissure. Cependant, les bilans énergétique sont établis grâce à des hypothèses fortes sur l'état des déformations pour des géométries spécifiques. Aujourd'hui, les méthodes d'observation et d'analyse permettent l'obtention des champs de déformation locaux affectés par la présence d'une fissure. Les hypothèses théoriques peuvent donc être confrontées à la réalité expérimentale.

Table des matières

3.1	Suivi des déplacements par une méthode de <i>tracking</i>	65
3.2	Calcul du tenseur gradient de la transformation en utilisant des éléments de Lagrange	68
3.2.1	Rappel de la théorie : élément triangulaire 2D d'ordre 1	68
3.2.2	Stratégie d'obtention du champ de \mathbf{F} à partir de données expérimentales . .	70
3.3	Obtention des déformations à partir des formes des taches	72
3.4	Comparaison des deux méthodes	73
3.4.1	Comparaison des champs obtenus	73
3.4.2	Comparaison des orientations locales	76
3.4.3	Méthode retenue	78
3.4.4	Précision de la mesure	78
3.5	Validation des hypothèses de Rivlin et Thomas	80
3.5.1	Hypothèses SENT	80
3.5.2	Hypothèses de la fissuration en cisaillement pur	86
3.6	Autres applications	88
3.6.1	Observations supplémentaires sur les essais de cisaillement pur	88
3.6.2	Déformation des images à partir du champ des déplacements	90
3.6.3	Qualité du protocole de préchargement des plaques MA	92
3.7	Conclusion	95

3.1 Suivi des déplacements par une méthode de *tracking*

Les calculs de G_c proposés par Rivlin et Thomas (1953) sont particulièrement utiles car ils permettent de s'affranchir d'une analyse des champs de déformation complexes en pointe d'entaille. Cela était particulièrement justifié au moment de ces travaux, alors que les moyens expérimentaux ne permettaient pas cette analyse locale. Aujourd'hui, une telle analyse est possible avec les moyens de mesure modernes. Nous allons donc mettre au point une stratégie permettant de quantifier les déformations hétérogènes locales, ce qui permettra entre autres d'examiner les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953) pour les différentes géométries d'éprouvettes.

De nos jours, la technique la plus communément utilisée pour évaluer les champs des déplacements est la corrélation d'images numériques (CIN) (Sutton et al., 2000; Pan et al., 2009, parmi d'autres). Cette méthode peut être étendue au cas des grandes déformations, mais doit être adaptée par l'utilisation d'algorithmes corrigeant la distorsion des éléments de corrélation (Franck et al., 2007), ou bien la réactualisation de l'image de référence (Witz et al., 2017) qui peut entraîner une incertitude dans le résultat en raison de configurations initiales et déformées potentiellement très différentes. Une seconde méthode, dite méthode de "*tracking*", propose d'effectuer le suivi de marqueurs visuels pour connaître la position précise de certains points matériels spécifiques (Hall et al., 2012; Liu et Long, 2015). Nous adoptons une telle méthode, pour laquelle l'information des déplacements est connue avec certitude et avec une bonne précision, de l'ordre de la résolution de l'appareil de mesure.

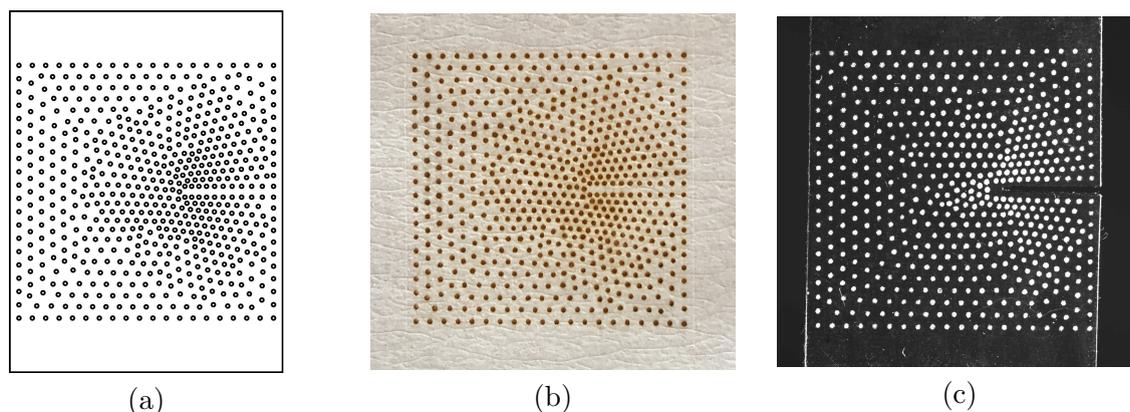


FIGURE 3.1: Exemple de pochoir utilisé pour les échantillons SENT, prenant en compte la présence d'une grande entaille. (a) Patron du pochoir conçu numériquement. (b) Photographie du pochoir découpé. (c) Photographie de l'éprouvette sur laquelle les taches ont été réalisées avec ce pochoir.

Les marqueurs visuels utilisés sont des taches d'encre à pigments, qui sont imprimées sur la surface des éprouvettes à l'aide d'un système de pochoirs. Ceux-ci sont réalisés à l'aide d'une machine de découpe laser, permettant de contrôler les tailles et les densités des taches réalisées. Un exemple de pochoir, avec une densité de taches plus importante en pointe d'entaille, est donné en Figure 3.1. Le patron du pochoir est réalisé numériquement (Figure 3.1a), permettant de choisir la taille des taches et leur disposition. Un gradient peut par exemple être appliqué afin d'obtenir une mesure plus précise en pointe d'entaille, où se situeront les déformations les plus grandes. Pour les essais SENT, nous choisissons une densité variant de 0.5 tache/mm² aux bords à 1.5 taches/mm² en pointe d'entaille. Par ailleurs, les méthodes utilisées ne nécessiteront pas d'avoir une disposition aléatoire des taches, et des grilles régulières peuvent également être utilisées. Cela sera le cas pour les essais en cisaillement pur (Figure 3.2), pour lesquels une

variation de densité des taches a peu d'intérêt. En effet, leur faible hauteur permet difficilement de réaliser un gradient dans cette direction, et la pointe de fissure se déplace de manière importante durant l'essai, rendant un gradient dans le sens de la largeur caduc lorsque la fissure se propage. Les taches réalisées font 0.75 mm de diamètre, et la densité est de 0.6 tache/mm².



FIGURE 3.2: Réalisation des marqueurs visuels sur éprouvette de cisaillement pur. Pochoir utilisé (haut) et éprouvette marquée (bas).

Pour mesurer les déplacements des marqueurs, nous utilisons un algorithme de *tracking* qui suit la position de chaque tache indépendamment. Une étape d'initialisation est effectuée pour repérer l'ensemble des taches sur l'image de référence, *i.e.* l'image de l'échantillon non déformé. Pour cela, l'image est binarisée par la méthode d'Otsu à l'aide du module `scikit-image` de Python (van der Walt et al., 2014). Ensuite, en utilisant le même module, les taches sont détectées et leurs propriétés géométriques sont obtenues *via* les fonctions `label` et `regionprops` respectivement¹. Cette procédure revient à approximer chaque tache par une ellipse, et nous nous intéresserons en particulier à la position de son barycentre. Cette procédure est illustrée sur une éprouvette SENT avec grande entaille en Figure 3.3.

Une fois l'étape d'initialisation réalisée, l'algorithme itère sur chaque image. Chaque tache est recherchée dans un certain rayon de recherche autour de la position de son barycentre sur l'image précédente. Notons que ce rayon est identique pour chaque tache et pour chaque image, et correspond à un paramètre d'entrée de l'algorithme. En utilisant cette méthode, les positions successives de chaque tache sont suivies au cours du temps, et ce indépendamment pour chacune d'entre elles. Les déplacements sont alors obtenus simplement en comparant la position à chaque instant avec la position initiale de la tache.

Cet algorithme simple permet de suivre avec certitude les positions des taches à condition qu'elles soient suffisamment espacées et qu'entre deux images les déplacements soient inférieurs à l'espacement entre les taches. De ce fait, l'algorithme fonctionne correctement lorsque, pour une vitesse de déplacement des taches donnée, la fréquence d'acquisition des images est suffisamment importante. En particulier, pour une certaine fréquence d'acquisition choisie, l'algorithme de

1. voir https://scikit-image.org/docs/dev/auto_examples/segmentation/plot_regionprops.html

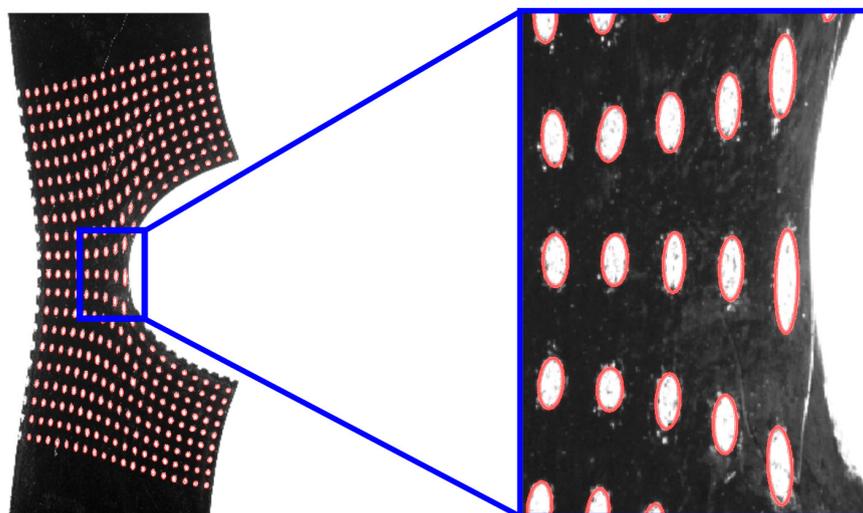


FIGURE 3.3: Détection des taches initialement rondes sur éprouvette SENT avec grande entaille sous tension. Les ellipses approchant chacune des taches déformées sont représentées en rouge.

tracking ne parviendra plus à bien suivre les taches si la fissure se propage trop rapidement.

Une fois l'ensemble des déplacements obtenus à chaque instant, nous n'avons plus besoin du lien temporel entre les différentes images et l'on peut choisir de s'intéresser à une image particulière correspondante à un instant τ_0 . L'information des déplacements obtenue est discrète et doit être interpolée pour obtenir un champ sur l'éprouvette complète. Pour obtenir les champs des déformations, une première approche serait par exemple d'effectuer une interpolation bilinéaire pour avoir le champ des déplacements, puis de calculer le gradient de ce champ par un schéma de différences finies. Une telle approche pose deux problèmes. Premièrement, s'il y a un bruit sur la mesure des déplacements des marqueurs, ce bruit sera extrapolé puis dérivé. Ceci a pour effet de l'amplifier, le bruit de mesure étant une information haute fréquence. Le rapport signal sur bruit du champ des déformations calculé sera donc dégradé. Deuxièmement, cette procédure ne tient pas compte d'éventuelles discontinuités, tel que la présence d'une entaille. Des artefacts seront alors obtenus à proximité de la discontinuité à cause de la méthode utilisée. Pour obtenir les champs des déformations sur une éprouvette entaillée, Qi et al. (2019) ont récemment proposé une interpolation *via* une méthode de "moindres carrés mobiles" (*moving least squares*), permettant d'interpoler un champ des déplacements suffisamment lisse pour être dérivé et obtenir les champs des déformations sans bruit de mesure.

Nous optons pour une stratégie différente, consistant à inverser les opérations d'interpolation et de dérivation : nous cherchons d'abord à connaître les déformations en chaque point de mesure, puis à interpoler cette information discrète à l'intérieur du contour formé par l'ensemble des points. Cette méthode permet à la fois d'éviter de dériver le bruit de mesure et de prendre en compte la présence d'une entaille, en évitant d'interpoler à travers la discontinuité matérielle. Notons qu'une telle dérivation discrète a été employée par Corre (2018) et se rapproche de la méthode proposée par Caimmi et al. (2015), dans les deux cas sur des données expérimentales issues de corrélation d'images. Nous avons considéré deux méthodes pour obtenir les déformations discrètes. Elles sont présentées successivement dans les sections 3.2 et 3.3, puis comparées dans la section 3.4.

3.2 Calcul du tenseur gradient de la transformation en utilisant des éléments de Lagrange

Afin d'estimer le tenseur gradient de la transformation \mathbf{F} en chaque point de mesure, nous avons adopté une approche reposant sur la théorie des éléments finis. Nous rappelons dans un premier temps la théorie permettant de calculer la déformation sur un élément à partir de ses déplacements nodaux. Puis, nous expliquerons la démarche globale permettant d'obtenir \mathbf{F} en chacun des points de mesure expérimentaux.

3.2.1 Rappel de la théorie : élément triangulaire 2D d'ordre 1

Nous considérons un élément triangulaire défini par ses trois sommets, aussi appelés "nœuds". Seuls les déplacements dans le plan sont considérés, fournissant deux degrés de liberté par nœud, soit six degrés de liberté au total. La Figure 3.4a représente l'élément considéré, dont les sommets se trouvent aux coordonnées (x_i, y_i) avec $i \in [1, 3]$. Les déplacements correspondants aux différents degrés de liberté sont notés q_i , $i \in [1, 6]$, peuvent être regroupés sous la forme d'un vecteur que l'on notera \mathbf{q} .

Soit M un point quelconque à l'intérieur du triangle, de coordonnées (x, y) . Nous noterons (u, v) le vecteur des déplacements de M lorsque les nœuds du triangle sont déplacés. Les coordonnées de M peuvent s'exprimer à partir des positions des sommets comme :

$$\begin{aligned} x &= N_1 x_1 + N_2 x_2 + N_3 x_3, \\ y &= N_1 y_1 + N_2 y_2 + N_3 y_3, \end{aligned} \quad (3.1)$$

où l'on introduit N_1 , N_2 et N_3 les fonctions de forme de l'élément, choisies ici comme des polynômes de Lagrange de degré 1. Ces fonctions d'interpolation dépendent de (x, y) et vérifient $N_i = 1$ si $(x, y) = (x_i, y_i)$ et $N_j = 0$ pour $j \neq i$.

Le problème peut être simplifié en considérant un élément triangulaire de référence représenté en Figure 3.4b, dont les sommets sont de coordonnées $(1,0)$, $(0,1)$ et $(0,0)$. Chaque élément triangulaire peut être projeté sur l'élément de référence par un changement de variables $(x, y) \rightarrow (\xi, \eta)$. Dans le nouveau repère, les fonctions de forme s'expriment de manière simple :

$$N_1 = \xi, \quad N_2 = \eta, \quad N_3 = 1 - \xi - \eta, \quad (3.2)$$

d'où

$$\begin{aligned} x &= (x_1 - x_3)\xi + (x_2 - x_3)\eta + x_3, \\ y &= (y_1 - y_3)\xi + (y_2 - y_3)\eta + y_3. \end{aligned} \quad (3.3)$$

Il s'ensuit directement que

$$\begin{aligned} u &= (q_1 - q_5)\xi + (q_3 - q_5)\eta + q_5, \\ v &= (q_2 - q_6)\xi + (q_4 - q_6)\eta + q_6. \end{aligned} \quad (3.4)$$

Le changement de variables introduit la matrice Jacobienne :

$$\mathbf{J} = \begin{pmatrix} \frac{\partial x}{\partial \xi} & \frac{\partial y}{\partial \xi} \\ \frac{\partial x}{\partial \eta} & \frac{\partial y}{\partial \eta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_{13} & y_{13} \\ x_{23} & y_{23} \end{pmatrix}, \quad (3.5)$$

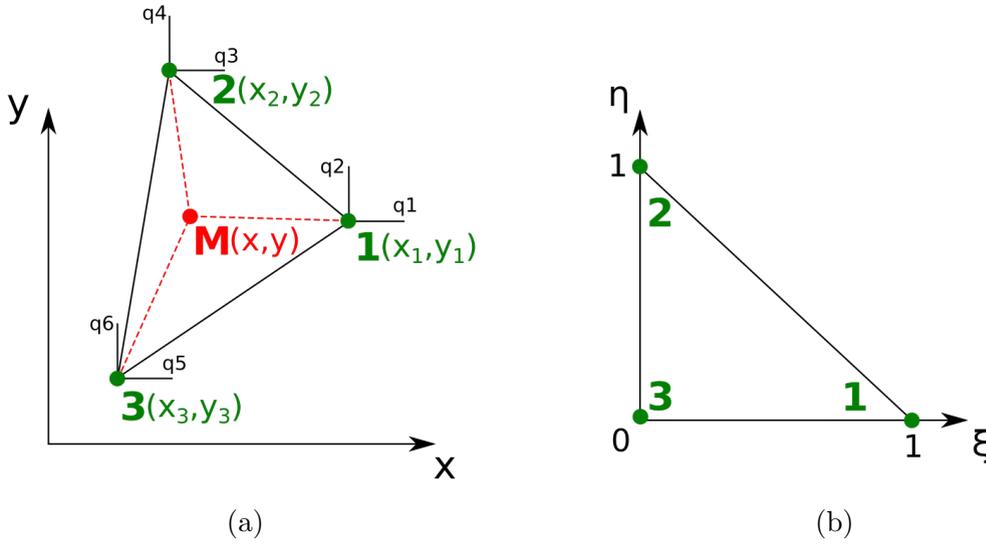


FIGURE 3.4: Représentation de l'élément triangulaire considéré. (a) Élément réel dans le repère spatial (x,y) , les degrés de libertés q_i sont représentés aux nœuds correspondants. (b) Élément de référence dans la base réduite (ξ,η) .

en adoptant les notations simplifiées $x_{ij} = x_i - x_j$ et $y_{ij} = y_i - y_j$. En pratique, nous utiliserons son inverse \mathbf{J}^{-1} pour obtenir les dérivées dans le repère initial à partir de celles dans le repère de référence *via* la relation :

$$\begin{Bmatrix} \frac{\partial \cdot}{\partial x} \\ \frac{\partial \cdot}{\partial y} \end{Bmatrix} = \mathbf{J}^{-1} \begin{Bmatrix} \frac{\partial \cdot}{\partial \xi} \\ \frac{\partial \cdot}{\partial \eta} \end{Bmatrix}. \quad (3.6)$$

Notons de plus que l'aire A de l'élément triangulaire considéré est donnée par $A = 1/2 |\det(\mathbf{J})|$. Nous cherchons par la suite à déterminer les déformations dans le plan :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \{\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{12}, \varepsilon_{21}\} = \left\{ \frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial x} \right\}. \quad (3.7)$$

Souvent, les deux derniers termes sont sommés pour obtenir un terme de déformations en cisaillement, valide en petites déformations. Nous prenons soin de les séparer ici pour pouvoir exprimer par la suite toutes les composantes de \mathbf{F} qui n'est pas nécessairement symétrique. Pour déterminer $\boldsymbol{\varepsilon}$, la relation (3.6) est appliquée à u et v . En notant dans (3.4) que les dérivées partielles de u et v par rapport à ξ et η ne dépendent que des déplacements q_i , le problème peut s'écrire, après un calcul que nous ne détaillerons pas, sous la forme d'un système matriciel :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{B}\mathbf{q}, \quad (3.8)$$

où \mathbf{B} est une matrice, dépendant uniquement des coordonnées nodales, donnée par :

$$\mathbf{B} = \frac{1}{\det(\mathbf{J})} \begin{pmatrix} y_{23} & 0 & y_{31} & 0 & y_{12} & 0 \\ 0 & x_{32} & 0 & x_{13} & 0 & x_{21} \\ x_{32} & 0 & x_{13} & 0 & x_{21} & 0 \\ 0 & y_{23} & 0 & y_{31} & 0 & y_{12} \end{pmatrix}. \quad (3.9)$$

L'équation (3.8) est la relation recherchée, permettant d'exprimer les déformations dans l'élément à partir des déplacements nodaux. Les déformations obtenues sont constantes sur chaque élément, dû à l'utilisation d'éléments finis d'ordre 1.

3.2.2 Stratégie d'obtention du champ de \mathbf{F} à partir de données expérimentales

Nous présentons désormais la méthode générale adoptée pour obtenir les champs des déformations, sous la forme du tenseur \mathbf{F} , à un instant choisi τ_0 . Nous présentons les résultats obtenus sur une éprouvette modèle SENT avec grande entaille initiale, qui présente un mélange complexe de grandes déformations et grandes rotations. L'entaille est réalisée par découpe laser permettant une symétrie idéale de l'entaille, ce protocole sera détaillé en Annexe B.

La méthode de *tracking* développée dans la section 3.1 fournit à tout instant en chaque point de mesure l'information du déplacement de chaque point suivi. Une fois le *tracking* réalisé, nous effectuons un calcul direct sur les déplacements à τ_0 , sans passer par les instants intermédiaires. Nous fixons également la configuration d'étude, lagrangienne ou eulérienne, les champs pouvant être interpolés dans l'une ou l'autre configuration. Les déformations sont mesurées en chaque point de mesure de manière indépendante.

Une première structure de maillage est obtenue en effectuant une triangulation de Delaunay sur l'ensemble des points de mesure (*via* le module Scipy de Python, Jones et al., 2001), cependant celle-ci ne permet pas de prendre en compte la présence de l'entaille. Ceci est illustré en Figure 3.5a pour l'échantillon considéré. En effet, des éléments triangulaires sont générés entre les deux surfaces libres, car l'algorithme de triangulation utilisé peut uniquement déterminer l'enveloppe convexe de l'ensemble des points. De tels éléments doivent être éliminés, sans quoi des déformations fictives seront calculées dans ces éléments et induiront des artefacts dans les champs de déformation.

Pour intégrer la forme de l'entaille dans notre maillage, nous devons trouver "l'enveloppe concave" ou "forme *alpha*" de notre ensemble de points, qui approche au mieux le contour de l'ensemble de points. Cette dernière notion étant subjective, la forme *alpha* d'un ensemble de points n'a pas de définition unique et dépend du "degré de concavité" que nous nous autorisons (Edelsbrunner et al., 1983). Nous calculons la forme *alpha* de l'ensemble considéré *via* le code Python développé par Dwyer (2014)². Le principe consiste à fixer une valeur seuil α bien choisie, puis à comparer la taille de chaque élément triangulaire du maillage à $1/\alpha$. Les éléments trop grands sont alors éliminés du maillage. La taille de chaque triangle est quantifiée par le rayon de son cercle circonscrit, qui est exprimé par la loi des sinus. Le choix de la valeur α est non trivial, car une valeur choisie trop faible laissera des éléments indésirables dans le maillage, et une valeur trop large supprimera des éléments à conserver du maillage. De plus, cette valeur dépend de la distance moyenne entre les taches, qui elle-même dépend de la densité initiale du motif, de la configuration choisie, ainsi que du niveau des déformations atteintes dans la configuration eulérienne. Comme l'unité de longueur utilisée est le pixel, il y a aussi une dépendance à la résolution de l'image. À titre d'exemple, pour les essais de fissuration en cisaillement pur, les valeurs de $\alpha = 0.03$ et $\alpha = 0.08$ se sont révélées satisfaisantes pour la majorité des essais traités, pour la configuration eulérienne et lagrangienne respectivement. Notons que ces valeurs sont considérées pour des distances initiales entre taches voisines de l'ordre de 15 pixels, et

2. Le lecteur intéressé est invité à consulter cette référence en ligne, qui présente clairement et explique les problématiques liées aux formes *alpha*, en plus de fournir l'implémentation d'un algorithme permettant de les déterminer.

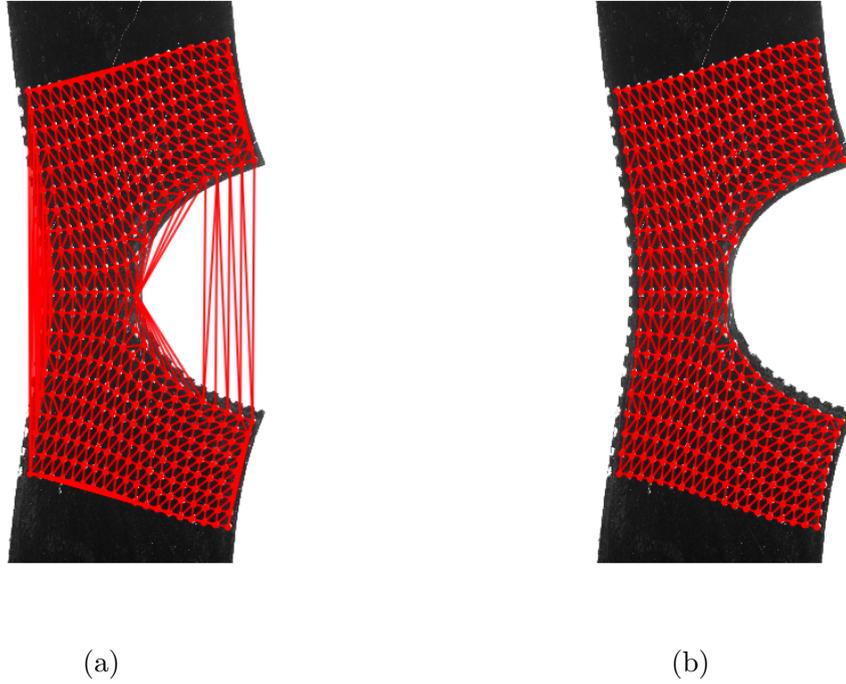


FIGURE 3.5: Illustration du maillage obtenu sur la même éprouvette qu'en Figure 3.3. (a) Triangulation de Delaunay. (b) Forme *alpha* obtenue pour $\alpha=0.01$.

l'état déformé est choisi à un allongement global $\lambda = 1.6$ environ. La forme *alpha* obtenue pour l'échantillon considéré, avec un choix convenable de α , est représentée en Figure 3.5b.

Le maillage final s'exprime sous la forme d'une table des connectivités, qui associe à chaque élément ses trois nœuds parmi l'ensemble des points. Les déformations sont calculées en chaque élément par (3.8) en parcourant la table des connectivités. Comme nous avons pu le signaler, cette méthode conduit à une unique valeur de la déformation en chaque élément. Pour en déduire les déformations aux nœuds, la table des connectivités inverse, qui donne pour chaque nœud du maillage l'ensemble des éléments auquel il appartient, est établie. Ensuite, cette table est parcourue pour estimer la déformation en chaque nœud. Cette dernière est obtenue à partir des déformations sur tous les éléments auquel le nœud appartient, comme la moyenne pondérée par l'aire de chaque élément. Nous obtenons alors en chaque nœud du maillage l'expression des composantes de \mathbf{F} dans le plan, en notant $\hat{\mathbf{F}}$ le tenseur réduit aux deux dimensions correspondantes :

$$\hat{\mathbf{F}} = (F_{ij})_{i,j \in [1,2]} = (\delta_{ij} + \varepsilon_{ij})_{i,j \in [1,2]}. \quad (3.10)$$

Le tenseur complet \mathbf{F} est déduit de $\hat{\mathbf{F}}$ en faisant intervenir les hypothèses suivantes :

- L'hypothèse de contraintes planes, justifiée par l'épaisseur faible des échantillons comparée à leurs autres dimensions. Cette hypothèse entraîne la nullité des termes F_{13} , F_{23} , F_{31} et F_{32} . Dans le contexte de l'hyperélasticité, ce résultat n'est pourtant pas explicite, cependant cette hypothèse est généralement adoptée et justifiée par la symétrie des déformations dans le sens de l'épaisseur (Adkins et al., 1954; Wong, 1969; Tarantino, 1996; Pascon, 2019)
- L'hypothèse d'incompressibilité donne alors $J = \det(\mathbf{F}) = 1$ d'où $F_{33} = \left(\det(\hat{\mathbf{F}})\right)^{-1}$.

Enfin, l'information discrète, obtenue en chaque point de mesure, est étendue à l'image complète en réalisant une interpolation bilinéaire, pour chacune des coordonnées F_{ij} . Nous limitons l'interpolation à l'intérieur de la forme *alpha*, permettant d'éviter des extrapolations dans la région entre les deux faces de la fissure.

3.3 Obtention des déformations à partir des formes des taches

Une autre approche consiste à utiliser directement les outils d'analyse d'images permettant d'exploiter le changement des formes des taches lors de la transformation. La fonction *regionprops* évoquée section 3.1, employée pour approcher chaque tache et déterminer son barycentre, permet également d'obtenir d'autres propriétés de l'ellipse associée. En particulier, nous nous intéressons aux longueurs du demi-grand axe r_g et du demi-petit axe r_p , et à l'angle γ donnant son orientation par rapport à l'horizontale. Ces grandeurs sont illustrées en Figure 3.6.

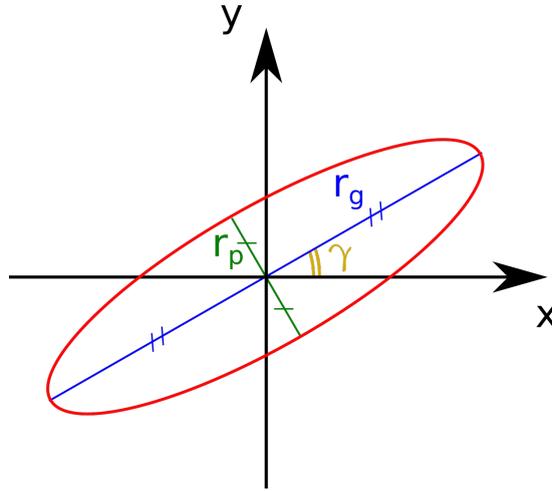


FIGURE 3.6: Grandeurs caractéristiques de l'ellipse approxinant une tache déformée. Le repère (x,y) est le repère spatial.

Des exemples de valeurs sont donnés en Figure 3.7 pour une première tache qui devient elliptique durant la sollicitation et pour une seconde qui reste ronde. Le second exemple permet en particulier de souligner que l'angle déterminé pour une tache très circulaire peut être erroné. Ceci est logique car une tache parfaitement ronde n'a pas de direction préférentielle donc n'importe quelle valeur de γ convient.

En faisant l'hypothèse que les taches sont initialement rondes, de rayon r_c , la forme de l'ellipse obtenue dans l'image déformée permet d'obtenir une mesure locale de la déformation au niveau de la tache considérée. En effet, sous hypothèse que la déformation soit localement homogène, à l'échelle de la tache, les rapports $\lambda_g = r_g/r_c$ et $\lambda_p = r_p/r_c$ donnent une mesure directe des allongements dans les directions principales de la déformation.

Par ailleurs, l'angle γ correspond à l'angle formé entre le demi-grand axe de l'ellipse et la direction horizontale du repère de la caméra, *i.e.* à l'angle entre la première direction principale de la déformation et le repère eulérien. Nous souhaitons obtenir les allongements dans ce dernier repère, qui ne dépend pas de la tache choisie. Ceux-ci sont atteignables par un changement de repère grâce à la matrice de passage $\mathbf{P}_{\mathbf{V}}$, construite en connaissant l'angle de la rotation γ :

$$\hat{\mathbf{V}} = \mathbf{P}_{\mathbf{V}}\mathbf{A}\mathbf{P}_{\mathbf{V}}^{-1}, \quad (3.11)$$

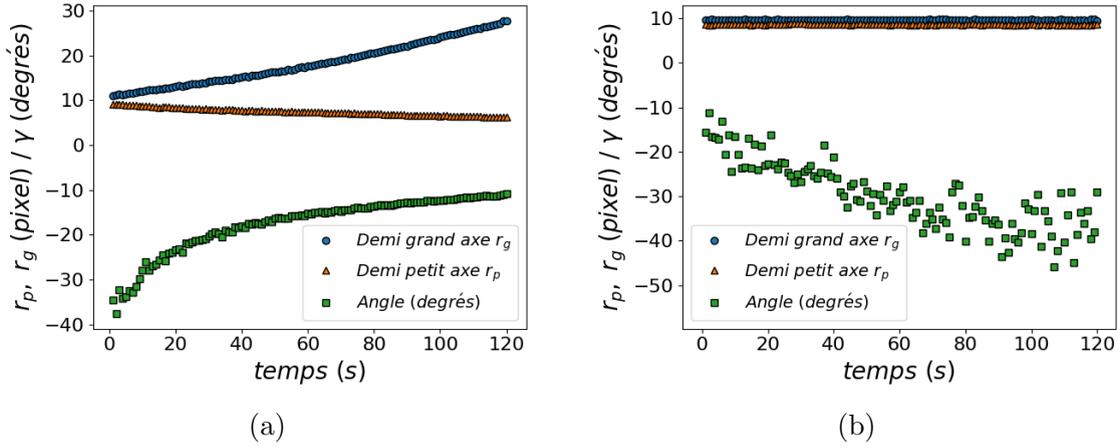


FIGURE 3.7: Valeurs des paramètres elliptiques obtenus pour deux taches spécifiques, choisies selon leur forme dans l'état déformé. (a) Forme d'ellipse (tache proche de la pointe d'entaille). (b) Forme ronde (tache dans la région libre de charge).

où $\mathbf{\Lambda}$ est le tenseur des allongements dans le repère des directions principales, aussi appelé tenseur des dilatations principales, et

$$\mathbf{\Lambda} = \begin{pmatrix} \lambda_g & 0 \\ 0 & \lambda_p \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{P}_{\mathbf{V}} = \begin{pmatrix} \cos \gamma & -\sin \gamma \\ \sin \gamma & \cos \gamma \end{pmatrix}. \quad (3.12)$$

Le tenseur $\hat{\mathbf{V}}$ construit de cette manière est symétrique, défini dans le repère eulérien, et ses valeurs propres sont les allongements principaux de la déformation. On reconnaît donc le tenseur des “déformations propres” \mathbf{V} défini dans la section 1.3.1, réduit à ses composantes dans le plan (x,y) . Nous pouvons en particulier invoquer les hypothèses de contraintes planes et d'incompressibilité comme dans la section précédente pour obtenir le tenseur 3D complet.

Ce tenseur étant symétrique, nous remarquons qu'il n'est pas possible de déterminer le tenseur \mathbf{F} sans information supplémentaire. En particulier, nous ne pouvons déterminer la rotation propre \mathbf{R} . Il nous manque pour cela l'information d'une rotation de corps rigide de la tache sur elle-même. Or, cette information ne peut pas être mesurée avec ce protocole, car l'orientation matérielle est inconnue en raison de leur circularité initiale. \mathbf{F} ne peut donc pas être déterminé par cette méthode. Enfin, les champs continus sont obtenus à partir de l'information discrète de la même manière que pour la méthode précédente.

3.4 Comparaison des deux méthodes

Les deux méthodes sont comparées sur l'essai de référence présenté à la section 3.2.2. Nous choisissons de présenter les résultats dans la configuration eulérienne, mais des résultats équivalents peuvent être obtenus dans la configuration matérielle.

3.4.1 Comparaison des champs obtenus

Nous avons vu que la méthode des formes des taches ne permet d'obtenir que $\hat{\mathbf{V}}$, tandis que la méthode des éléments de Lagrange, qui exploitent les positions des taches, peut déterminer $\hat{\mathbf{F}}$. Pour comparer les deux méthodes, les champs de V_{11} et V_{22} sont considérés, où “2” correspond à

la direction de traction et “1” à la direction transverse. Pour la méthode utilisant les éléments de Lagrange, les champs sont obtenus en appliquant la décomposition polaire du tenseur gradient, qui peut être réalisée sur les tenseurs réduits dans le plan grâce à l’hypothèse de contraintes planes : $\hat{\mathbf{F}} = \hat{\mathbf{V}}\hat{\mathbf{R}}$.

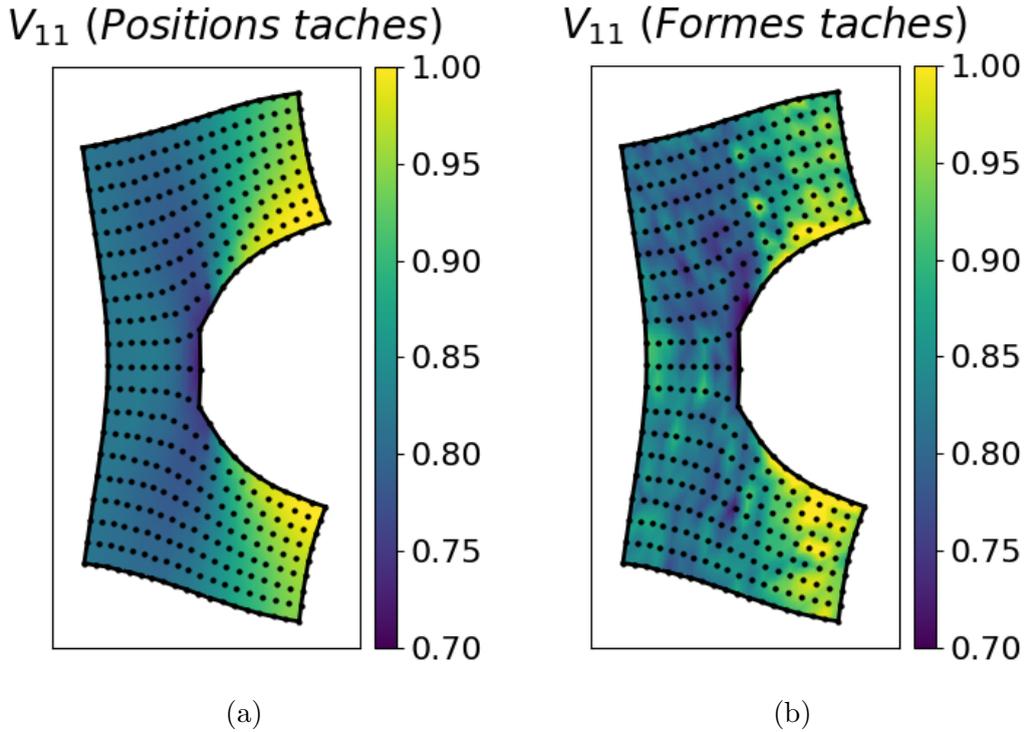


FIGURE 3.8: Champ obtenu par chaque méthode, pour la composante V_{11} du tenseur \mathbf{V} , correspondant à la direction transverse à la traction. (a) Méthode des éléments de Lagrange. (b) Méthode des formes des taches.

Les champs obtenus pour V_{11} sont représentés en Figure 3.8, et les champs de V_{22} en Figure 3.9, pour les deux méthodes. Les résultats obtenus pour les deux méthodes sont similaires, cependant la méthode exploitant les formes des taches donne un résultat qui paraît moins régulier. Cette dispersion dans la mesure pourrait être due à l’hypothèse de taches initialement rondes³. En effet, les défauts d’impression peuvent faire qu’elles soient légèrement elliptiques au départ, entraînant une erreur sur λ_g et λ_p . La méthode exploitant les positions est plus robuste face aux défauts d’impression, car elle exploite la position centrale de chaque tache, qui est obtenue en moyennant sur toute sa surface. De plus, l’image initiale prendra déjà en compte le défaut d’impression dans la position initiale.

Les différences entre les deux méthodes sont illustrées en Figure 3.10 par la valeur absolue de la différence entre les deux champs obtenus, relativement à la valeur obtenue par la première méthode. Les différences obtenues sont comprises entre 0 et 10% de la valeur absolue, à l’exception de quelques points particuliers. De plus, nous n’obtenons pas plus d’écart dans les régions à fort gradient de déformation que dans les régions non sollicitées, donc l’écart obtenu est aléatoire et d’un niveau globalement homogène sur la surface. Ainsi, les deux méthodes donnent

3. Cette hypothèse est pourtant nécessaire, car bien que le caractère elliptique de la tache initiale peut être mesuré, la rotation pure donnée par \mathbf{F} est inconnue. En conséquence, nous ne savons pas, dans cette ellipse, quelles directions vont correspondre aux directions principales de la déformation, et donc quelles sont les longueurs des rayons initiaux dans ces directions.

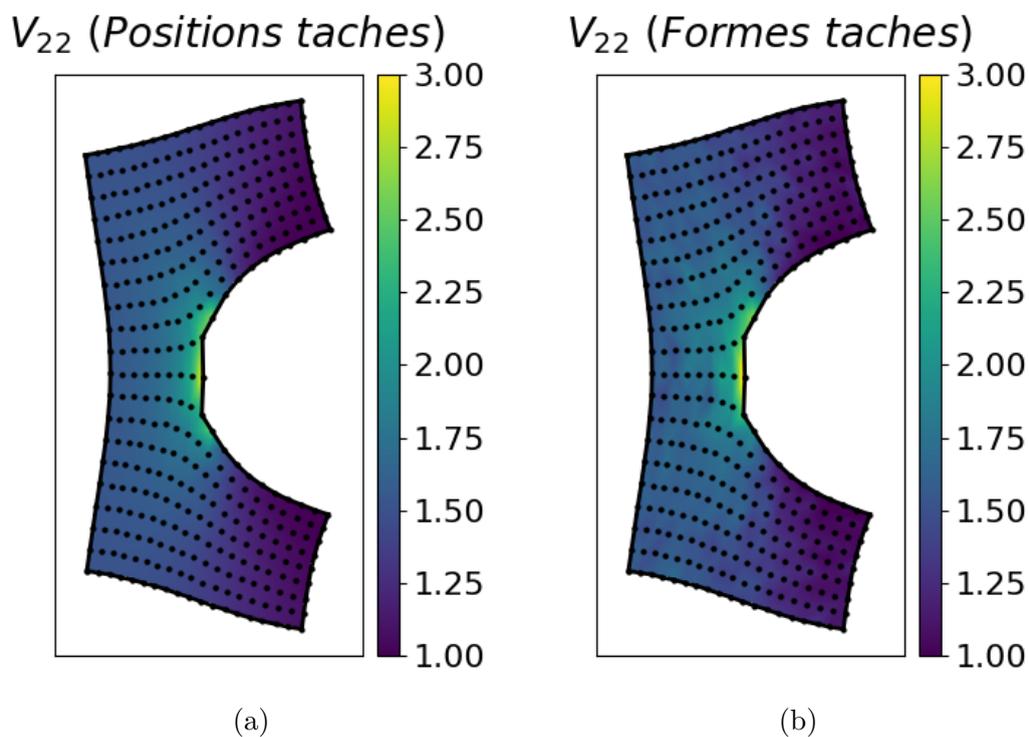


FIGURE 3.9: Champ obtenu par chaque méthode, pour la composante V_{22} du tenseur \mathbf{V} , correspondant à la direction parallèle à la traction. (a) Méthode des éléments de Lagrange. (b) Méthode des formes des taches.

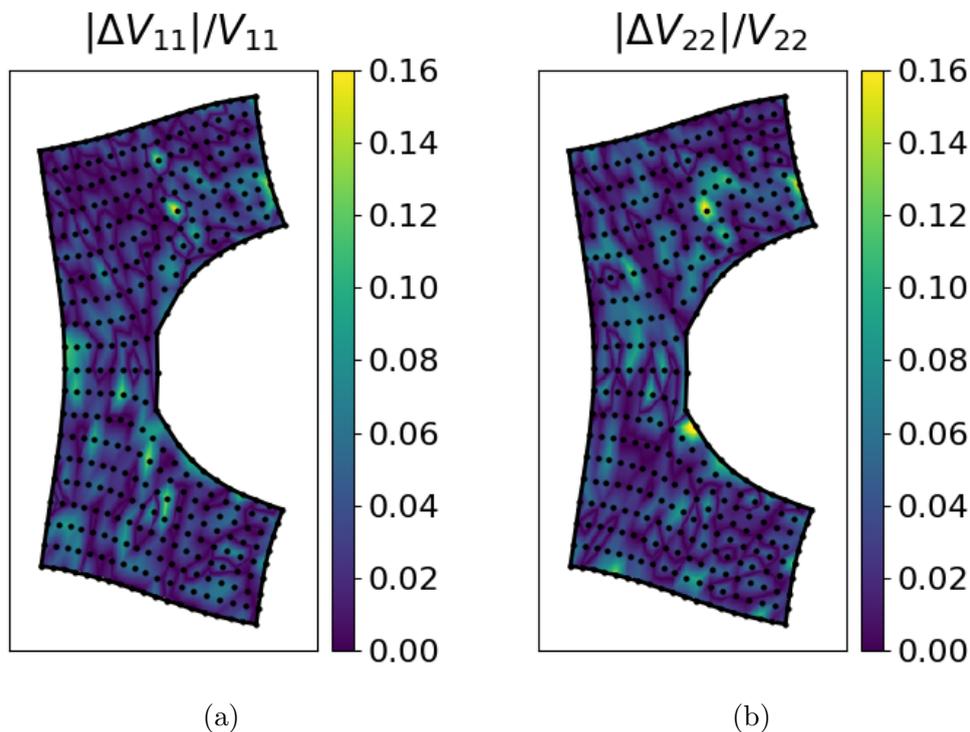


FIGURE 3.10: Valeurs absolues des différences entre les champs obtenus par les deux méthodes (Figures 3.8 et 3.9), normalisées par les valeurs obtenues dans la première méthode. (a) Sens transverse à la traction. (b) Sens parallèle à la traction.

la même information générale, mais celle exploitant les formes présente un bruit de mesure plus important.

3.4.2 Comparaison des orientations locales

Dans ce qui suit, nous raisonnons sur les tenseurs réduits à leurs composantes dans le plan, ce qui est permis par l'hypothèse des contraintes planes.

La méthode exploitant les formes des taches permet d'obtenir directement la mesure expérimentale des orientations locales, aux points de mesure. Nous cherchons à les comparer à la quantité correspondante, obtenue par la méthode exploitant les positions des barycentres. Pour cela, nous utilisons la décomposition polaire (Eq. (1.1), section 1.3.1) du tenseur \mathbf{F} . Le tenseur de rotation pure \mathbf{R} correspond à une rotation dans le plan (contraintes planes). Nous noterons θ l'angle correspondant. Les matrices représentant les tenseurs des "déformation pures" \mathbf{U} et \mathbf{V} sont symétriques donc diagonalisables (par des matrices orthogonales) et partagent les mêmes valeurs propres. Celles-ci correspondent aux dilatations principales, comme nous l'avons vu dans la section 3.3, et le tenseur correspondant sera noté $\mathbf{\Lambda}$. Les matrices de passage, respectivement notées \mathbf{P}_U et \mathbf{P}_V , sont orthogonales donc correspondent à des matrices de rotation, d'angles respectifs β et γ . La décomposition polaire se développe alors en :

$$\mathbf{F} = \mathbf{R}\mathbf{U} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{P}_U \cdot \mathbf{\Lambda} \cdot \mathbf{P}_U^{-1} \quad (3.13)$$

$$\mathcal{E} \xleftarrow{\theta} \mathcal{L} \xleftarrow{\beta} \mathcal{D} \longleftarrow \mathcal{D} \xleftarrow{-\beta} \mathcal{L}$$

$$\mathbf{F} = \mathbf{V}\mathbf{R} = \mathbf{P}_V \cdot \mathbf{\Lambda} \cdot \mathbf{P}_V^{-1} \cdot \mathbf{R} \quad (3.14)$$

$$\mathcal{E} \xleftarrow{\gamma} \mathcal{D} \longleftarrow \mathcal{D} \xleftarrow{-\gamma} \mathcal{E} \xleftarrow{\theta} \mathcal{L}$$

où nous avons noté sous chaque équation le référentiel considéré entre chaque application successive des différents tenseurs. Les angles correspondants aux différentes rotations lors de changements de repères sont indiqués au dessus des flèches. \mathcal{L} et \mathcal{E} désignent respectivement les référentiels Lagrangien et Eulérien, tandis que \mathcal{D} correspond au référentiel donné par les directions principales de la déformation. On remarque que cette écriture décompose \mathbf{F} comme le produit d'une dilatation et de rotations uniquement, qui correspondent à des changements de repères.

Physiquement, θ correspond à la rotation locale de corps rigide, *i.e.* la rotation des directions matérielles. β donne l'orientation principale des déformations dans le référentiel lagrangien, et γ est son équivalent eulérien. On reconnaît dans (3.14) la décomposition utilisée pour calculer \mathbf{V} par la seconde méthode. Il nous suffit donc d'appliquer cette décomposition au tenseur \mathbf{F} calculé par la première méthode, d'en déduire γ , et de comparer cet angle à celui mesuré expérimentalement par l'orientation des taches déformées. Remarquons que la comparaison entre (3.13) et (3.14) montre que $\theta + \beta = \gamma$. Ceci justifie notre argumentation à la section 3.3 : l'angle γ mesurable expérimentalement est la somme d'une rotation des directions matérielles et d'un angle propre à la direction principale de déformation. L'orientation Lagrangienne des directions matérielles, et *a fortiori* \mathbf{F} , ne peuvent donc pas être déduits sans information supplémentaire.

La décomposition (3.14) est réalisée sur l'information discrète des déformations, obtenue *via* la méthode présentée en section 3.2. Les angles θ et γ sont alors calculés en chaque point de mesure, et représentés sous forme de flèches (Figure 3.11). On remarque que les flèches représentant l'angle θ (Figure 3.11a) indiquent les directions matérielles initialement verticales et pointent vers la tache voisine en raison de la régularité du maillage initial. Au contraire, les flèches

représentant l'angle γ , en Figure 3.11b, indiquent la direction principale de déformation et sont en conséquence parfaitement alignées avec les allongements locaux des taches. L'ensemble des flèches forme une structure rappelant la notion de lignes de champ en mécanique des fluides, avec une convergence au niveau de la pointe de fissure. Notons que si l'hypothèse d'isotropie est adoptée, les directions principales des déformations et des contraintes coïncident, et les observations précédentes sont cohérentes avec l'idée générale d'une concentration des contraintes qui doivent "contourner la fissure". La décomposition lagrangienne (3.13) pourrait également être réalisée et représentée sur l'image initiale, cependant nous nous intéressons ici à l'angle γ .

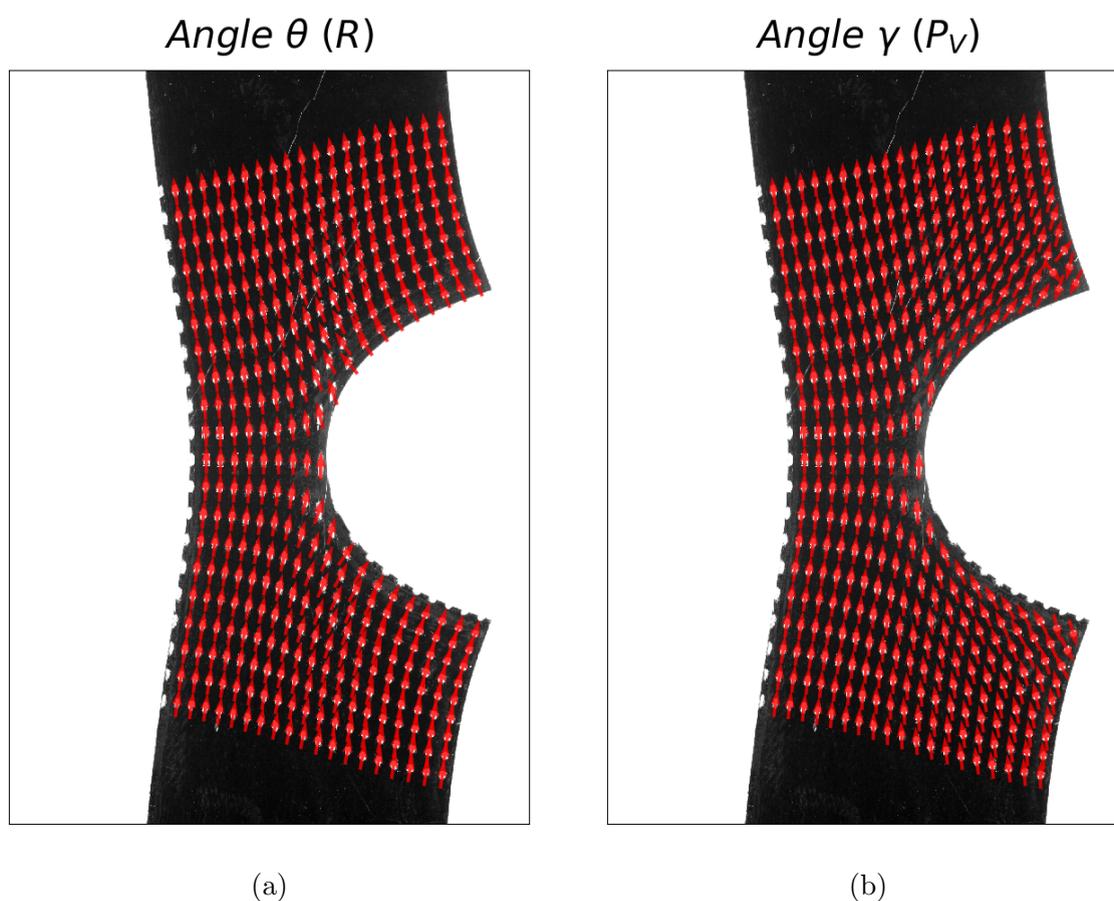


FIGURE 3.11: Orientations locales calculées par décomposition polaire du tenseur gradient \mathbf{F} , lui-même obtenu par la méthode des éléments de Lagrange. (a) Angle θ (Rotation pure). (b) Angle γ (Direction principale de la déformation).

Les valeurs obtenues pour l'angle γ par la méthode des formes des taches sont comparées à celles obtenues par la première méthode en Figure (3.12), qui est représentée horizontalement pour une meilleure visualisation. Une bonne correspondance est obtenue, à l'exception de la région libre de charge (voir Figures 3.8 et 3.9, où l'on peut observer des allongements proches de 1). Dans cette région, l'angle obtenu par la forme des taches est aléatoire, en raison de la bonne circularité des taches, comme nous avons pu l'observer en Figure 3.7. En revanche, la méthode des déplacements des barycentres, qui ne repose pas sur les déformations locales, permet de caractériser plus finement γ (voir Figure 3.11b), y compris lorsque les allongements locaux sont très proches de 1.

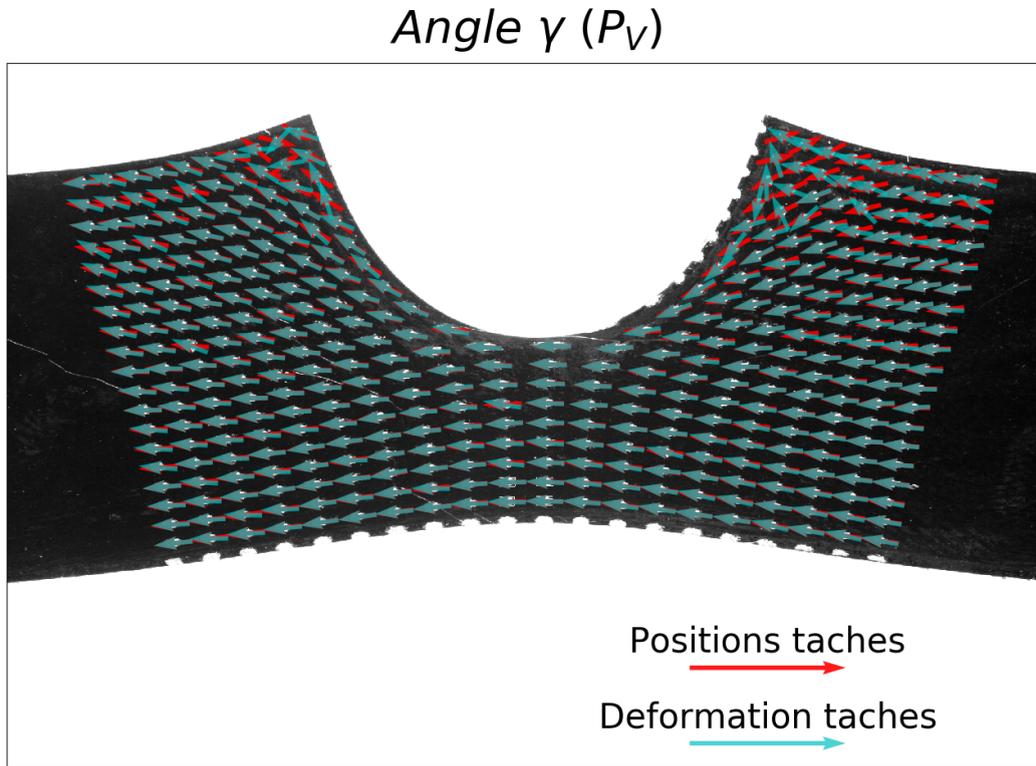


FIGURE 3.12: Comparaison des valeurs locales obtenues pour l'angle γ , donnant l'orientation locale des déformations principales dans le référentiel eulérien, obtenues par les deux méthodes présentées.

3.4.3 Méthode retenue

Les deux méthodes exploitent des informations expérimentales différentes. La première utilise les positions relatives des barycentres et détermine les déformations selon les déplacements du maillage. La seconde exploite les grandeurs locales en chaque tache, à savoir l'orientation et les allongements locaux.

Leur comparaison montre une bonne concordance entre les résultats fournis par chacune des deux méthodes, tant au niveau des valeurs obtenues pour différents champs, que pour les orientations locales. Néanmoins, la méthode utilisant les positions des barycentres est plus robuste à la fois par rapport aux défauts de formes de taches et par rapport à l'effet de taches peu déformées. Cette méthode fournit donc globalement des résultats moins incertains et sera adoptée par la suite.

3.4.4 Précision de la mesure

La précision de la mesure est quantifiée par l'analyse d'un essai de traction uniaxiale sur une éprouvette large, de dimensions utiles $70 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 2.4 \text{ mm}$ (hauteur \times largeur \times épaisseur). L'éprouvette est marquée d'un maillage régulier, avec une densité de 0.5 tache/mm^2 , et des taches de 0.8 mm de diamètre. L'éprouvette est étirée à vitesse de déplacement de traverse imposée de 60 mm/min , jusqu'à 200% de déformation globale. La dispersion des valeurs des champs de déformation interpolés est analysée, à ce niveau de déformation. Pour cela, l'ensemble des valeurs obtenues en chaque pixel, pour les champs interpolés considérés, est représenté dans

des histogrammes. L'abscisse correspond aux valeurs de la grandeur X étudiée, et l'ordonnée au nombre de valeurs correspondantes, en pixels, dans des intervalles réguliers. Ces intervalles sont déterminés de manière automatique par la fonction utilisée (fonction *histogram* du module Numpy de Python, [Oliphant, 2015](#)). Les moyennes, notées \bar{X} , sont représentées en ligne continue rouge et les valeurs de $\bar{X} \pm \sigma$, où σ dénote l'écart-type, apparaissent en pointillés noirs. Les histogrammes obtenus pour les composantes F_{11} et F_{22} , respectivement dans le sens transverse et dans le sens parallèle à la traction, sont représentés en Figure 3.13.

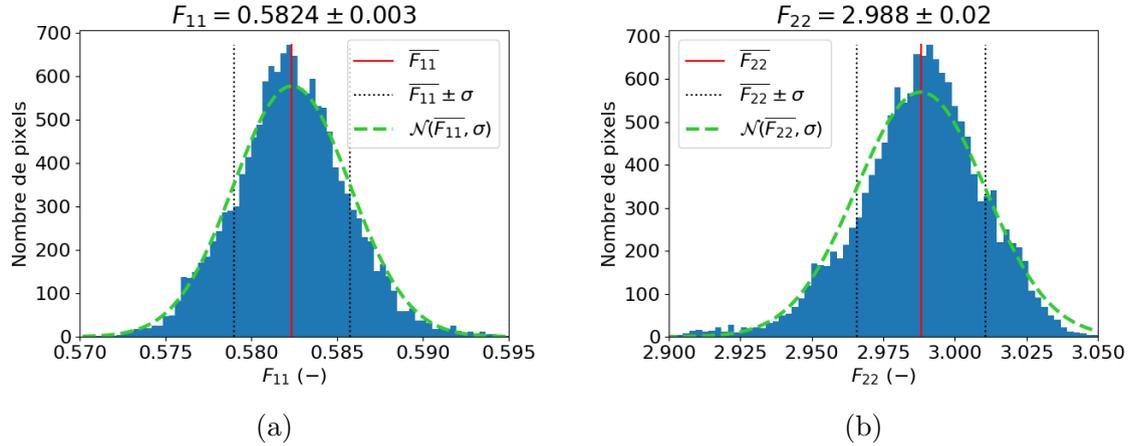


FIGURE 3.13: Histogrammes représentant la répartition des valeurs des champs considérés : composantes diagonales de \mathbf{F} obtenues lors d'un essai de traction uniaxiale homogène à 200% de déformation. (a) F_{11} . (b) F_{22} .

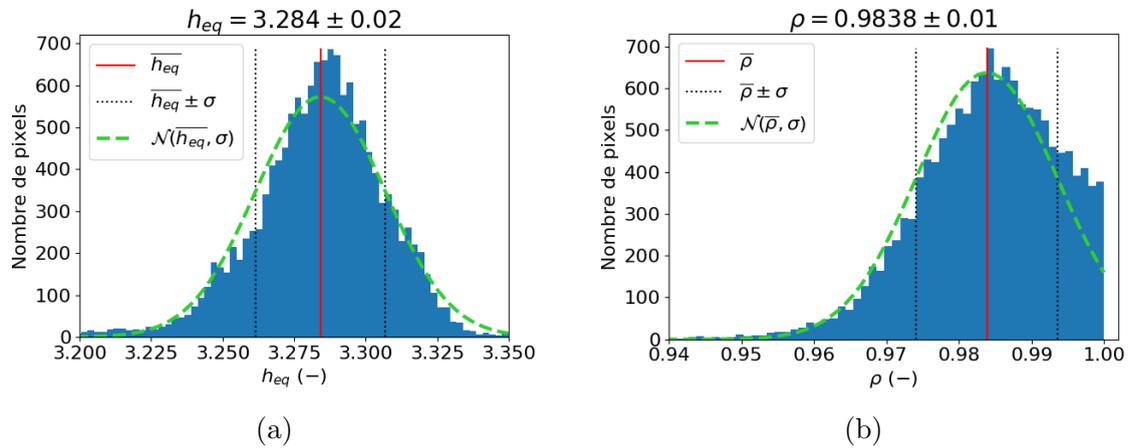


FIGURE 3.14: Histogrammes représentant la répartition des valeurs des champs considérés : invariants du tenseur de Hencky obtenus lors d'un essai de traction uniaxiale homogène à 200% de déformation. (a) h_{eq} . (b) ρ .

En raison de la forme gaussienne des distributions obtenues, nous représentons également la loi normale associée à la moyenne et l'écart-type obtenus $\mathcal{N}(\bar{X}, \sigma)$. Cette loi étant d'aire unité, elle est multipliée par un facteur d'échelle correspondant à l'aire de l'histogramme, calculée comme la largeur des intervalles choisis multipliée par le nombre de valeurs total. Elle est représentée en tirets verts sur la Figure 3.13. Les données montrent une très bonne correspondance avec la loi normale, ce qui est cohérent avec un bruit aléatoire gaussien. De plus, la largeur à mi-hauteur de la gaussienne, estimée par $2\sqrt{2 \ln 2} \sigma \approx 2.355\sigma$, fournit un ordre de grandeur

du bruit de mesure. Dans les deux cas, il est de l'ordre de 2% de la valeur de la déformation correspondante, calculée comme $(F_{ii} - 1)$.

Nous observons de la même façon les distributions obtenues pour les champs des invariants de Hencky h_{eq} et ρ obtenus sur la même image. Les histogrammes sont représentés en Figure 3.14. Les résultats sont en tout point similaires à ceux obtenus précédemment, avec une bonne correspondance avec la loi normale et un bruit gaussien de l'ordre de 2% des valeurs prises par les grandeurs étudiées. Remarquons que la valeur moyenne de 0.983 obtenue pour ρ est très proche de la valeur théorique de 1, correspondant à la traction uniaxiale. De plus, la gaussienne correspondante (Figure 3.14b) représente bien l'histogramme sur la moitié gauche, pour $\rho < \bar{\rho}$, mais sous-estime le côté droit où $\rho > \bar{\rho}$. Ceci s'explique par un repliement de la gaussienne, ρ ne pouvant dépasser la valeur de 1.

3.5 Validation des hypothèses de Rivlin et Thomas

La méthode adoptée dans la partie précédente permet d'évaluer la valeur du tenseur gradient de la transformation \mathbf{F} sur la surface d'une éprouvette. La manipulation de cet objet tensoriel permet en outre d'avoir accès à d'autres informations, tels que les invariants du tenseur. Nous nous intéresserons particulièrement aux invariants du tenseur de la déformation logarithmique (section 1.3.1, Chapitre 1). Pour rappel, les invariants du tenseur de Hencky, h_{eq} et ρ , permettent respectivement de quantifier l'intensité de la sollicitation et l'état de la déformation. Le deuxième invariant sera particulièrement intéressant pour évaluer l'état de la déformation, et le confronter aux hypothèses formulées par Rivlin et Thomas (1953) dans les géométries SENT et de cisaillement pur. Dans la suite, nous présentons les champs des différentes grandeurs considérées, obtenus sur des éprouvettes de SBR non chargé. Les champs obtenus sur l'autre matériau sont semblables et ne seront donc pas présentés pour éviter la redondance. Les résultats discutés vaudront donc pour les deux matériaux.

3.5.1 Hypothèses SENT

Suite aux différences de comportement obtenues dans les observations préliminaires (section 2.5.1), nous étudions les deux cas correspondant à une petite entaille initiale et à une grande entaille initiale. Dans les deux cas, un essai SENT a été réalisé suivant le protocole décrit en section 2.5.1, sur une éprouvette qui a préalablement été marquée par un maillage adapté à la taille d'entaille considérée, *i.e.* avec une densité plus élevée à proximité de la pointe d'entaille.

La première éprouvette étudiée présente une entaille longue de 3 mm, correspondant à 10% de la largeur de l'éprouvette. Les composantes du tenseur \mathbf{F} , calculées à un allongement global arbitrairement choisi proche de $\lambda = 1.7$, sont présentées en Figure 3.15 pour les composantes diagonales et en Figure 3.16 pour les composantes hors-diagonales. Notons qu'à l'instant considéré la fissure ne propage pas.

Comme précédemment, "1" et "2" donnent respectivement les directions transverse et parallèle au sens de traction. L'ensemble des figures présentées montre l'influence locale de la pointe d'entaille sur les champs mesurés. Le champ F_{22} , dans le sens de traction, montre en particulier l'effet d'amplification des déplacements en fond d'entaille. L'influence de l'entaille est néanmoins localisée, et les champs sont globalement constants dans le reste de l'éprouvette. En particulier, les composantes hors-diagonales F_{12} et F_{21} sont nulles sur la majorité de l'éprouvette. Ceci peut suggérer une absence de rotation matérielle, mais le tenseur \mathbf{F} seul, sans manipulations

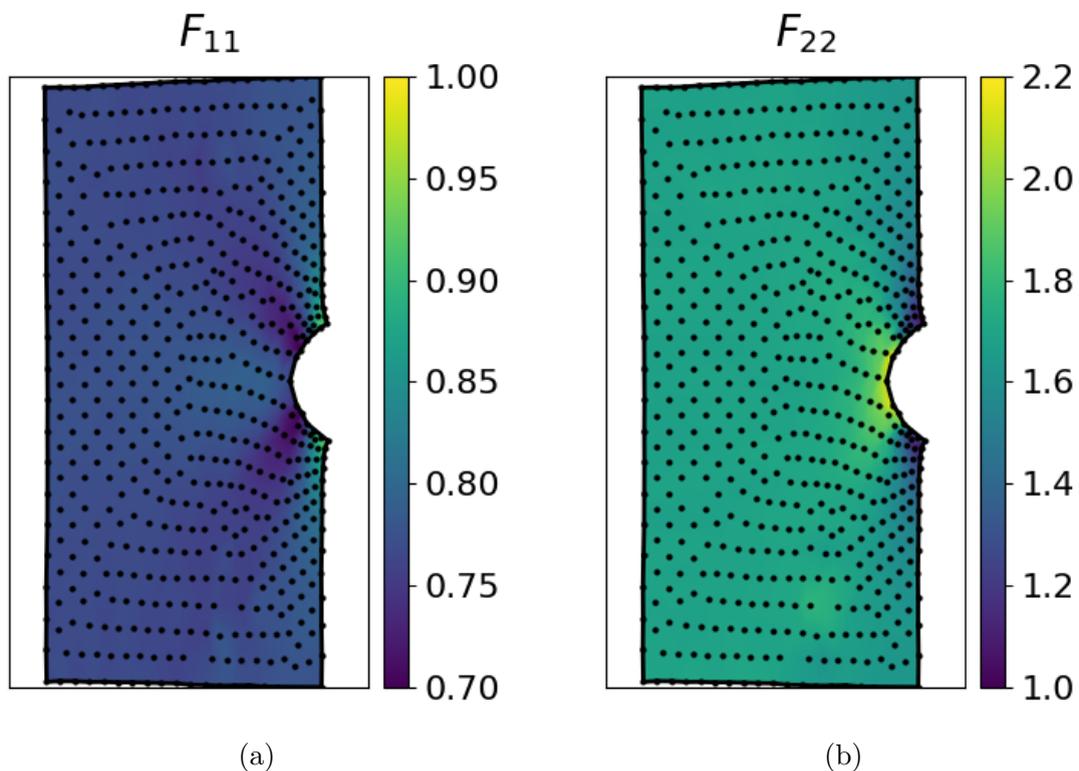


FIGURE 3.15: Champs obtenus pour les composantes diagonales du tenseur \mathbf{F} sur une éprouvette SENT avec une petite entaille initiale. (a) F_{11} . (b) F_{22} .

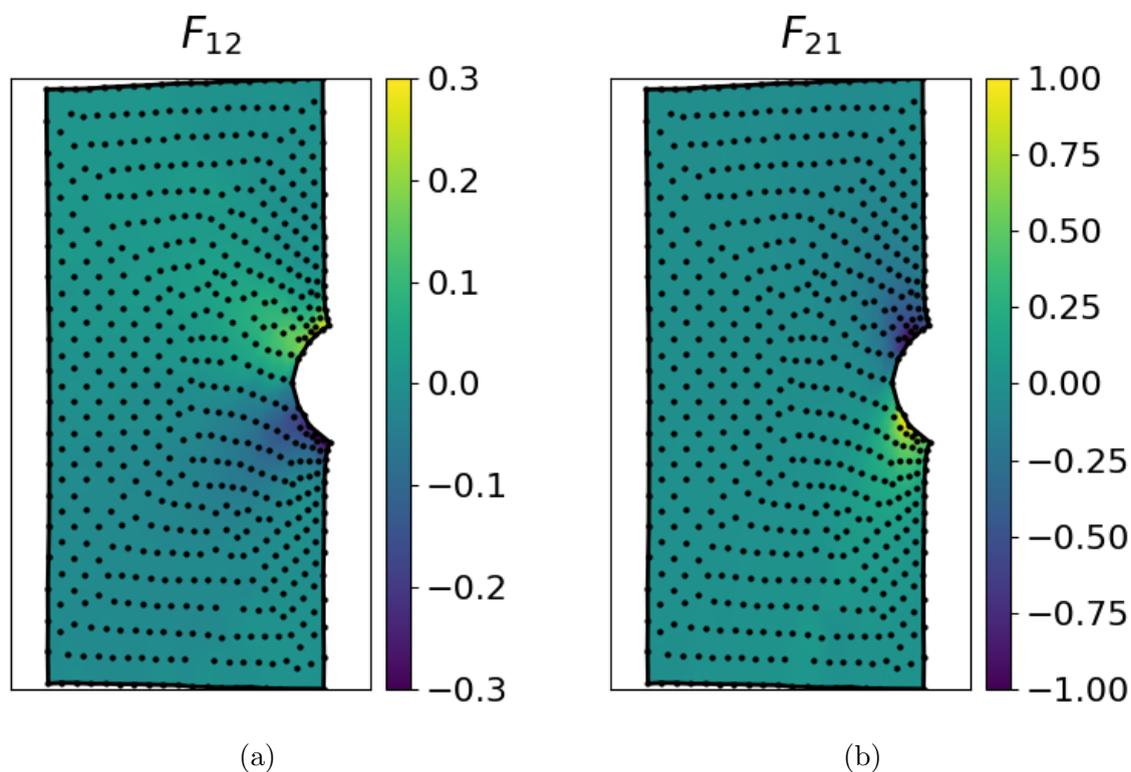


FIGURE 3.16: Champs obtenus pour les composantes hors-diagonales du tenseur \mathbf{F} sur une éprouvette SENT avec une petite entaille initiale. (a) F_{12} . (b) F_{21} .

supplémentaires, est insuffisant pour conclure à cet égard. Des régions non déformées sont observables, au niveau des coins entre l'entaille et le bord libre de l'éprouvette. Cette observation va dans le sens d'une application théorique du critère de [Griffith \(1921\)](#) : la présence d'une entaille fait qu'une partie de la matière ne travaille plus lors de la traction et ne va donc pas stocker d'énergie élastique. Cela mène au bilan global d'une énergie élastique stockée plus faible sur l'ensemble de l'échantillon. Mais comme nous avons pu le voir au chapitre précédent, section [2.5.1](#), nous n'observons pas de chute d'effort expérimentalement pour des entailles suffisamment petites. Nous interprétons ceci en raison de la grande déformabilité des matériaux étudiés, qui donne à la section non entaillée la capacité de stocker suffisamment d'énergie pour compenser entièrement ou presque les régions non déformées.

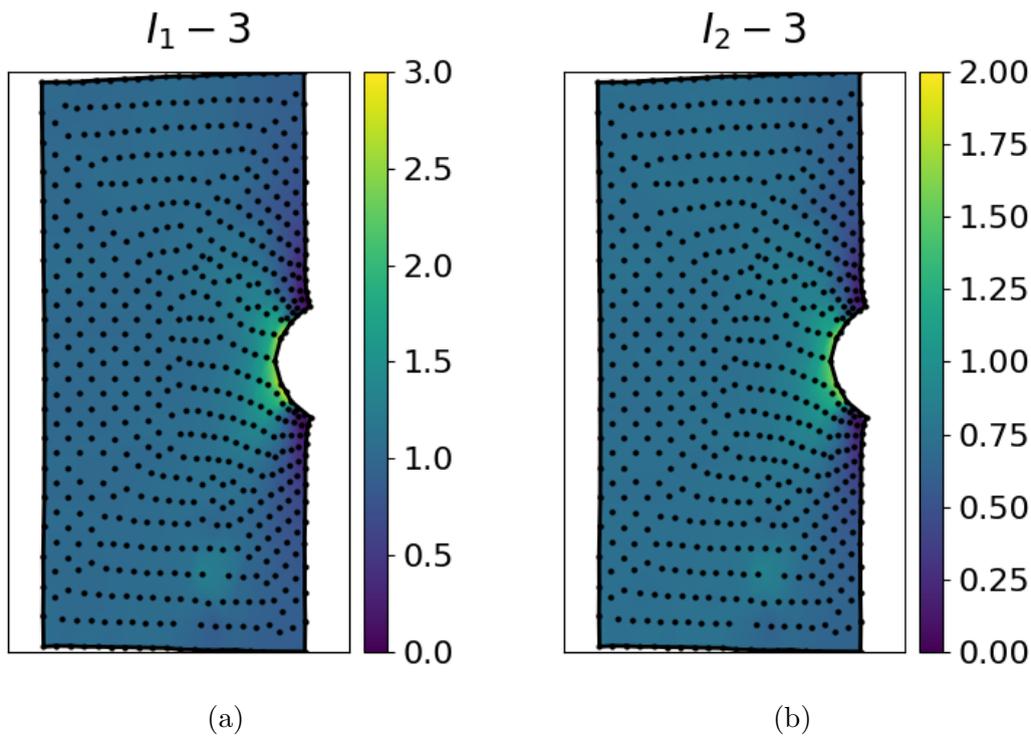


FIGURE 3.17: Champs obtenus pour les invariants de \mathbf{C} classiques sur une éprouvette SENT avec une petite entaille initiale. (a) $I_1 - 3$. (b) $I_2 - 3$.

D'autres grandeurs peuvent être obtenues par manipulation tensorielle, tels que les invariants classiques I_1 et I_2 (section [1.3.1](#)). Ceux-ci peuvent être calculés en déterminant les dilatations principales, par exemple en diagonalisant \mathbf{U} suivant [\(3.13\)](#). Cette opération est effectuée en chaque pixel des images considérées, donnant les champs présentés en Figure [3.17](#). Nous tracerons ces quantités auxquelles nous soustrayons 3, de telle sorte que le résultat soit nul en l'absence de déformations. Dans le cas présent, ces deux quantités apportent peu d'informations nouvelles. Soulignons que contrairement aux champs précédents, les invariants ne sont pas affectés par les rotations matérielles locales. Ces quantités peuvent aussi permettre la détermination du champ des contraintes si le matériau est modélisé par un modèle constitutif à invariants.

Les invariants du tenseur de Hencky peuvent également être calculés (Eqs. [\(1.4\)](#) et [\(1.5\)](#), section [1.3.1](#)), fournissant des informations particulièrement utiles.

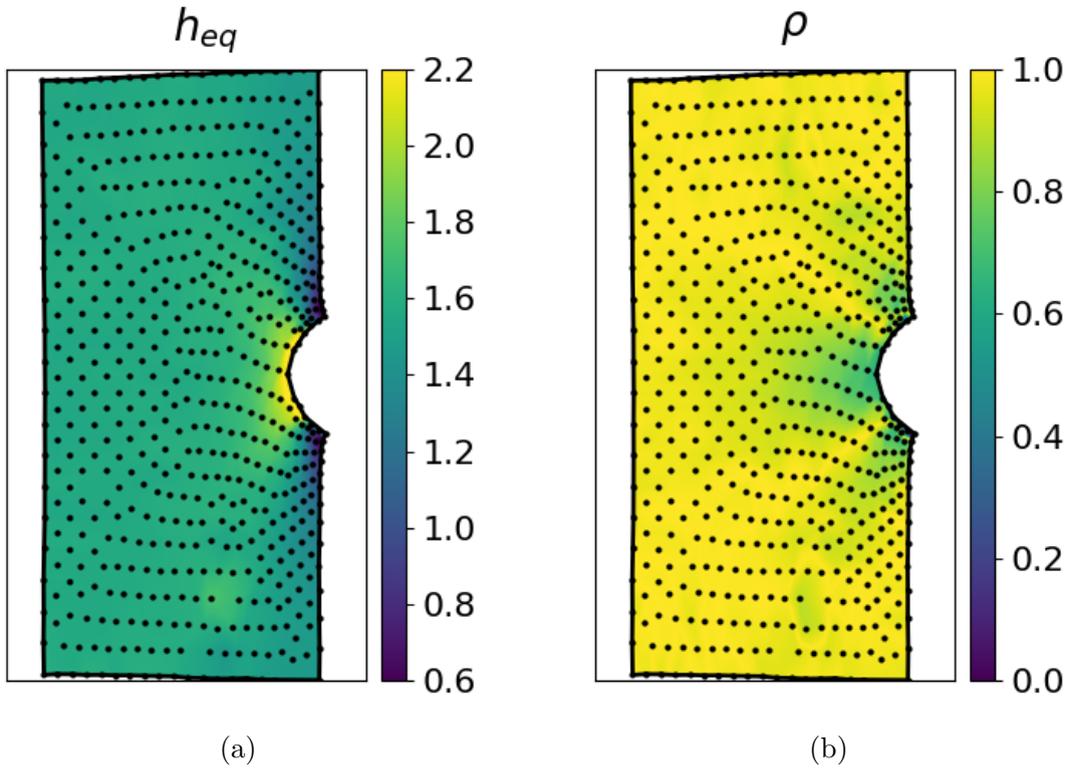


FIGURE 3.18: Champs obtenus pour les invariants du tenseur de Hencky sur une éprouvette SENT avec une petite entaille initiale. (a) h_{eq} . (b) ρ .

Les champs obtenus pour h_{eq} et ρ sont illustrés en Figure 3.18. h_{eq} est directement interprété comme l'intensité de la sollicitation, illustrant de nouveau l'effet perturbateur de l'entaille. ρ donne accès à l'état de la sollicitation, et permet notamment de confirmer si la matière est localement sollicitée en traction uniaxiale, auquel cas $\rho = 1$. Dans la limite du champ mesurable par le maillage considéré, ρ tend vers 0.6 en pointe de fissure, montrant localement un écart à l'état de traction uniaxiale. Le reste du champ montre que la quasi-totalité de l'échantillon est sollicité dans cet état, en accord avec les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953).

Ainsi, pour une entaille initiale suffisamment petite, son effet perturbateur sur les déformations est localisé. Si l'on observe la matière suffisamment loin de l'entaille, l'état de déformation est celui de la traction uniaxiale, comme si l'entaille n'était pas présente. L'hypothèse simplificatrice du SENT, qui est pour rappel celle d'une petite entaille dans un demi-plan infini, est donc vérifiée.

Nous étudions ensuite le cas d'une grande entaille initiale, supérieure à 20% de la largeur de l'éprouvette d'après les premières observations (section 2.5.1). L'échantillon considéré présente une entaille de longueur 10 mm, correspondant à 33% de la largeur. L'image étudiée est choisie arbitrairement à un allongement global de $\lambda = 1.5$, pour lequel la fissure ne se propage pas.

De la même manière que précédemment, les composantes du tenseur gradient de la transformation \mathbf{F} sont calculées et représentées en Figures 3.19 et 3.20 pour les termes diagonaux et extradiagonaux respectivement. L'influence de l'entaille est cette fois-ci beaucoup plus étendue, comme observé sur le champ de F_{11} (Figure 3.19a). Par ailleurs, remarquons que le bord libre gauche présente une courbure, tandis qu'il restait parfaitement droit pour la petite entaille. De plus, les régions libres de charges sont proéminentes et semblent s'étendre sur la quasi-totalité de la hauteur de la région étudiée, comme observé sur le champ de F_{22} (Figure 3.19b). Par ailleurs,

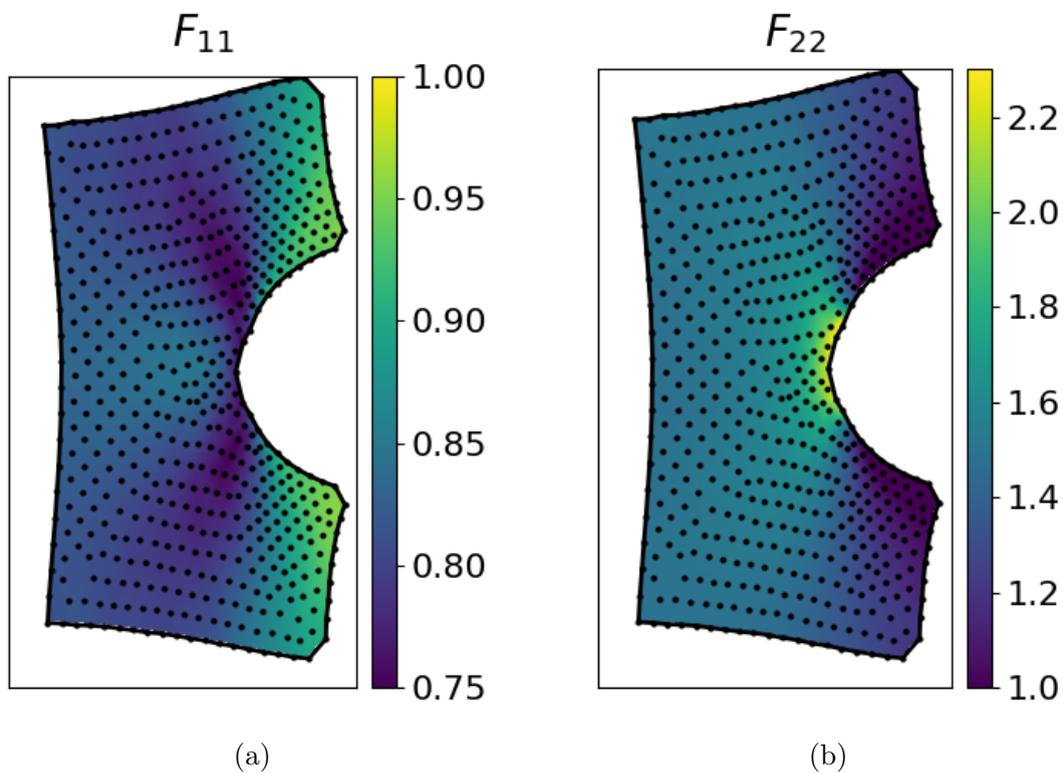


FIGURE 3.19: Champs obtenus pour les composantes diagonales du tenseur \mathbf{F} sur une éprouvette SENT avec une grande entaille initiale. (a) F_{11} . (b) F_{22} .

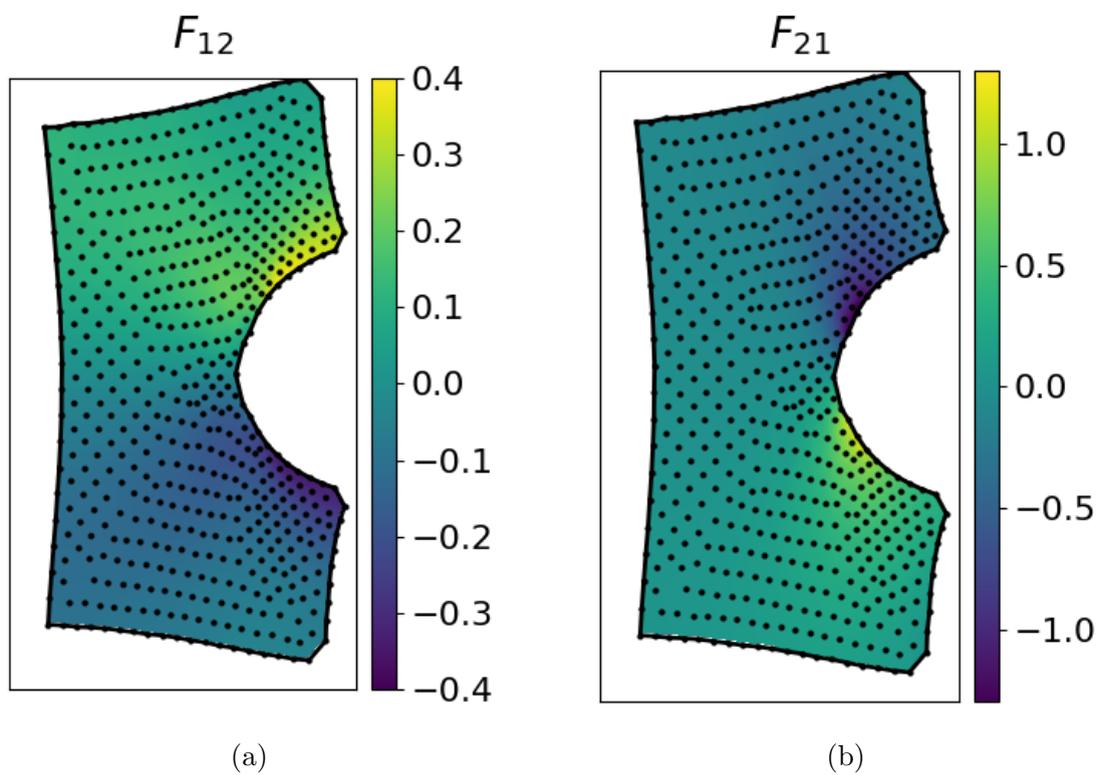


FIGURE 3.20: Champs obtenus pour les composantes hors-diagonales du tenseur \mathbf{F} sur une éprouvette SENT avec une grande entaille initiale. (a) F_{12} . (b) F_{21} .

la composante F_{12} , qui était nulle sur la plus grande partie du champ observé pour l'essai avec petite entaille (Figure 3.16a), est beaucoup moins homogène dans le cas de la grande entaille (Figure 3.20a), *a priori* en lien avec les grandes rotations matérielles.

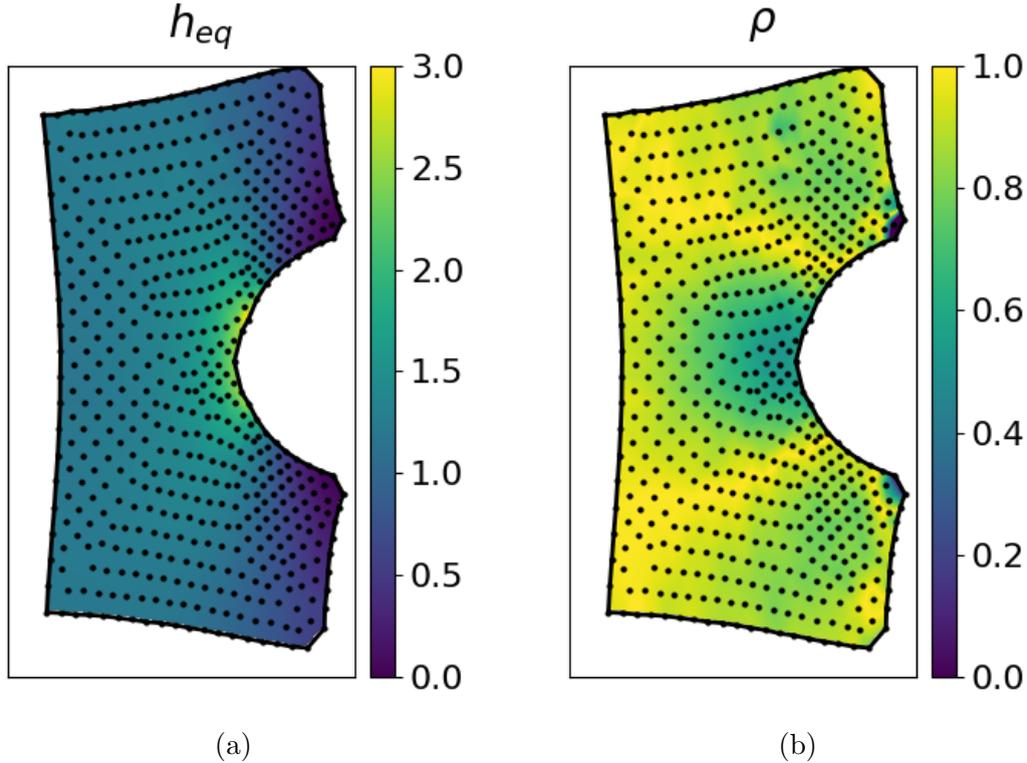


FIGURE 3.21: Champs obtenus pour les invariants de \mathbf{h} sur une éprouvette SENT avec une grande entaille initiale. (a) h_{eq} . (b) ρ .

Nous ne représenterons pas les champs obtenus pour $(I_1 - 3)$ et $(I_2 - 3)$, qui comme dans le cas précédent n'apportent rien de nouveau. Les invariants h_{eq} et ρ sont en revanche calculés et leurs champs sont illustrés en Figure 3.21. Les intensités représentées par h_{eq} montrent une certaine homogénéité loin de l'entaille, malgré les grandes rotations matérielles. Ceci suggère que la perturbation causée par l'entaille au loin de la fissure est essentiellement due aux rotations. Le champ de ρ est au contraire fortement inhomogène dans l'ensemble de l'échantillon, soulignant l'influence globale de l'entaille. En pointe d'entaille, et dans la limite du champ mesuré, ρ tend vers 0.55, ce qui met en évidence un écart à l'état de traction uniaxiale comme pour le cas précédent. Par contre, la valeur mesurée au niveau du bord libre gauche de l'éprouvette est de 0.9, montrant un état proche mais tout de même légèrement différent de la traction uniaxiale parfaite. De même, ρ est généralement strictement plus petit que 1 dans presque toute l'éprouvette, à l'opposé du cas de la petite entaille initiale.

En conclusion, si l'entaille est trop grande par rapport à la taille de l'éprouvette, elle engendre une perturbation ressentie dans l'ensemble de l'éprouvette. Cela a pour effet d'écarter l'état global de la déformation d'une traction uniaxiale, et les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953) pour le SENT ne sont plus valides, en accord avec leurs observations expérimentales. Notons que la confrontation des résultats locaux présentés ci-dessus et des observations expérimentales précédentes (section 2.5.1) suggère un lien entre la chute d'effort macroscopique mesurée lorsque l'entaille est suffisamment grande d'une part, et la taille de la région influencée par l'entaille d'autre part. Au delà d'une certaine longueur d'entaille, les déformations dans l'éprouvette sont

affectées sur toute sa largeur, et la section non entaillée ne peut plus contrebalancer l'effet des régions non déformées, qui ne stockent pas d'énergie élastique.

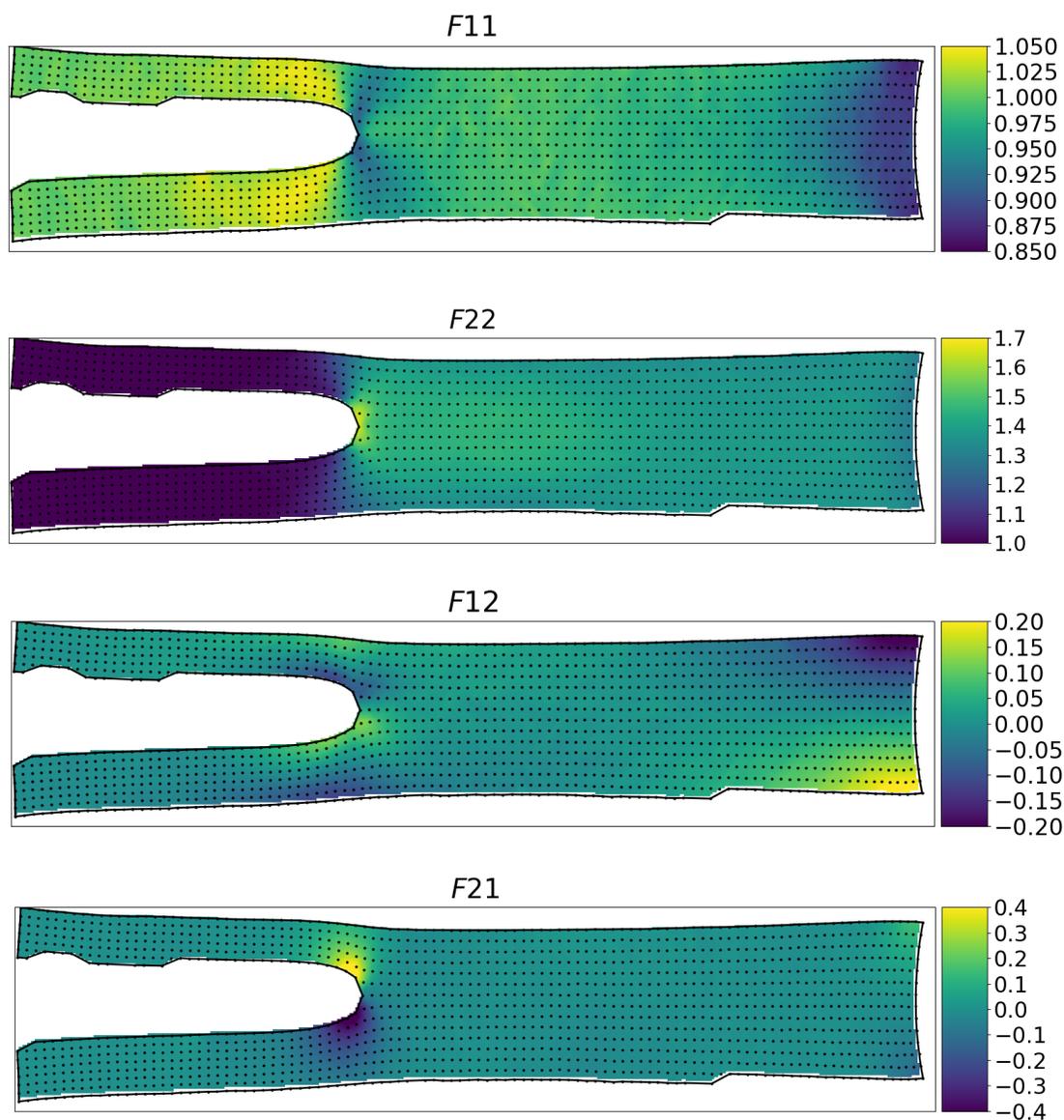


FIGURE 3.22: Champs obtenus pour les composantes du tenseur \mathbf{F} sur une éprouvette de fissuration en cisaillement pur. De haut en bas : F_{11} , F_{22} , F_{12} , F_{21} .

3.5.2 Hypothèses de la fissuration en cisaillement pur

Un essai de cisaillement pur est effectué suivant le protocole décrit en section 2.5.2, sur une éprouvette marquée par un maillage de taches régulier. L'entaille initiale mesure 30 mm de long, cependant les résultats seront présentés à un allongement global de $\lambda = 1.37$, pour lequel la fissure est désormais en train de se propager. En effet, les essais de cisaillement pur permettent l'observation d'une fissuration progressive précédemment évoquée, contrairement aux essais SENT. Les composantes du tenseur gradient de la transformation \mathbf{F} sont illustrées en Figure 3.22, où les directions "1" et "2" correspondent toujours au sens transverse et au sens de

traction respectivement.

Les champs des composantes diagonales F_{11} et F_{22} montrent des régions non déformées, à gauche de la pointe d'entaille. Le premier montre aussi l'effet du bord libre à droite, qui présente une contraction par effet Poisson. Les champs des composantes hors-diagonales sont nuls à l'exception de la pointe d'entaille et du bord libre, suggérant une absence de rotation matérielle dans les autres régions de l'éprouvette.

De même que pour les essais SENT, les invariants I_1 et I_2 peuvent être calculés, mais les champs obtenus n'apportent pas d'informations additionnelles et ne sont donc pas illustrés ici. En revanche, les invariants h_{eq} et ρ sont représentés en Figure 3.23. Le champ h_{eq} valide la présence d'une région non sollicitée à gauche de la pointe d'entaille. L'intensité des sollicitations paraît relativement homogène dans l'éprouvette, à l'exception d'une petite zone en pointe d'entaille qui est fortement déformée.

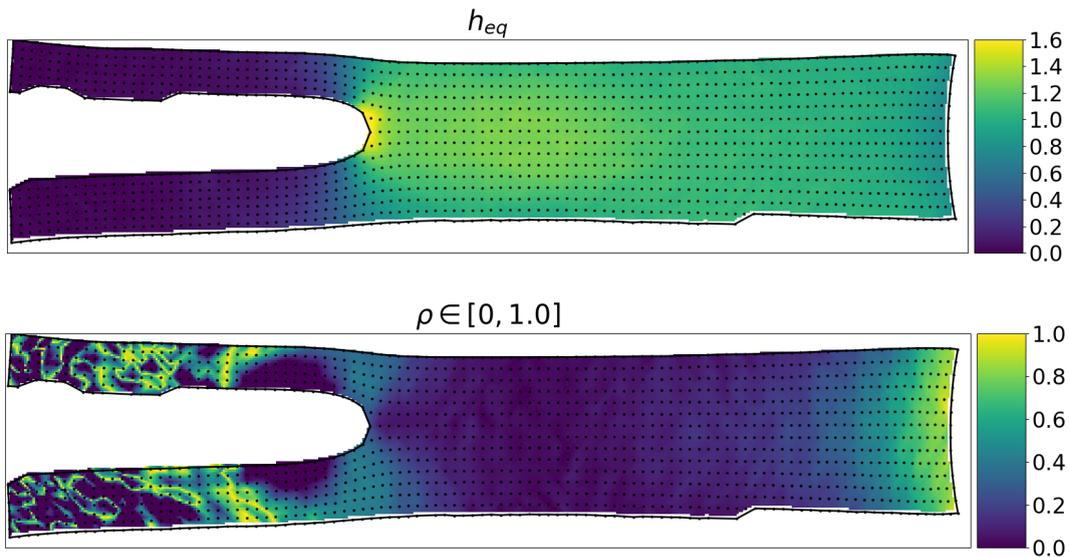


FIGURE 3.23: Champs obtenus pour les invariants de \mathbf{h} sur une éprouvette de fissuration en cisaillement pur. Haut : h_{eq} . Bas : ρ .

Avant de décrire le champ obtenu pour ρ , notons que des artefacts sont obtenus lorsque h_{eq} est nul ou presque⁴. Une large région centrale donne une valeur de $\rho = 0$, correspondant à l'état de cisaillement pur. L'effet du bord libre est également observable, il s'exprime par des valeurs de ρ tendant vers 1, ce qui se rapproche d'un état de traction uniaxiale. À proximité de la pointe d'entaille, nous observons un champ complexe, pour lequel l'état de déformation s'écarte du cisaillement pur sur les côtés de l'entaille. Cependant, nous constatons que dans l'axe de l'entaille, l'état de cisaillement pur se prolonge presque jusqu'au fond de fissure, dans la limite du champ mesuré.

Toutes les régions correspondant aux hypothèses de Rivlin et Thomas (1953) sont retrouvées : la région libre de charge derrière la fissure, la zone de cisaillement pur au centre de l'éprouvette, ainsi que les régions complexes inhomogènes autour de la pointe d'entaille et au niveau du bord libre droit. En rappelant de plus que l'image étudiée correspond à une fissure en train de se propager de manière quasi-statique, les hypothèses sur la fissuration en cisaillement pur sont donc

4. Ces artefacts sont dus au fait qu'une déformation nulle ne possède pas d'état de déformation particulier. Ainsi, par définition de h_{eq} (Eq. 1.4), cette quantité s'annule si et seulement si les trois allongements principaux valent 1. Dans ces conditions, l'expression de ρ présente une singularité (Eq. 1.5).

validées. Notons que pour un allongement global fixé, les tailles de la région libre et de la région en cisaillement pur n'ont pas d'effet sur la pointe d'entaille, sous condition d'être suffisamment larges. Ces deux régions pourraient être d'une longueur différente sans impacter la région en pointe de fissure. Il s'ensuit qu'à l'inverse, si l'on considère ces régions de tailles constantes, la position de la pointe d'entaille dans le sens de la largeur de l'éprouvette (la direction horizontale dans l'exemple présenté) n'a pas d'importance sur l'état des déformations autour de la pointe de fissure. Cette remarque va de pair avec l'indépendance de l'estimation de G_c , pour cette géométrie, donnée par la formule de Rivlin et Thomas (1953), à l'égard de la taille d'entaille.

3.6 Autres applications

3.6.1 Observations supplémentaires sur les essais de cisaillement pur

Déviations dans le trajet de fissuration

Nous avons précédemment évoqué que, pour le SBR chargé, certaines éprouvettes montrent une fissuration déviée par rapport à la direction attendue. L'effet d'une telle déviation est observé qualitativement sur les champs des invariants de Hencky, h_{eq} et ρ , obtenus sur une éprouvette représentative étirée à un allongement global de $\lambda = 1.6$. Les champs obtenus sont représentés en Figure 3.24. Ces champs sont qualitativement semblables à ceux d'une éprouvette fissurant droit (Figure 3.23) : nous retrouvons les quatre régions énoncées par Rivlin et Thomas (1953). En revanche, la région autour de la pointe d'entaille n'est pas nécessairement conservée lors de la propagation et peut varier. Dans ce cas, la formule du calcul de G_c pour la fissuration dans le cisaillement pur ne s'applique plus théoriquement.

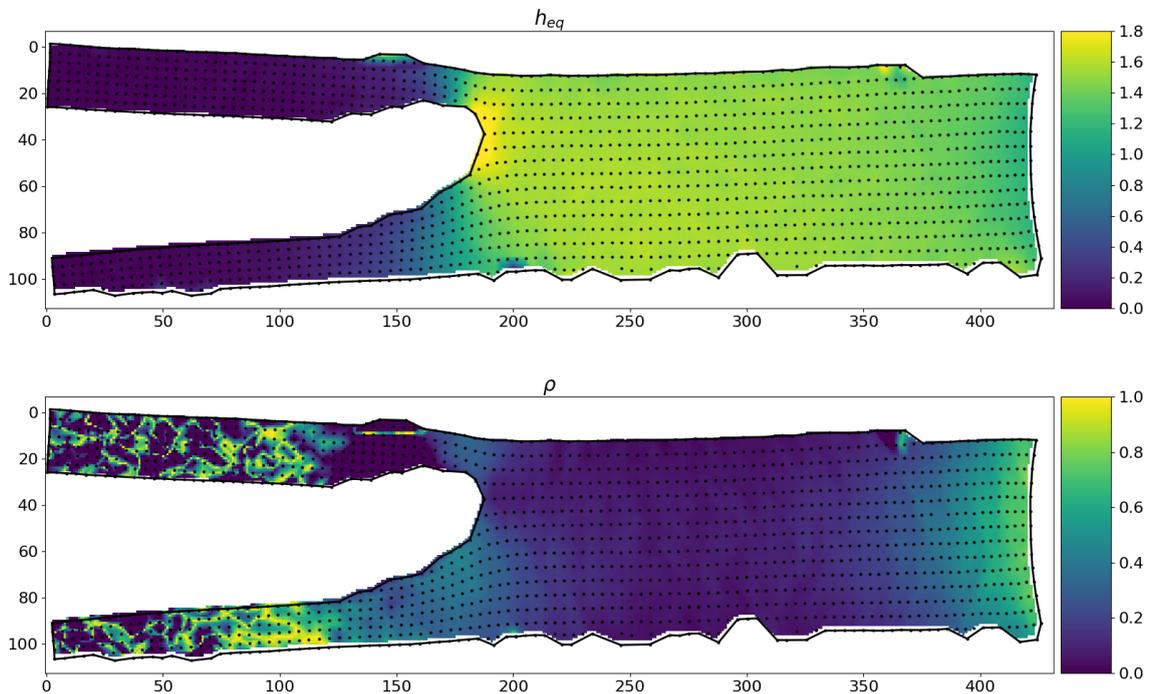


FIGURE 3.24: Champs obtenus pour les invariants de \mathbf{h} sur une éprouvette de fissuration en cisaillement pur montrant une déviation de la fissure. (a) h_{eq} . (b) ρ .

Néanmoins, nous supposons que si la déviation n'est pas excessive, la région en pointe d'en-

taille ressemble fortement au cas de la fissuration droite (voir les similarités entre les Figures 3.23 et 3.24), auquel cas l'estimation du G_c par la formule de Rivlin et Thomas (1953) est acceptable.

Taille de la zone affectée par la pointe de fissure

La taille de la zone affectée par la pointe de fissure est estimée par l'observation du champ de h_{eq} . L'échantillon observé est le même que celui présenté en section 3.5.2. Nous nous intéresserons à deux instants durant la propagation, correspondant à des allongements globaux de $\lambda = 1.37$ et $\lambda = 1.39$. Ces allongements sont choisis proches pour que les déformations soient peu différentes. De plus, la fissure a propagé entre les images, d'une distance matérielle estimée à 6 mm environ.

Les champs de h_{eq} sont représentés pour les deux images en Figure 3.25, dans la configuration lagrangienne. Les couleurs de la représentation sont choisies constantes par intervalles de 0.01 pour pouvoir mieux évaluer l'évolution spatiale de h_{eq} . De plus, toutes les valeurs des paliers pour le second instant sont décalées pour compenser le fait que les valeurs du champ sont en moyenne un peu plus grandes, en raison d'un allongement global différent. Les valeurs inférieures au palier le plus faible ne sont pas colorées, apparaissant en blanc sur la figure. La répartition des couleurs obtenues montre dans les deux cas trois zones distinctes. Une première zone n'est pas affectée par l'entaille, correspondante à la région la plus sombre et à la région blanche. Cette région est séparée par des pointillés oranges d'une région que nous considérons comme faiblement impactée par la fissure. Ces pointillés sont tracés en $h_{eq} = 1.1$ pour le premier instant et en $h_{eq} = 1.15$ pour le second.

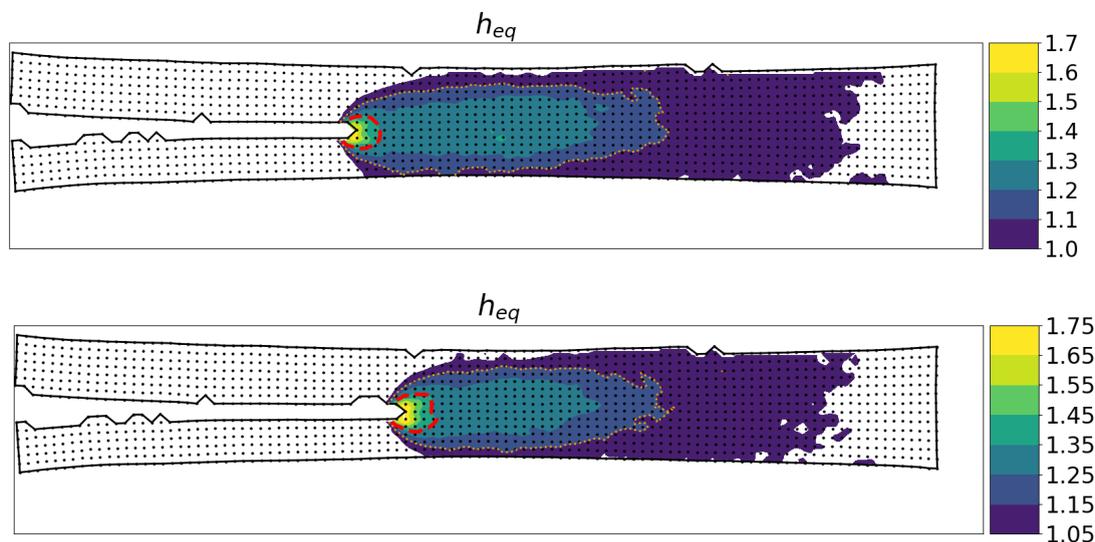


FIGURE 3.25: Estimation de la taille des régions fortement et faiblement impactées par la présence de la fissure, à deux valeurs différentes de l'allongement global sur le même essai. La ligne en tirets rouges délimite la zone fortement affectée, et les pointillés oranges la zone faiblement affectée. (a) $\lambda = 1.37$. (b) $\lambda = 1.39$.

Enfin, la région à l'intérieur de la ligne en tirets rouges ($h_{eq} = 1.3$ et $h_{eq} = 1.35$ respectivement), est interprétée comme fortement impactée par la pointe de fissure, présentant le gradient de h_{eq} le plus important. Bien que ces régions soient dépendantes des valeurs de h_{eq} choisies, elles permettent de donner une estimation des tailles de ces régions. La région fortement impactée est estimée à 5 mm de diamètre dans les deux cas, et la région faiblement impactée à 35 mm et 30 mm respectivement. Notons que la similitude entre les tailles de la région fortement impactée

est cohérente avec les hypothèses exprimées par Rivlin et Thomas (1953), qui considèrent la propagation comme une simple translation d’une région en pointe d’entaille invariable, pour un allongement global donné.

3.6.2 Déformation des images à partir du champ des déplacements

Les positions mesurées par la méthode de *tracking* peuvent être directement interpolées pour obtenir les champs des positions sur l’image entière, exprimés en pixels. Il est possible d’interpoler les valeurs des positions initiales dans le référentiel eulérien (*i.e.* sur les positions des points dans la configuration déformée), ou à l’inverse d’interpoler les position finales dans le référentiel lagrangien (*i.e.* sur les positions des points dans la configuration initiale). Ces champs peuvent être exploités pour réaliser un “remappage” de l’image : cette opération consiste à réaffecter chaque pixel d’une image source à une nouvelle position donnée, pour construire une image cible. Selon la réaffectation considérée, la relation n’est pas forcément univoque entre les pixels de l’image source et de l’image cible, par exemple plusieurs pixels peuvent être affectés à la même position d’arrivée ou au contraire certaines positions d’arrivée peuvent n’être affectées à aucun pixel. Ces difficultés peuvent être gérées par l’utilisation d’un algorithme adéquat : nous utiliserons la fonction *remap* de la librairie de traitement d’images OpenCV (Bradski, 2000), qui effectue une interpolation bilinéaire pour compléter les pixels manquants.

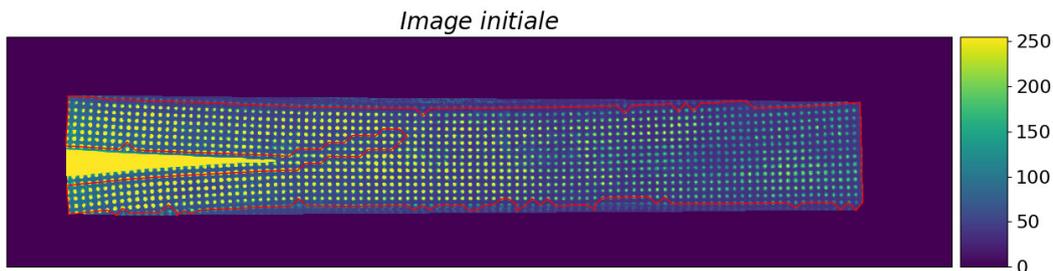


FIGURE 3.26: Image de référence sur un essai de fissuration en cisaillement pur, sur le SBR chargé. Le contour de la forme *alpha* de la configuration déformée est représenté par la ligne rouge. L’échelle indique les niveaux de gris de l’image.

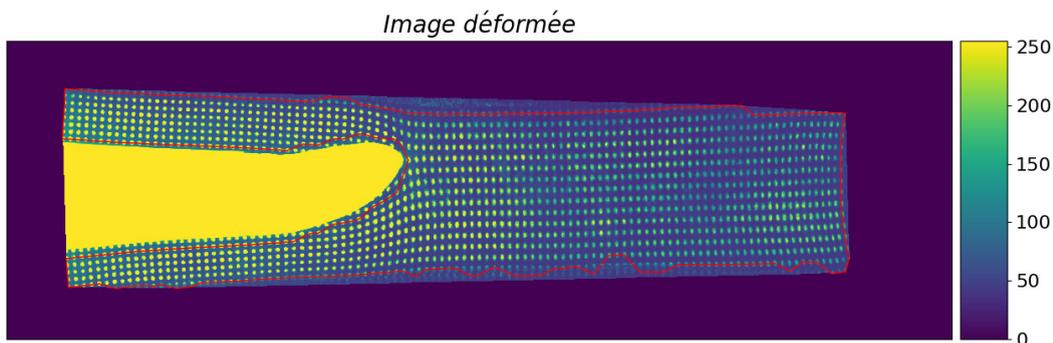


FIGURE 3.27: Image prise lors de la propagation de la fissure pour le même essai que Figure 3.26. Le contour de la forme *alpha* de cette configuration déformée est représenté par la ligne rouge. L’échelle indique les niveaux de gris de l’image.

Le remappage d’une image d’une éprouvette déformée lors d’une traction, utilisant le champ

des positions initiales, va théoriquement reconstruire l'image initiale non déformée. Nous considérons le cas général d'une éprouvette de cisaillement pur de SBR chargé, qui ne fissure pas nécessairement parfaitement droit. L'image initiale de référence et l'image déformée lors de la propagation de la fissure sont représentées en Figures 3.26 et 3.27 respectivement. L'image déformée est choisie à un allongement global d'environ $\lambda = 1.6$. Le contour de la forme *alpha* est calculé à partir des positions des taches sur l'image déformée. Les images sont représentées sur une échelle en niveaux de gris codée sur 8 bits, où 255 correspond au blanc et 0 au noir. Notons que ce contour définit les points de mesure "externes" et peut ainsi être également tracé dans la configuration de référence en reliant ces mêmes points dans leurs positions initiales. Les contours correspondants sont tracés dans les deux figures en rouge. Nous remarquons en particulier que ce contour permet de donner un encadrement de la trajectoire de fissuration dans la configuration matérielle (Figure 3.26).

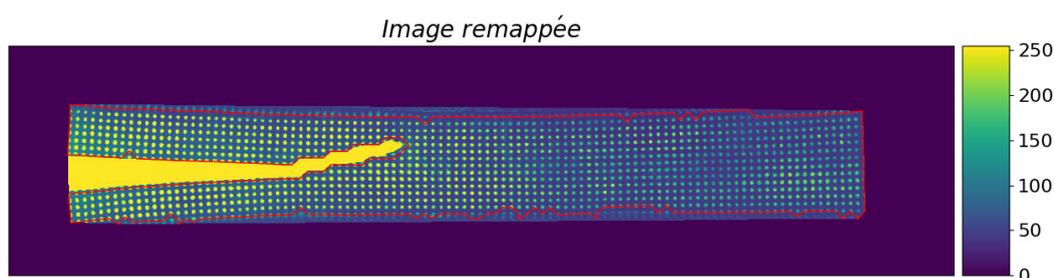


FIGURE 3.28: Image obtenue en remappant l'image de la configuration déformée (Figure 3.27) via le champ des déplacements obtenu par *tracking* et interpolé. L'échelle indique les niveaux de gris de l'image.

La Figure 3.28 illustre le résultat du remappage obtenu sur l'éprouvette considérée, à partir des positions des marqueurs de la configuration déformée, interpolées sur les positions initiales. Le résultat obtenu est de prime abord satisfaisant à l'intérieur du contour de la forme *alpha*, en raison de la forte similarité avec l'image initiale. En revanche, les pixels à l'extérieur du contour ne correspondent plus à une interpolation mais à une extrapolation des positions des taches. Ceci explique la mauvaise représentation de l'image en dehors du contour, comparée à l'image de référence. Cette extrapolation permet néanmoins de fournir une première estimation de la position de la pointe de l'entaille dans le référentiel lagrangien. Cette estimation grossière, qui permet notamment de donner une idée de la position de la pointe dans le sens de la hauteur dans le cas où la propagation n'est pas parfaitement droite, sera utilisée dans le chapitre 5.

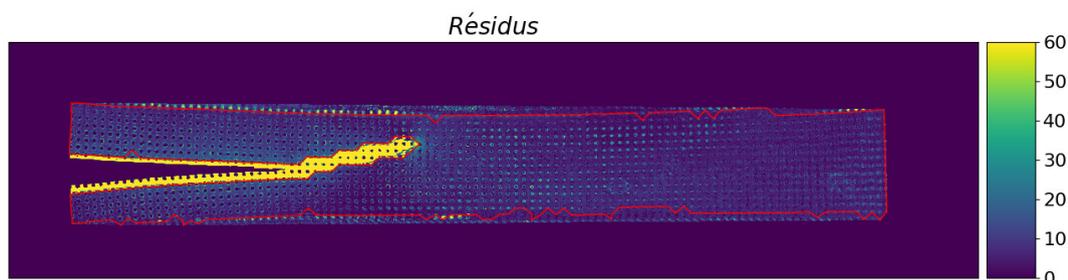


FIGURE 3.29: Résidus obtenus comme la valeur absolue de la différence entre l'image initiale et l'image remappée. L'échelle indique la valeur obtenue, en tant que différence de niveaux de gris.

La comparaison précise entre image initiale et image remappée est établie en calculant le résidu, représenté en Figure 3.29. Ce dernier est calculé comme la différence, en valeur absolue, entre les niveaux de gris des deux images. Celui-ci confirme les premières observations, avec des différences faibles à l'intérieur du contour considéré et une mauvaise représentation à l'extérieur. Nous remarquons une différence de l'ordre de 10 en niveaux de gris (sur une échelle allant de 0 à 255), au niveau de la région noire entre les taches. Ceci s'explique probablement par des conditions d'éclairage différentes entre les deux images. Cette différence est confirmée par l'étude des histogrammes des niveaux de gris des deux images (Figures 3.26 et 3.27), où l'on trouve pour la région inter-taches un niveaux de gris moyen de 38 pour l'image initiale et de 44 pour l'image déformée. Plusieurs explication peuvent être suggérées : un éclairage non uniforme spatialement entraînant une différence de luminosité pour une tache lorsqu'elle se déplace, des oscillations temporelles de la luminosité en raison du dispositif d'éclairage utilisé, ou encore le mouvement hors plan de la face filmée dû à la contraction dans l'épaisseur de l'éprouvette lors de la déformation (notons qu'en cisaillement pur incompressible, un étirement de 1.6 correspond à une variation d'épaisseur d'environ 38%), voire même une légère variation de couleur du matériau sous contrainte.

Ces résultats permettent de souligner une certaine robustesse de la méthode utilisée par rapport à des variations de luminosité qui peuvent intervenir durant un essai. En particulier, une variation de luminosité peut légèrement affecter le diamètre apparent d'une tache, mais sa position centrale est affectée de manière moindre *a priori*, conduisant à un impact faible sur les résultats obtenus.

3.6.3 Qualité du protocole de préchargement des plaques MA

Pour finaliser le protocole de préchargement des plaques MA décrit en section 2.4.1, nous réalisons une mesure des champs locaux obtenus durant une précharge. En particulier, nous cherchons à évaluer si l'état de déformation est homogène au centre de la plaque, et si oui, quelle est la taille de la région correspondante.

Une plaque MA de SBR chargé est préchargée en traction uniaxiale suivant le protocole décrit précédemment (section 2.4.1). Celle-ci a été préalablement marquée par un maillage de taches régulier. En raison de la grande taille de la région à observer, la caméra utilisée pour filmer l'essai a été placée à une distance adéquate, de sorte que la plaque déformée reste dans le champ de vue (Figure 3.30). Les taches du maillage sont en conséquence choisies plus grandes pour éviter une dégradation importante de la résolution des taches (nombre de pixels par tache). Le diamètre des taches est de 2.5 mm, correspondant à 10 pixels environ sur les images, et leur densité est de 0.04 tache/mm². La plaque est étirée jusqu'à la rupture, qui intervient à environ 235% de déformation. Nous ne chercherons pas à interpréter le sens de cette valeur qui semble faible par rapport aux niveaux mesurés sur des éprouvettes standard H2 de traction uniaxiale.

L'observation de la régularité du maillage indique que les déformations au sein de la plaque semblent devenir de moins en moins homogènes avec l'allongement. Nous nous intéressons en particulier aux champs obtenus à 200% de déformation (Figure 3.30c), pour déterminer s'il s'agit d'un compromis intéressant entre l'homogénéité et le niveau de la précharge appliquée pour voir un effet Mullins prononcé. Les champs obtenus pour les composantes principales du tenseur gradient de la transformation sont représentés en Figure 3.31, avec F_{11} et F_{22} correspondant à la direction transverse et parallèle à la direction de traction respectivement. La valeur au centre de l'éprouvette est relevée, et nous indiquons les écarts à $\pm 5\%$ de cette valeur sur les figures, par une

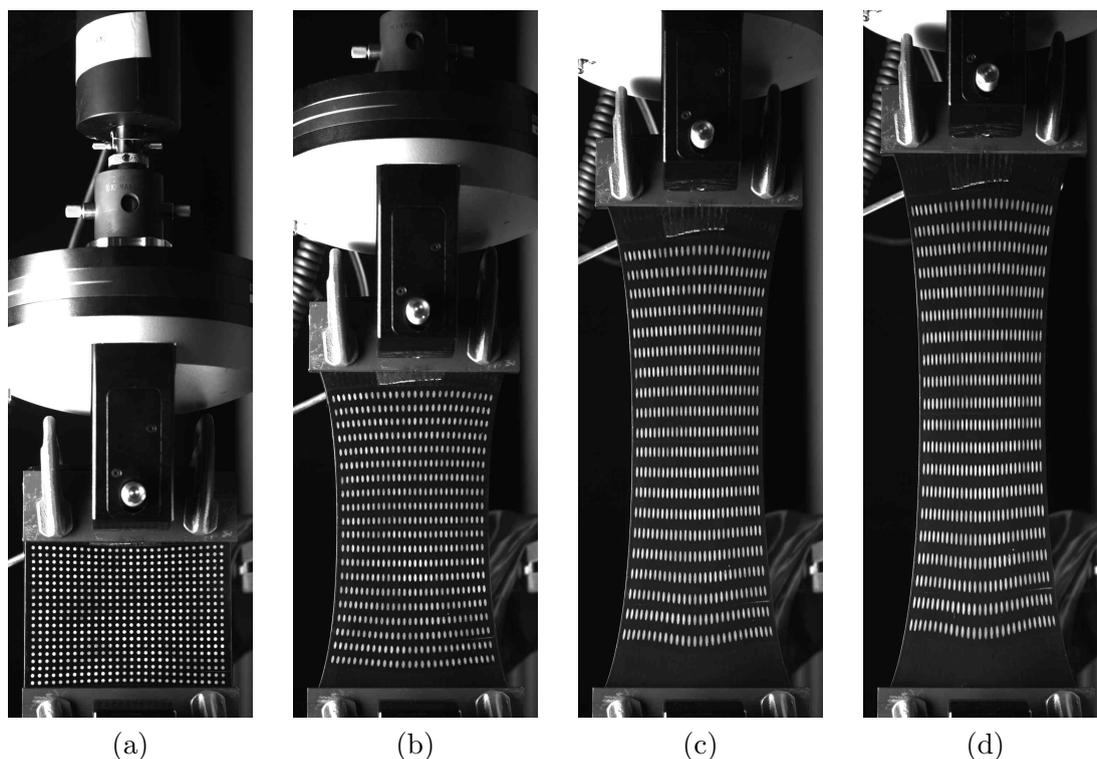


FIGURE 3.30: Photos prises à différents niveaux de déformation lors d'un essai sur plaque MA de SBR chargé, suivant le protocole décrit section 2.4.1 pour le préchargement uniaxial. (a) État initial. (b) 100% de déformation. (c) 200% de déformation. (d) Avant rupture, 235% déformation.

ligne noire continue. Le champ de F_{11} (Figure 3.31a) montre des écarts significatifs au niveau des mors. En effet, ces derniers préviennent la contraction latérale par effet Poisson, et l'on s'attend à observer un état proche du cisaillement pur. Cet effet est observable par la largeur variable de la plaque : large au niveau des mors, et plus étroite au milieu. Le champ de F_{22} (Figure 3.31b) montre en revanche des écarts significatifs au niveau des bords libres. Cela pourrait s'expliquer par un léger glissement sur les côtés des mors, malgré l'ajout des presses mécaniques (section 2.4.1). La combinaison des informations données par ces deux champs montrent l'existence d'une zone relativement homogène au centre de la plaque, par rapport aux niveaux de déformation visés.

Les champs obtenus pour les invariants h_{eq} et ρ du tenseur de Hencky sont également représentés, en Figure 3.32. Comme précédemment, les écarts à $\pm 5\%$ de la valeur centrale sont illustrés dans chaque cas par les lignes continues noires. Pour ρ , cet écart à moins de sens que pour les autres grandeurs, car cet indicateur est à valeurs dans $[-1,1]$. Le champ obtenu pour h_{eq} est relativement homogène, sauf dans des régions proches des bords libres et des mors. Le champ de ρ montre des variations plus larges, bien que ces variations soient moins triviales à interpréter. ρ tend vers 1 à proximité des bords libres, au niveaux desquels l'effet Poisson peut s'exprimer librement. Au contraire, au niveau des mors les valeurs sont inférieures à 0.5, soulignant une tendance vers l'état de cisaillement pur. Enfin, notons que la valeur centrale est d'environ 0.76, ce qui met en évidence un état intermédiaire entre le cisaillement pur et la traction uniaxiale, mais plus proche de cette dernière.

Les observations locales des champs des déformations dans la plaque MA lors de la précharge montrent qu'il s'agit d'un processus qui n'est pas homogène dans toute la plaque. Néanmoins,

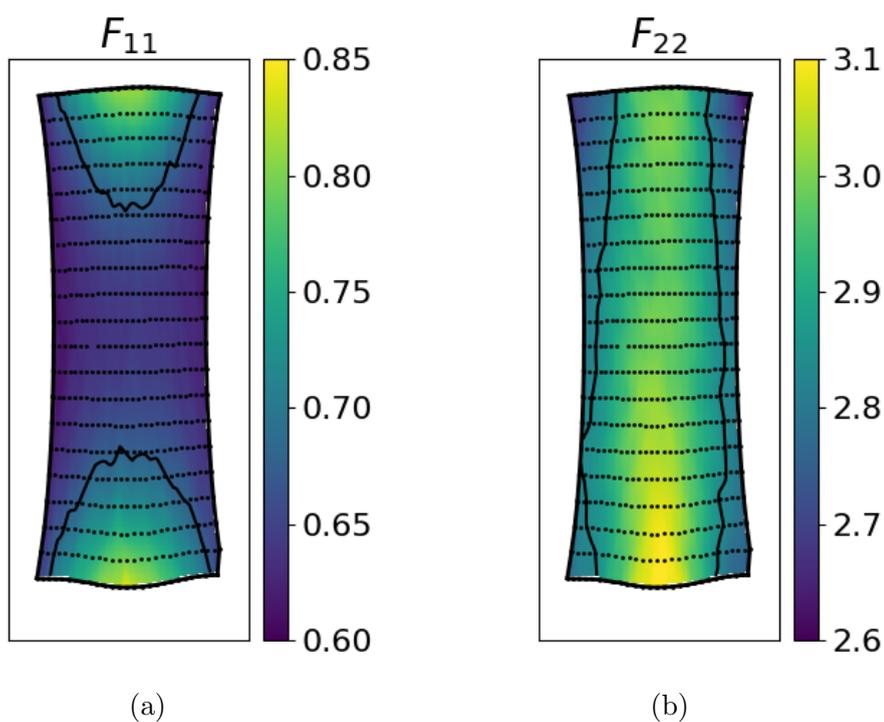


FIGURE 3.31: Champs obtenus pour les composantes principales du tenseur \mathbf{F} , lors de la précharge à 200% de déformation d'une plaque MA. Les lignes délimitent les écarts à 5% de la valeur centrale. (a) F_{11} , valeur centrale : 0.64. (b) F_{22} , valeur centrale : 2.99.

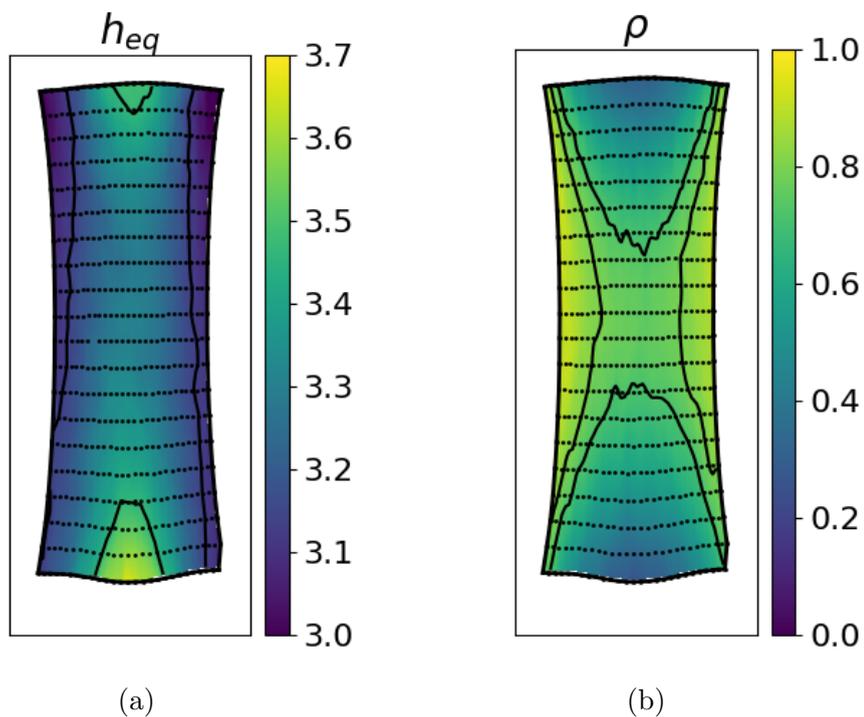


FIGURE 3.32: Champs obtenus pour les invariant du tenseur de Hencky, lors de la précharge à 200% de déformation d'une plaque MA. Les lignes délimitent les écarts à 5% de la valeur centrale. (a) h_{eq} , valeur centrale : 3.30. (b) ρ , valeur centrale : 0.76.

le niveau de déformation choisi constitue un bon compromis entre niveau de précharge et homogénéité, et la région des plaques a été jugée suffisamment homogène. Nous estimons que les régions significativement affectées au niveau des bords libres et des mors correspondent à une largeur d'environ 40 mm par rapport aux bords de la plaque non déformée, dans les deux directions. Ainsi, nous supposons que des essais de fissuration en cisaillement pur peuvent être réalisés sur des éprouvettes découpées dans ces plaques, avec une longueur d'entaille d'au moins 40 mm de longueur. Dans ce cas, la fissure se propagera dans la région relativement homogène. De plus, nous estimons que la région homogène est suffisamment large pour pouvoir découper deux éprouvettes par plaque, de façon symétrique par rapport au centre.

3.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté la méthode appliquée pour évaluer les champs de déformation locaux, puis les résultats obtenus grâce à son application.

Les déplacements de marqueurs physiques sont mesurés au cours d'un essai grâce à une méthode de *tracking*. Pour en déduire les déformations, un maillage construit sur les positions des marqueurs, utilisant des éléments de type Lagrange, a été exploité. Ceci permet de s'affranchir de la discontinuité causée par l'entaille. Une seconde méthode exploitant les formes des marqueurs déformés a été comparée à la première, permettant de la valider. Néanmoins la seconde méthode s'avère moins précise et moins complète.

La première méthode a donc été utilisée pour confronter les champs des déformations dans nos éprouvettes durant les essais aux hypothèses émises par Rivlin et Thomas (1953). Nous avons pu valider ces hypothèses dans le cas de l'essai SENT avec une petite entaille initiale et dans le cas du cisaillement pur. Nous avons également pu constater l'effet d'une grande entaille en SENT sur les déformations locales, justifiant que les hypothèses ne s'appliquent plus dans ce cas. D'autres applications ont été présentées : nous avons quantifié la taille de la zone affectée par la fissure dans les essais de cisaillement pur, ainsi que la qualité du protocole de préchargement des plaques MA. D'autre part, la position de la pointe de fissure dans le référentiel matériel peut être estimé en utilisant l'information des déplacements mesurés.

Chapitre 4

Caractérisation de la fissuration critique de matériaux élastomères

Ce chapitre a pour but de mettre en place un critère de fissuration s'appliquant aux matériaux de cette étude.

Un SBR non chargé, qui se rapproche d'un matériau hyperélastique modèle dans les conditions d'essais considérées, est d'abord étudié. Nous vérifions, en comparant différentes méthodes de détermination de G , qu'il s'agit bien d'une quantité intrinsèque permettant de caractériser la fissuration. Ceci est possible au travers du choix d'une valeur particulière G_c , correspondant à la rupture critique.

Ce critère est ensuite étendu au cas du SBR chargé, dans l'état vierge. En raison d'une phénoménologie de fissuration différente de celle du matériau précédent, de nouvelles méthodes sont envisagées pour justifier le choix de G_c et montrer que cette quantité peut constituer un critère de fissuration.

Une partie de ce chapitre a été publiée dans la référence suivante :

D. Roucou, J. Diani, M. Brieu, et A. Mbiakop-Ngassa. Critical strain energy release rate for rubbers : single edge notch tension versus pure shear tests. International Journal of Fracture, 216(1) : 31–39, Mar. 2019. ISSN 0376-9429, 1573-2673.

Table des matières

4.1	Étude d'un SBR non chargé	99
4.1.1	Introduction	99
4.1.2	Essais de cisaillement pur	100
4.1.3	Essais SENT	103
4.1.4	Comparaison des valeurs de G_c estimées	104
4.2	Extension au SBR chargé	107
4.2.1	Essais SENT	107
4.2.2	Choix de G_c : Vitesse de propagation	108
4.2.3	Effet de la taille de l'éprouvette	112
4.3	Conclusion	115

4.1 Étude d'un SBR non chargé

4.1.1 Introduction

Dans un premier temps, nous nous intéresserons à la gomme de SBR non chargée uniquement, pour laquelle les trajectoires de fissuration sont toujours conformes à la direction attendue, *i.e.* transverse au sens de traction. Nous avons également vérifié le faible effet de la viscoélasticité aux vitesses de traction choisies, sauf en pointe d'entaille éventuellement, si bien que l'hypothèse de quasi-élasticité considérée par Rivlin et Thomas (1953) est vérifiée. L'extension des résultats au SBR chargé sera étudiée dans un second temps.

Dans le chapitre précédent, les champs de déformation locaux ont été étudiés, permettant de justifier les hypothèses adoptées par Rivlin et Thomas (1953) pour les géométries SENT et de cisaillement pur. Cependant, nous avons observé dans le chapitre 2, en particulier dans le cas du cisaillement pur, que lors d'un chargement monotone la fissuration de ce matériau est un processus progressif. Celle-ci démarre lentement, *a priori* à des échelles non observables à l'œil nu (ceci est confirmé par les observations microscopiques de Martin Borret, 1998, dans le cas d'un SBR chargé). La fissuration s'accélère ensuite progressivement, devenant observable macroscopiquement, jusqu'à la rupture complète de l'échantillon. Il est clair que les propriétés globales de l'éprouvette, par exemple l'allongement global en cisaillement pur, seront très différentes selon que l'on considère une amorce de fissuration lente ou la propagation rapide d'une fissure.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer, au sein de ce processus continu, un "point de fonctionnement" qui pourra être utilisé pour caractériser la fissuration dans ces matériaux. En particulier, il s'agira de vérifier que ce point d'observation choisi est bien intrinsèque au matériau, définissant alors un critère de fissuration.

Suivant la littérature, nous tenterons de caractériser la fissuration à l'aide du taux de restitution d'énergie. En particulier, les formules de Rivlin et Thomas (1953) seront considérées, et sont rappelées ici, avec les mêmes notations que précédemment (section 1.4.2) :

$$G = 2.a.K(\lambda).\mathcal{W}_0(\lambda) \quad \text{pour le SENT} \quad (4.1)$$

et

$$G = \mathcal{W}_0(\lambda).h_0 \quad \text{pour le cisaillement pur.} \quad (4.2)$$

Nous considérons ici l'expression générale pour G et λ quelconques, au lieu des valeurs spécifiques G_c et λ_c dans l'écriture précédente de ces expressions, en raison de l'ambiguïté de la propriété matériau que l'on cherche à caractériser. En effet, les remarques précédentes se traduisent, en termes énergétiques, par le fait qu'il existe un ensemble de valeurs de G pour lesquelles la fissuration est observée. L'objectif de cette partie peut être reformulé comme la détermination d'une valeur spécifique $G = G_c$, et la vérification de son caractère intrinsèque au matériau. Une telle quantité permettrait alors de caractériser la fissuration.

Les différentes possibilités qui s'offrent à nous pour calculer G sont récapitulées dans la Figure 4.1. Ce schéma s'organise sous forme d'un tableau, dans lequel les colonnes indiquent la géométrie et les lignes correspondent à la méthode considérée. La première ligne se réfère à la définition du taux de restitution, établie par une analyse de Griffith (1921), *i.e.* en considérant la variation d'énergie stockée selon la taille d'entaille. La seconde désigne les estimations de Rivlin et Thomas (1953) rappelées ci-dessus. Notons que suite aux résultats des sections 2.5.1 et 3.5.1, seules les entailles inférieures à 20% de la largeur de l'éprouvette sont considérées, pour les essais

SENT.

Les relations entre les différents cas sont notées \mathcal{R}_i . Premièrement, les résultats expérimentaux préliminaires ont montré que l'analyse de Griffith (1921) peut être effectuée sur le cisaillement pur, mais pas sur les essais SENT. En effet pour ceux-ci, aucune chute d'effort n'est observée pour une taille d'entaille croissante, avec les moyens utilisés tout du moins. Dès lors, la relation \mathcal{R}_4 , qui permet de valider l'estimation donnée par la formule (4.1), ne peut être vérifiée. Il en va de même pour la relation \mathcal{R}_1 qui définit le caractère intrinsèque de G . En revanche, les essais sur cisaillement pur permettent de vérifier la relation \mathcal{R}_2 , ce qui sera réalisé dans la section 4.1.2. Une analyse de la vitesse de propagation de la fissure est également effectuée dans cette section, permettant de proposer une valeur critique $G = G_c$. Enfin, le caractère intrinsèque de G_c sera étudié dans la section 4.1.4, au travers de la relation \mathcal{R}_3 , en comparant les valeurs estimées sur les deux géométries.

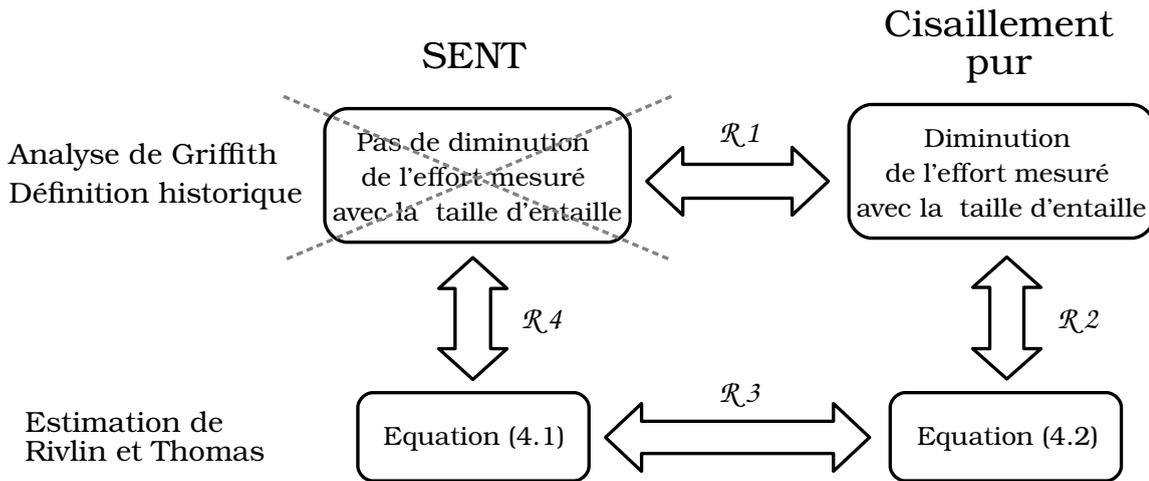


FIGURE 4.1: Récapitulatif des méthodes d'obtention du taux de restitution d'énergie G sur les deux géométries considérées. Les relations entre les différentes options sont notées \mathcal{R}_i et seront étudiées dans le texte.

4.1.2 Essais de cisaillement pur

Comparaison des méthodes d'évaluation de G

Les essais de fissuration en cisaillement pur présentés en section 2.5.2, ayant des longueurs d'entaille initiale comprises entre 20 mm et 70 mm, sont de nouveau examinés. Les courbes donnant l'effort en fonction du déplacement de traverse sont présentées en Figure 4.2. Ces quantités ne sont pas normalisées sous forme d'une contrainte et d'un allongement pour pouvoir obtenir l'énergie stockée par intégration numérique de ces données.

Une analyse de Griffith (1921) est effectuée pour estimer G . Cette quantité peut être calculée pour n'importe quelle valeur de l'allongement global $\lambda = h/h_0$, avec h la hauteur courante et h_0 la hauteur initiale de l'éprouvette. Pour rappel, la définition du taux de restitution d'énergie, pour un échantillon d'épaisseur t , est :

$$G = -\frac{1}{t} \frac{\partial U}{\partial a} \Big|_{\lambda}, \quad (4.3)$$

où a désigne la longueur d'entaille et U l'énergie élastique globale stockée dans l'échantillon à l'extension λ . Pour chaque valeur de λ considérée, nous calculons pour chaque essai l'énergie

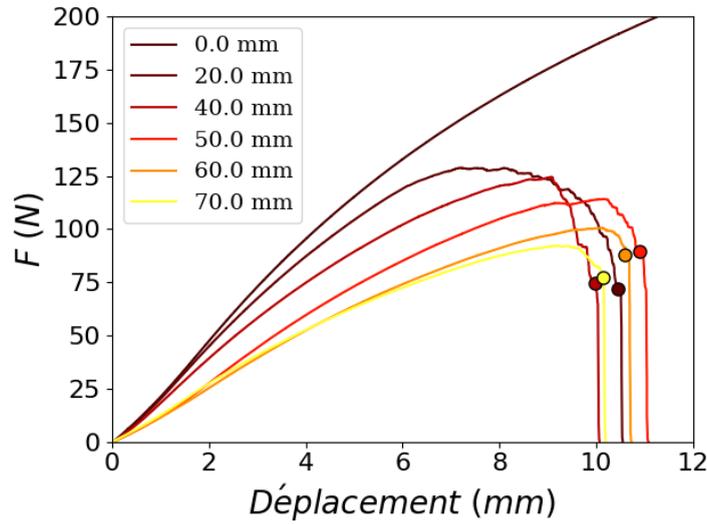


FIGURE 4.2: Effort mesuré F en fonction du déplacement de traverse imposé pour des essais de fissuration en cisaillement pur avec des tailles d'entaille initiale variées. La courbe la plus haute correspond à un essai de référence sans entaille. Les tailles d'entaille initiale sont indiquées dans la légende, et les marqueurs ronds indiquent l'initiation de la rupture critique.

U correspondante, par intégration numérique de l'effort mesuré F en fonction du déplacement $\Delta h = h - h_0$. L'intégration est effectuée sur l'intervalle compris entre $\Delta h = 0$ et le déplacement correspondant à la valeur de λ choisie. Ceci est effectué pour les valeurs de λ comprises dans l'intervalle $[1.05, 1.30]$, par pas de 0.05. La valeur maximale d'allongement de 1.30, correspondant à un déplacement $\Delta h = 7.2$ mm, a été choisie pour rester dans le domaine élastique précédant la propagation, et éviter la dispersion expérimentale aléatoire présentée par les données quand la fissure se propage. L'ensemble des énergies U calculées est représenté en Figure 4.3, en fonction des tailles d'entaille initiale. Notons que plusieurs séries de données sont présentes pour les longueurs d'entaille $a = 30$ mm, 40 mm et 50 mm car plusieurs échantillons ont été testés pour ces longueurs. De plus, les données sont colorées suivant l'allongement λ auquel elles ont été calculées. Pour chaque valeur de λ , les valeurs de $U(a)$ peuvent être bien approximées par une régression linéaire, en accord avec les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953) pour cette géométrie. La pente obtenue pour la régression donne alors directement accès à G par (4.3).

Les valeurs $G(\lambda)$ obtenues sont présentées en Figure 4.4 sous forme de marqueurs rouges. Les barres d'erreurs sont données par l'écart type obtenu pour l'opération de régression linéaire correspondante. Le taux de restitution d'énergie $G(\lambda)$ est également estimé par l'analyse de Rivlin et Thomas (1953) donnée par l'équation (4.2). Les valeurs de \mathcal{W}_0 sont calculées avec la réponse obtenue pour l'essai de référence sans entaille représenté en Figure 4.2. Pour tenir compte d'un éventuel glissement au niveau des mors durant les essais de fissuration, estimé inférieur à 1 mm aux niveaux d'allongements considérés, l'équation (4.2) est calculée pour la hauteur initiale h_0 ainsi que pour la hauteur modifiée $h_0 + 1$ mm, fournissant un encadrement qui donne une estimation de l'erreur expérimentale. Les estimations de G données par les deux méthodes montrent une comparaison satisfaisante, ce qui valide l'utilisation de (4.2) pour estimer cette quantité.

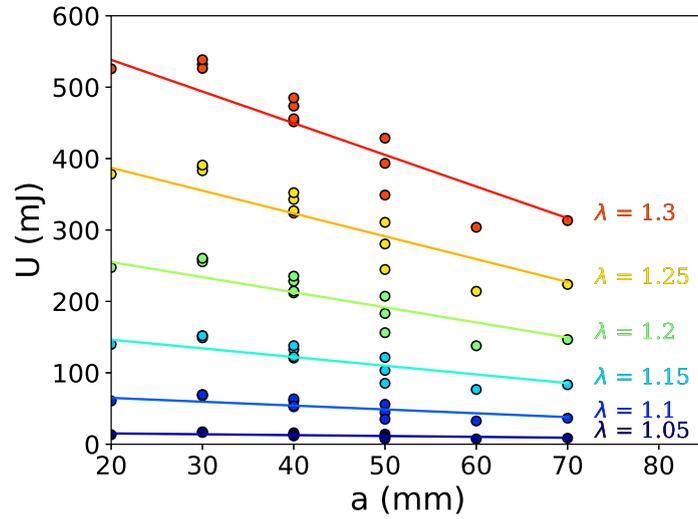


FIGURE 4.3: Énergie élastique U en fonction de la longueur d'entaille initiale a , calculée sur des essais de fissuration en cisaillement pur pour différentes valeurs de l'allongement global λ .

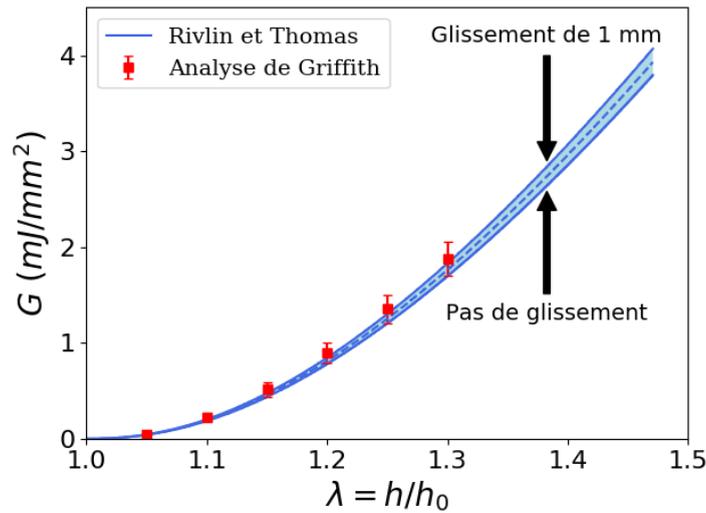


FIGURE 4.4: Comparaison des valeurs du taux de restitution d'énergie évalué par analyse de Griffith (1921) et par l'estimation de Rivlin et Thomas (1953). Pour cette dernière, des hauteurs d'éprouvettes correspondant à un glissement nul et à un glissement de 1 mm sont considérées.

Choix de λ_c et G_c

Dans les essais préliminaires (section 2.5.2), nous avons observé une corrélation entre les faciès de rupture obtenus et le phénomène de fissuration. La fissure se propage d'abord de manière lente, produisant des surfaces rugueuses. Ensuite, le reste de la section cède quasi-instantanément, produisant des faciès lisses. Ce changement de comportement entre fissuration lente et fissuration critique est marqué sur les courbes présentées en Figure 4.2 par un rond coloré. Avant ce point, les courbes montrent une inflexion due à la propagation lente. La fissuration critique est en revanche caractérisée par une chute soudaine de l'effort mesuré, pour une valeur critique de l'allongement global que l'on notera λ_c . Nous remarquons que, dans la dispersion expérimentale,

λ_c est obtenu indépendant de la taille d'entaille initiale. Notons que par application de (4.2), ceci est une condition nécessaire pour obtenir une valeur de G constante.

Nous choisissons de nous intéresser dans la suite à la valeur particulière du taux de restitution d'énergie correspondant à la transition observée dans la fissuration. Cette quantité, correspondant au début de la fissuration critique, sera nommée taux de restitution d'énergie critique et notée G_c . Pour chaque essai de fissuration en cisaillement pur, elle est calculée à partir de l'allongement critique λ_c . Les valeurs obtenues sont comparées aux valeurs estimées sur les essais SENT dans la section 4.1.4.

4.1.3 Essais SENT

Les résultats de fissuration pour les essais SENT, présentés à la section 2.5.1, sont à nouveau considérés dans le but d'estimer la valeur de G_c pour chaque essai de cette géométrie. Pour rappel, les tailles d'entaille initiale a sont réalisées entre 0.89 et 5.32 mm, inférieures à 20% de la largeur d'éprouvette (30 mm), pour que les hypothèses de Rivlin et Thomas (1953) s'appliquent.

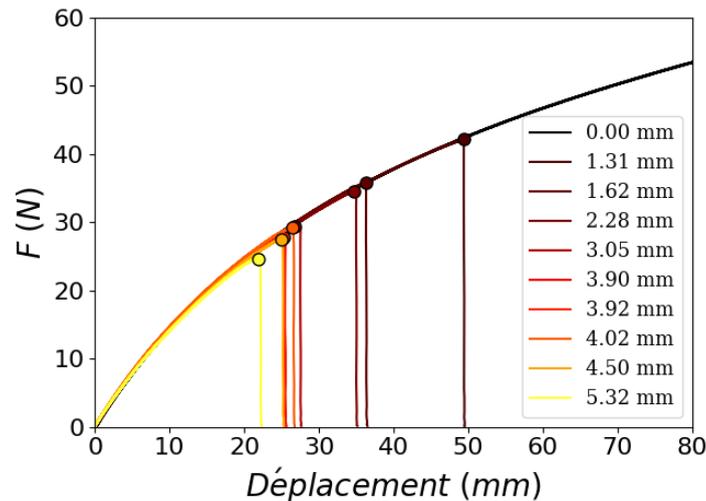


FIGURE 4.5: Effort mesuré F en fonction du déplacement de traverse imposé pour des essais SENT avec des tailles d'entaille initiale variées. L'essai de référence sans entaille est également représenté. Les tailles d'entaille initiale sont indiquées dans la légende, et les marqueurs ronds indiquent l'initiation de la rupture critique.

Les courbes donnant l'effort mesuré en fonction du déplacement $\Delta L = L - L_0$ sont représentées en Figure 4.5. Contrairement au cas des essais en cisaillement pur, les courbes ne montrent pas d'inflexion progressive avant la rupture : la chute d'effort est soudaine, à une valeur de l'allongement donnée que l'on considérera être l'allongement à rupture critique λ_c , marquée par un rond plein en Figure 4.5. Pour rappel, nous avons pu noter une dépendance de λ_c en fonction de la taille d'entaille initiale a . Au contraire de la géométrie précédente, la condition nécessaire donnée par la formule de Rivlin et Thomas (1953) correspondante, (4.1), implique la dépendance de λ_c sur la taille d'entaille considérée. Chaque essai permet de donner une estimation de G_c , obtenue par (4.1), évaluée en λ_c et prenant la taille d'entaille initiale a . Les valeurs sont présentées et discutées dans le paragraphe suivant.

4.1.4 Comparaison des valeurs de G_c estimées

Les estimations de G_c par les formules de Rivlin et Thomas (1953) sont présentées en fonction des longueurs d'entaille initiale a dans les Figures 4.6a et 4.6b, pour les essais en cisaillement pur et en SENT respectivement. Les essais de cisaillement pur montrent une valeur indépendante de a , avec une dispersion relativement faible, avec une moyenne et un écart type de 3.36 ± 0.20 mJ/mm². Cette valeur, caractérisant la fissuration critique dans l'essai de fissuration en cisaillement pur, peut être défendue comme la valeur de référence, soutenue par l'analyse de Griffith (1921) précédente. Les valeurs estimées sur les essais SENT montrent également une indépendance sur la taille d'entaille initiale, ainsi qu'une dispersion faible. La moyenne et l'écart-type obtenus sont de 1.29 ± 0.22 mJ/mm², montrant une valeur moyenne significativement plus faible que pour les essais de cisaillement pur.

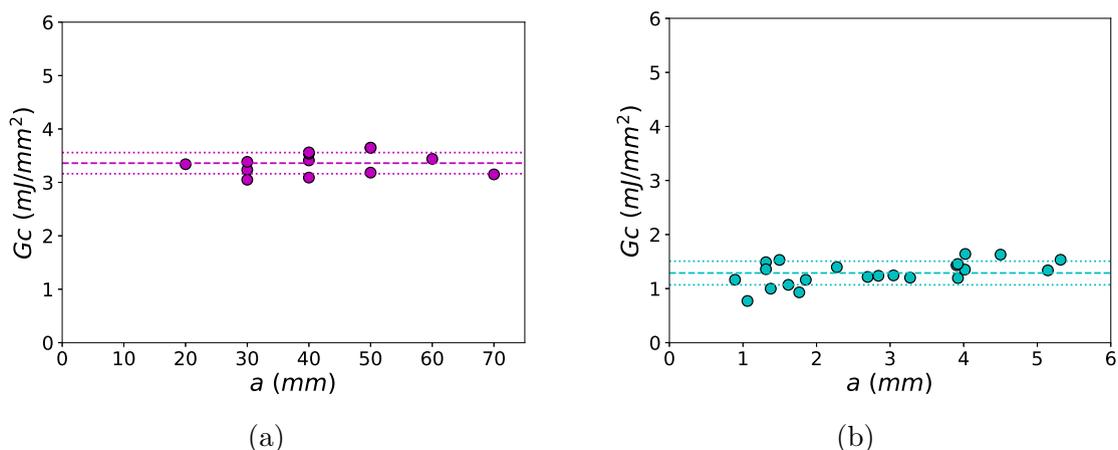


FIGURE 4.6: Valeurs estimées pour le taux de restitution d'énergie critique G_c pour chaque géométrie, en fonction des tailles d'entaille initiale a . Les valeurs sont estimées pour chaque essai par les formules de Rivlin et Thomas (1953). (a) Cisaillement pur. (b) SENT.

Différents aspects des méthodes expérimentales et analytiques utilisées peuvent être mises en cause pour tenter d'expliquer la source de cette contradiction. Premièrement, des contributions viscoélastiques causées par des états de déformation différents peuvent être envisagées. Loin de la pointe d'entaille, aux vitesses de traction considérées, la gomme étudiée présente peu de viscoélasticité et est proche d'un matériau hyperélastique modèle. Comme mentionné précédemment, il peut y avoir de la dissipation viscoélastique à proximité de la pointe d'entaille, en raison des déformations locales considérablement amplifiées. Toutefois, ceci ne devrait *a priori* pas suffire à justifier la différence observée dans les valeurs de G_c sur les deux géométries. Deuxièmement, l'impossibilité de vérifier les résultats obtenus pour les essais SENT par une analyse de Griffith (1921) constitue une pierre d'achoppement pour la validation de ces estimations du taux de restitution d'énergie critique. L'expression (4.1) n'a pas été testée de façon extensive d'un point de vue expérimental au delà des résultats de Greensmith (1963) et peut donc être remise en question. Toutefois, les études numériques figurant dans la littérature montrent que, bien qu'elle puisse ne pas être tout à fait exacte, cette expression ne devrait pas conduire à une telle différence dans l'estimation de G_c .

L'expression (4.1) a été évaluée avec λ_c , l'allongement final mesuré, et la taille d'entaille initiale a . Les courbes des efforts mesurés pour les essais SENT ne présentent aucune indication d'une propagation précédant la rupture critique, de même pour les films pris durant les essais.

Toutefois, nous avons vu qu'une petite variation de la longueur d'entaille est indiscernable sur les courbes des efforts mesurés, qui se superposent à la courbe de référence d'un échantillon non entaillé, et les films des essais SENT ne permettent pas la distinction entre propagation d'entaille et déformation élastique pure. En outre, les essais de cisaillement pur ont montré que la rupture critique s'accompagne d'une étape préliminaire de fissuration lente produisant des faciès de rupture rugueux. Les faciès obtenus en SENT, observés dans le sens de la propagation, montrent également une petite région présentant un aspect rugueux juste derrière l'entaille initiale, avant de montrer un faciès lisse. Ceci est illustré en Figure 4.7.

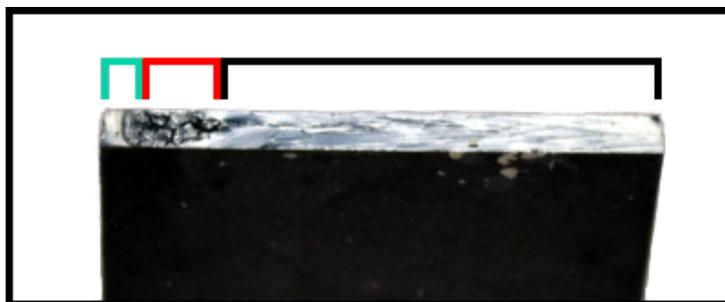


FIGURE 4.7: Illustration représentative des faciès de rupture obtenus pour les essais SENT, sur le SBR non chargé. L'entaille initiale, à gauche, est marquée en cyan. Les surfaces rugueuses sont indiquées au milieu en rouge et les surfaces lisses en noir à droite.

Par analogie avec le cas du cisaillement pur, la longueur de fissure au moment de la fissuration critique pourrait en réalité être différente de la longueur d'entaille initiale, à cause d'une étape préliminaire de fissuration lente, indiquée par les surfaces rugueuses du faciès de rupture. Cette proposition est explorée par la prise en compte de longueurs d'entaille actualisées pour quelques essais SENT. Remarquons que dans le cas du cisaillement pur, G_c est indépendant de la longueur d'entaille. La croissance lente de la fissure antérieure à la propagation critique n'a donc aucun impact sur l'estimation de G_c pour cette géométrie. Les longueurs d'entaille modifiées en SENT, notées \hat{a} , sont évaluées par la mesure post-mortem des tailles des régions rugueuses sur les faciès de rupture, qui sont additionnées à la longueur d'entaille initiale. Les mesures de \hat{a} ne peuvent pas être effectuées très précisément, car la transition de la surface rugueuse vers la surface lisse se produit graduellement et de manière non constante dans l'épaisseur de l'échantillon. Ceci est représenté en Figure 4.8, sur laquelle la longueur de la région rugueuse est encadrée respectivement par une valeur minimale da_1 et une valeur maximale da_2 . Les valeurs normalisées des longueurs mesurées da_1/a et da_2/a ne montrent pas de dépendance sur la longueur d'entaille initiale a , et sont comprises entre 0.76 à 1.86 avec une moyenne de 1.09 pour da_1/a , et entre 1.49 à 3.09 avec une moyenne de 2.13 pour da_2/a .

Par la suite, les valeurs estimant le taux de restitution d'énergie critique précédemment calculées sont corrigées en prenant en compte les longueurs d'entaille modifiées $\hat{a} = a + da_i$ où $i \in \{1, 2\}$. Les valeurs obtenues en utilisant da_1 et da_2 devraient respectivement fournir une borne inférieure et une borne supérieure pour G_c . Les valeurs obtenues et les moyennes correspondantes sont représentées en Figure 4.9, par des symboles et des traits en pointillés respectivement. Les valeurs moyennes obtenues précédemment pour les essais en cisaillement pur (Figure 4.6a) et en SENT sans correction (Figure 4.6b) sont également indiquées sur la figure, en trait plein.

Lorsque les longueurs d'entaille corrigées sont employées, les valeurs de G_c estimées pour les essais SENT sont en adéquation avec celles du cisaillement pur. Nous pouvons remarquer que les longueurs d'entaille modifiées, précédant la rupture critique, peuvent dans certains cas excéder

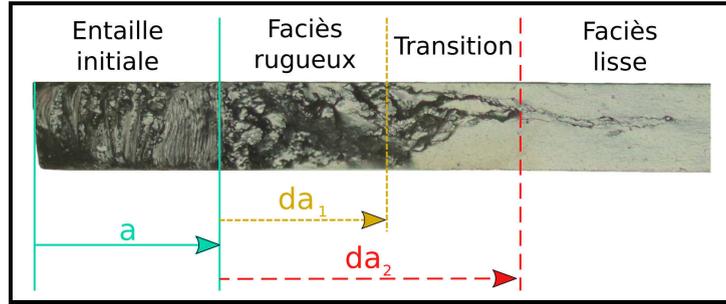


FIGURE 4.8: Estimation post-mortem des longueurs d'entaille réelles précédant la fissuration critique. Ces longueurs sont estimées par la longueur du faciès rugueux ajoutée à la longueur d'entaille initiale.

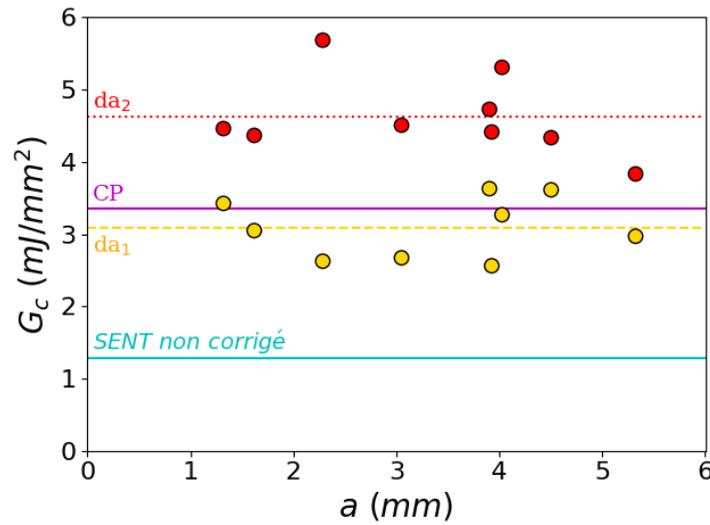


FIGURE 4.9: Valeurs du taux de restitution d'énergie obtenues en évaluant la formule (4.1) pour des longueurs d'entaille modifiées $a + da_1$ (rouge) et $a + da_2$ (jaune). Les symboles représentent les valeurs obtenues sur chaque essai, et les lignes en pointillés les valeurs moyennes obtenues pour da_1 et da_2 respectivement. Les valeurs moyennes des Figures 4.6a (Cisaillement pur, noté "CP") et 4.6b (SENT non corrigé) sont indiquées.

la condition limite de 20% de la largeur d'éprouvette. Néanmoins, cette condition sert à limiter la flexion de l'éprouvette observée pour les grandes entailles (section 3.5.1) et à assurer un état de tension uniaxiale dans l'échantillon avant rupture. La bonne superposition des efforts mesurés en Figure 4.5 est une validation expérimentale que cet état est maintenu jusqu'à la rupture critique. En effet, les résultats préliminaires (section 2.5.1) montrent que si les entailles sont trop longues et qu'elles entraînent la flexion des éprouvettes, alors l'effort mesuré est amoindri, conformément à la théorie de Griffith (1921). Alors, nous estimons que (4.1) peut également être utilisée pour évaluer G_c sur tous les échantillons étudiés dans cette section.

Pour conclure, une estimation erronée de la longueur d'entaille avant rupture critique, reposant sur les longueurs initiales, semble bien expliquer la différence initialement obtenue entre les estimations du taux de restitution d'énergie critique G_c dans la géométrie SENT et celle de cisaillement pur. Bien que l'exactitude de l'équation (4.1) ne puisse être validée par une analyse de Griffith (1921) et que l'estimation obtenue sur les essais SENT ne soit pas exacte, pour cause d'une longueur d'entaille exacte avant rupture critique difficile à estimer, la bonne adéquation

des valeurs estimées par les formules de Rivlin et Thomas (1953) sur les deux géométries valident la relation $\mathcal{R}3$ (Figure 4.1). Ayant de plus validé auparavant la relation $\mathcal{R}2$, l'utilisation de l'équation (4.1) pour estimer G_c en SENT est à son tour validée. En outre, cette valeur particulière du taux de restitution d'énergie, choisie comme la transition entre fissuration lente et fissuration critique, constitue bien une quantité intrinsèque au matériau, indépendante de la géométrie choisie. Un critère de fissuration critique en mode I est alors donné par $G \geq G_c$.

Les résultats présentés dans cette partie nous permettent enfin de justifier par la suite le choix des essais de cisaillement pur par rapport aux essais SENT pour estimer G_c . Non seulement une réelle analyse de Griffith (1921) a pu être appliquée à cette géométrie, validant clairement l'utilisation de l'équation (4.2), mais de plus, pour une géométrie donnée, la fissuration critique est indépendante de la longueur d'entaille. Ceci permet d'éviter la mesure de celle-ci, qui peut être une source d'erreurs supplémentaires, comme illustré par la dispersion des valeurs en SENT (Figure 4.9). Enfin, la grande largeur caractérisant cette géométrie permet l'observation du processus de fissuration ainsi que des faciès de rupture, ce qui est plus difficile pour les essais SENT.

4.2 Extension au SBR chargé

Suite aux résultats obtenus sur le SBR non chargé, nous nous intéressons à la détermination de l'allongement à rupture critique sur le SBR chargé, dans un premier temps avec un historique de chargement vierge uniquement. Nous suivons la démarche adoptée dans la grande majorité des études expérimentales sur les élastomères chargés au noir de carbone, qui estiment directement le taux de restitution d'énergie G par les formules de Rivlin et Thomas (1953), incluant (4.1) et (4.2), sans tenir compte de l'effet Mullins présenté par de tels matériaux. L'effet d'un préchargement et d'une dissipation causée par effet Mullins seront étudiés dans le chapitre 5.

4.2.1 Essais SENT

Les avantages présentés par les essais en cisaillement pur ont précédemment été évoqués dans la section précédente. Cependant, l'exploitation d'essais SENT a permis de confirmer le caractère intrinsèque de la valeur spécifique G_c étudiée.

Pour le SBR chargé, nous ne pouvons procéder de la même manière, car les essais SENT ne peuvent être exploités pour estimer G_c . En effet, nous avons vu sur le premier matériau qu'une phase de fissuration lente était présente avant la rupture critique, caractérisée par des surfaces rugueuses sur les faciès de rupture. Par ailleurs, les éprouvettes avec grandes entailles initiales ont montré un faciès rugueux majoritaire (Figure 2.16, section 2.5.1), démontrant que dans cette situation la fissuration lente domine la rupture. Nous avons également vu que pour le SBR chargé, ces éprouvettes dans les mêmes conditions exhibaient des rotations de fissures importantes. Par analogie avec la gomme sans charges, nous pouvons supposer que la fissuration lente pour le second matériau se caractérise, dans les essais SENT, par les déviations des trajectoires de fissuration. Cette hypothèse est appuyée par les faciès de rupture obtenus en SENT sur le SBR chargé, illustrés en Figure 4.10.

Ces photographies montrent la présence d'une petite rotation de fissure initiale, précédant la rupture critique pour laquelle la trajectoire de fissuration est droite. Par analogie avec la gomme non chargée, cette rotation se produit vraisemblablement durant une phase de fissuration lente préliminaire. Initialement, la fissure semble se propager avec un angle compris entre 45°

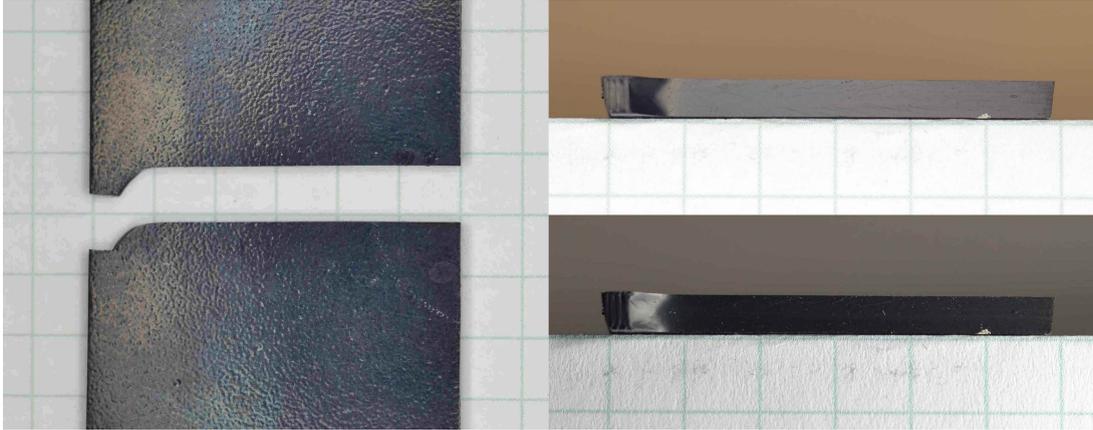


FIGURE 4.10: Illustration des observations post-mortem réalisées sur éprouvettes SENT, pour le SBR chargé. Les trois images sont prises sur le même échantillon, l'entaille initiale est toujours à gauche des images. Gauche : Trajectoire de fissuration. Droite : faciès de rupture sous illuminations différentes, éclairage central (haut) et éclairage venant de la droite (bas).

et 90° selon les échantillons, produisant la structure illustrée en Figure 4.10. La rotation de fissure forme une petite protubérance visible sur la moitié supérieure de l'éprouvette. Le faciès de rupture obtenu sur cette demi-éprouvette est illustré sur les deux photos de droite dans la Figure 4.10. La photo du haut est prise sous une illumination centrale, *i.e.* une lumière incidente perpendiculaire à la section d'entaille initiale, elle-même parallèle à la section droite obtenue lors de la rupture critique. La photo du bas est prise avec un éclairage décentré sur la droite, avec un angle d'incidence de l'ordre de 45° . Nous remarquons que contrairement à la surface droite finale, la section formée par la rotation de fissure n'est pas plane, comme illustré par la transition en forme de chevron entre les deux sections. Ceci pourrait suggérer une fissuration en mode mixte, incluant notamment une composante en mode III (hors plan).

Selon [Gabrielle et al. \(2011\)](#), ces rotations de fissure à l'initiation sont équivalentes structurellement à un émoussement de la pointe d'entaille, formant un rayon de fond d'entaille équivalent. L'équation (4.1) ne s'applique donc plus, à défaut d'une formule prenant en compte ce rayon telle que celle donnée par [Thomas \(1955\)](#) (Eq. 1.32, section 1.4.3). Néanmoins, la détermination d'un rayon de fond d'entaille équivalent, en supposant qu'une telle considération suffise à estimer G_c , est loin d'être immédiate. Les essais SENT seront donc abandonnés au profit des essais de cisaillement pur pour l'étude du SBR chargé.

4.2.2 Choix de G_c : Vitesse de propagation

Nous considérons les essais de cisaillement pur effectués sur le SBR chargé, présentés dans le chapitre 2, section 2.5.2. Nous avons vu que contrairement au cas du SBR non chargé, pour lequel la transition entre fissuration lente et rapide est facilement observable sur les faciès de rupture, le second matériau est plus complexe à analyser. En effet, contrairement aux essais SENT, la fissuration lente n'est pas caractérisée par des rotations de fissure sévères, et les faciès de rupture ne montrent pas de variation de rugosité évidente comme pour le premier matériau. Notons que de légères déviations de fissure sont parfois observées. Cet aspect sera ignoré dans le présent chapitre et développé au chapitre 5.

En l'absence de faciès rugueux, nous cherchons à vérifier si la chute d'effort observée à la rupture critique correspond bien à une transition physique dans le processus de fissuration comme

dans le cas du SBR non chargé. En particulier, l'intérêt de cette démarche est de s'assurer que la valeur calculée de G_c est bien une grandeur caractéristique de la fissuration critique pour ce matériau et n'est pas uniquement causée par l'évolution structurale de l'éprouvette lorsque la fissure se propage. Nous proposons pour cela d'étudier la vitesse de propagation de la fissure durant l'essai de cisaillement pur. Les résultats seront présentés sur un échantillon représentatif, dont la longueur d'entaille initiale mesure 30 mm de long.

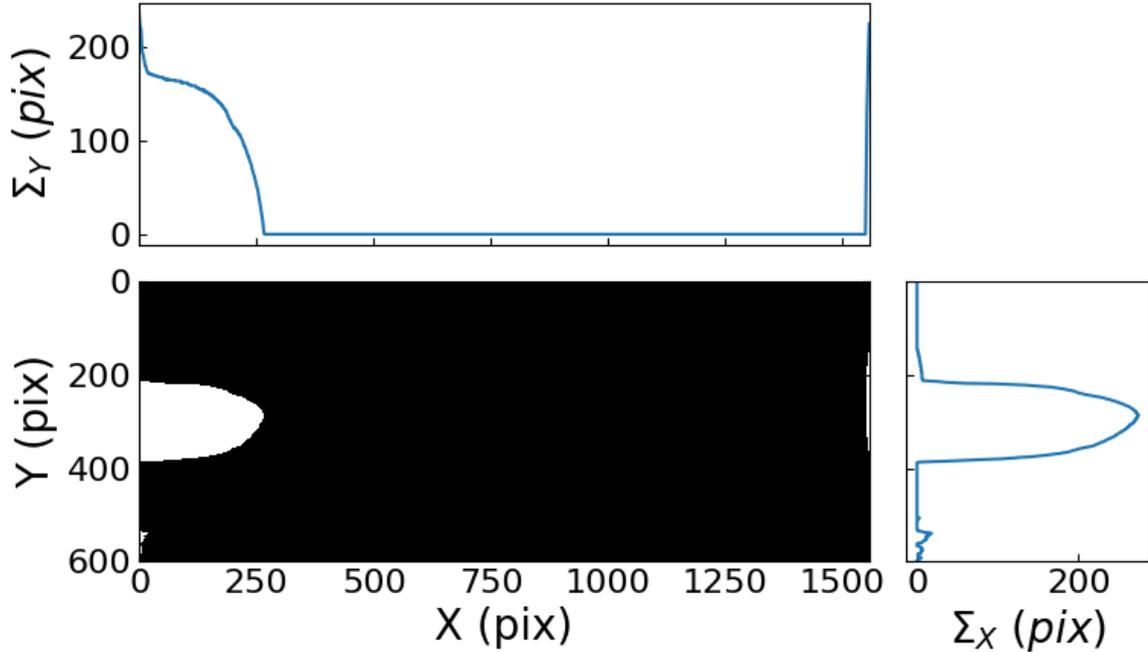


FIGURE 4.11: Illustration de l'algorithme utilisé pour détecter la pointe d'entaille sur chaque image. L'image en bas à gauche représente une image binarisée, l'intérieur de l'entaille ouverte lors de la traction est visible en blanc. Les graphes en haut et à droite représentent les fonctions $\Sigma_Y(X)$ et $\Sigma_X(Y)$ décrites dans le texte.

Pour chaque image de l'essai, la pointe d'entaille est détectée par un algorithme d'analyse d'images exploitant le contraste entre l'intérieur de l'entaille déformée et la surface de l'éprouvette. Premièrement, l'image est binarisée avec un niveau de seuillage adéquat. L'image binarisée fournit l'intérieur de l'entaille en blanc (pixels valant 1) et l'éprouvette en noir (pixels valant 0), permettant d'observer nettement le contour de l'entaille à la frontière entre ces deux domaines. Notons que des artefacts peuvent être présents sur la surface de l'éprouvette sous forme de taches blanches en raison du seuillage effectué. Ceux-ci sont éliminés en supprimant tout objet blanc à l'exception de ceux qui sont en contact avec un bord (fonction *binary_fill_holes* du module Scipy, Jones et al., 2001). Ceci étant le cas de l'intérieur de l'entaille, cet objet est préservé. Le résultat final est illustré en Figure 4.11 en bas à gauche.

Nous calculons ensuite les fonctions définies par :

$$\Sigma_Y(X) = \sum_{Y_{min}}^{Y_{max}} v(X, Y) \quad \text{et} \quad \Sigma_X(Y) = \sum_{X_{min}}^{X_{max}} v(X, Y),$$

où $v(X, Y)$ donne la valeur du pixel de coordonnées (X, Y) . Les profils obtenus sont représentés en

Figure 4.11, sur les graphes en haut et à droite. Les pixels blancs et noirs valant respectivement 1 et 0, ces fonctions reviennent à dénombrer le nombre de pixels blancs dans chaque ligne ou colonne de pixels dans l'image. Ensuite, les profils obtenus sont exploités pour déterminer les coordonnées précises de la pointe d'entaille : Σ_Y permet d'obtenir la coordonnées en X en déterminant le point où cette fonction s'annule, et Σ_X donne la coordonnée en Y là où elle est maximale.

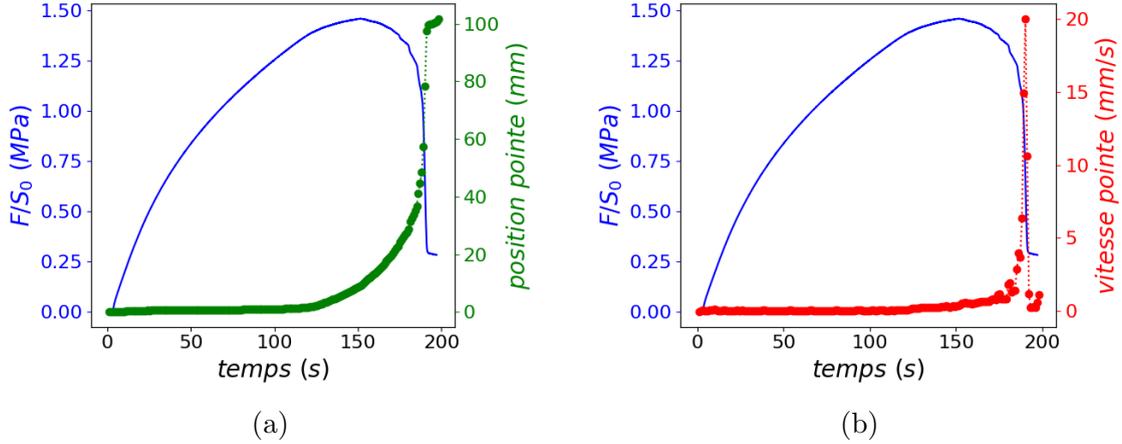


FIGURE 4.12: Comparaison entre les quantités estimées par détection de la pointe d'entaille, et l'effort normalisé par la section initiale S_0 , représentés en fonction du temps. (a) Position de la pointe d'entaille. (b) Vitesse de la pointe d'entaille.

La position de la pointe d'entaille est ainsi estimée sur chaque image prise durant l'essai, permettant de comparer la position de la pointe d'entaille au signal d'effort mesuré (Figure 4.12a). En particulier, la vitesse de la pointe d'entaille (Figure 4.12b) est déduite de la position par dérivation numérique, en utilisant un schéma de différences finies centrées d'ordre 2 (fonction *gradient* du module Numpy, [Oliphant, 2015](#)). Cette méthode donne une estimation raisonnable de la vitesse instantanée lorsque la fréquence d'acquisition des images est suffisamment grande par rapport au déplacement de la pointe d'entaille. En revanche, lors de la propagation critique la vitesse de la pointe devient grande par rapport à la fréquence d'acquisition choisie, et il est possible que la vitesse calculée estime mal la vitesse réelle. Malgré cela, nous observons une parfaite correspondance entre la chute d'effort mesurée et un pic de vitesse pour laquelle la vitesse de propagation est au moins de l'ordre de 10 mm/s.

Nous ne considérons que la position et la vitesse selon X , *i.e.* la direction de propagation, car il a été observé que l'intégration du déplacement selon Y modifiait la vitesse totale estimée de façon négligeable, en plus d'augmenter le bruit de mesure. Remarquons que la vitesse présentée correspond à la vitesse de la pointe d'entaille dans le repère spatial. Nous argumentons que les phénomènes physiques liés à la fissuration sont davantage corrélés à la vitesse de propagation dans le référentiel lagrangien. Ce point a précédemment été défendu par [Corre \(2018\)](#), dans le contexte de la fissuration dans des conditions dynamiques, qui assimile la propagation d'une fissure à celle d'une onde dans le matériau.

Nous estimons que dans la géométrie particulière considérée, la vitesse spatiale fournit une approximation sommaire de la vitesse dans la configuration de référence. En effet, ces quantités peuvent être différentes en raison des déformations dans l'éprouvette, mais nous supposons l'effet de ces déformations faibles sur la vitesse estimée. Nous avançons pour cela deux arguments : d'une part, les champs de déformation présentés à la section 3.5.2, Figure 3.23, ont montré que la

région en état de cisaillement pur s'étend presque jusqu'à la pointe de fissure. Or dans cet état, l'allongement transverse vaut 1, impliquant une égalité des vitesses lagrangienne et eulérienne d'un point se déplaçant dans la direction correspondante. Notre mesure des déformations locales ne permet pas de donner l'état des déformations jusqu'à la pointe de la fissure et celui-ci n'est pas nécessairement en cisaillement pur à cet endroit. Cependant, l'effet de la région affectée est négligé en raison de sa petite taille. D'autre part, le déplacement de la pointe d'entaille causé par la déformation pure peut être observé directement en Figure 4.12. Nous observons sur cet exemple, que pour un temps compris entre 0 et 100 secondes environ, la vitesse de la pointe est quasi-nulle, ce qui correspond vraisemblablement à l'ouverture élastique pure de l'entaille. Le déplacement de la pointe sur cet intervalle de temps est négligeable par rapport aux déplacements postérieurs, qui correspondent à la propagation de la fissure.

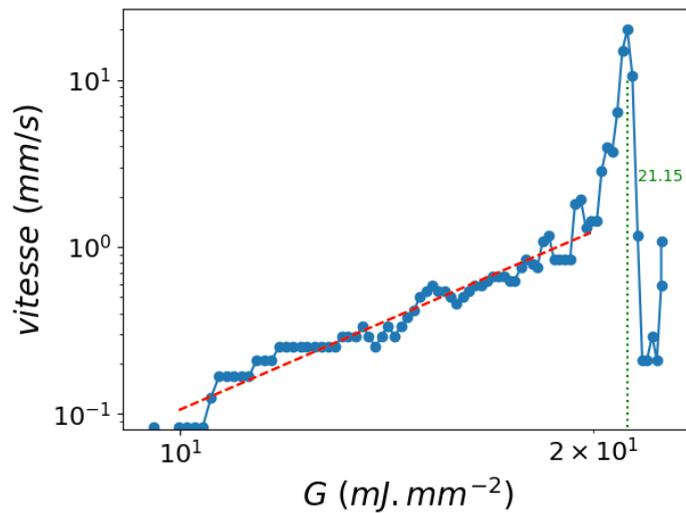


FIGURE 4.13: Vitesse de la pointe d'entaille en fonction du taux de restitution d'énergie G , dans un graphe en échelle logarithmique. Le valeur de G_c estimée est indiquée en vert. La première partie de la courbe est approximée par une régression linéaire, représentée en pointillés rouges.

La vitesse de propagation estimée est représentée dans un repère log-log, en Figure 4.13, en fonction du taux de restitution d'énergie appliqué. Cette représentation permet une meilleure visualisation des faibles vitesses, qui sont écrasées par les hautes vitesses obtenues à la rupture critique pour une échelle classique (Figure 4.12b). G est calculé en chaque instant par (4.2). Notons que G_c est estimé à 21.15 mJ/mm² sur cet essai, correspondant à l'occurrence simultanée de la chute d'effort et du pic de vitesse (Figure 4.12b). La vitesse estimée est bien approximée par une régression linéaire, représentée par une ligne en pointillés rouges dans la Figure 4.13, jusqu'à une valeur légèrement inférieure à G_c . Le coefficient de corrélation r calculé est de 0.97. À l'approche de G_c , la vitesse estimée montre un changement de comportement soudain, marqué par un changement d'ordre de grandeur. Bien que les vitesses calculées au voisinage de la propagation critique puissent être inexactes pour les raisons évoquées précédemment, les approximations faites ne justifient pas l'amplitude de la modification de vitesse observée.

Les résultats obtenus font écho à des résultats expérimentaux (Kadir et Thomas, 1981) et théoriques (Maugis, 1985; Fukahori et al., 2013) de la littérature, qui montrent de tels sauts de la vitesse de propagation. Ce saut est illustré dans ces études par la présence d'un plateau

dans le graphe traçant G en fonction de vitesse, en échelle logarithmique¹. En outre, les études théoriques citées justifient ce saut de vitesse par la viscoélasticité du matériau. Ceci sort du cadre de notre étude, nous nous contenterons alors de reconnaître l'existence de cette transition physiquement fondée sans chercher à l'expliquer au delà des théories proposées dans ces études.

La chute d'effort mesurée, définissant une valeur de l'allongement critique λ_c , correspond donc bien à une transition physique entre une fissuration lente et la rupture critique de l'échantillon comme pour le SBR non chargé, même si la rugosité des faciès de rupture obtenus ne présente pas de différence observable à l'œil nu. La valeur de G_c correspondante, estimée par (4.2), est donc bien caractéristique d'un phénomène physique. Il nous reste désormais à étudier le caractère intrinsèque ou non de cette grandeur.

4.2.3 Effet de la taille de l'éprouvette

Le taux de restitution d'énergie critique G_c peut constituer un critère de fissuration critique, à condition d'être indépendant de la structure étudiée. Sur le premier matériau, l'indépendance de G_c par rapport à la géométrie a été démontrée en comparant les valeurs estimées soit en cisaillement pur, soit en SENT. La seconde géométrie s'est révélée inexploitable pour le SBR chargé vierge (section 4.2.1). Nous proposons de vérifier le caractère intrinsèque de la mesure de G_c sur les essais de cisaillement pur, à l'aide d'échantillons de dimensions variées. Les dimensions d'éprouvettes considérées sont illustrées en Figure 4.14 et détaillées ci-dessous.



FIGURE 4.14: Éprouvettes de cisaillement pur de tailles différentes utilisées pour évaluer l'effet de la taille d'éprouvette sur les propriétés de fissuration. Les différentes dimensions sont indiquées dans le texte.

1. Nous remarquons qu'une telle représentation pourrait expliquer le fait que nous n'ayons jamais observé de fissuration de type "stick-slip" dans nos essais. En effet, ce type de fissuration apparaît lorsqu'une vitesse de propagation moyenne, correspondant à une valeur du plateau mentionné, est imposée. Dans notre cas, G est imposé monotone croissant, conduisant au saut de vitesse observé.

Tous les échantillons ont un historique de chargement vierge, d'où la notation "VG" adoptée dans les dénominations de ces séries d'essais. Les échantillons de la série VG_s1 sont de tailles "standard", correspondant aux essais précédents. Pour rappel, ces dimensions sont de 20 mm \times 147 mm \times 2.4 mm (hauteur h_0 \times largeur w \times épaisseur t). Les essais de la série VG_s2 présentent la même largeur et épaisseur, mais une hauteur deux fois plus petite, de 10 mm. Les échantillons de la série VG_s3 sont pour leur part deux fois moins hautes et moins large que la dimension standard, *i.e.* de dimensions 10 mm \times 73.5 mm \times 2.4 mm.

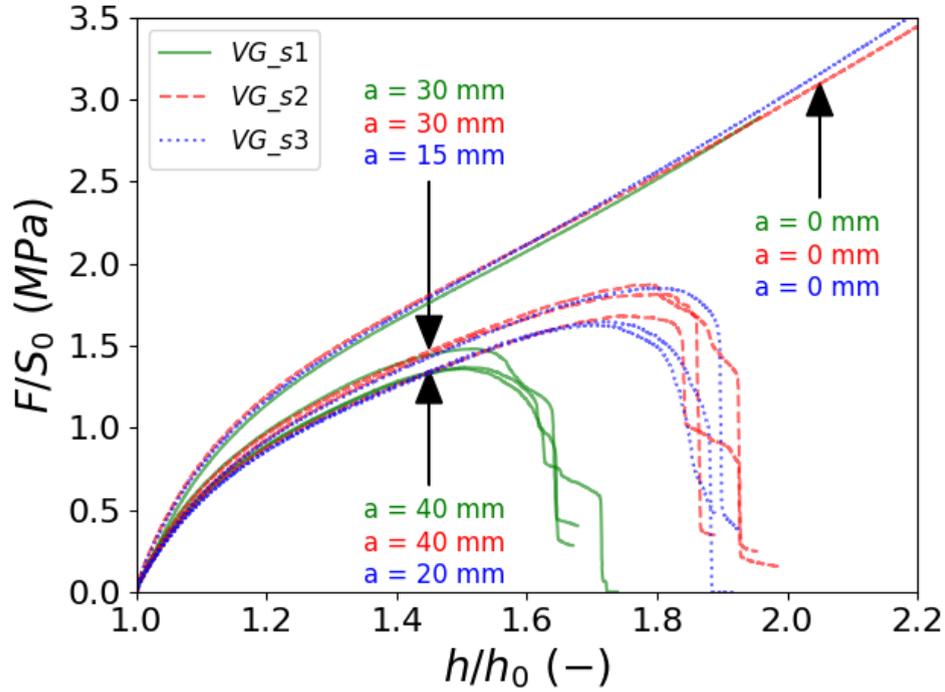


FIGURE 4.15: Courbe de l'effort mesuré F , normalisé par la section initiale non entaillée S_0 , en fonction de l'allongement global h/h_0 . Des essais de fissuration avec différentes tailles d'entaille initiale sont représentés, ainsi que les essais de référence sur éprouvette non entaillée.

Deux tailles d'entaille sont considérées pour chacune des dimensions. Pour les séries VG_s1 et VG_s2, les tailles d'entaille sont de 30 mm et 40 mm. Ces tailles sont choisies identiques pour assurer que les surfaces des sections non entaillées soient les mêmes. Les efforts transmis à un même allongement global h/h_0 devraient alors être mesurés identiques ou presque. Les essais VG_s3 étant deux fois moins larges, les entailles considérées sont également diminuées de moitié en proportion, menant à des entailles de longueurs initiales 15 mm et 20 mm. Pour chaque série, 10 essais de fissuration sont considérés, ainsi que deux essais de référence sans entaille, qui seront utilisés pour l'application de l'équation (4.2).

Les courbes donnant l'effort mesuré, normalisé par la section initiale non entaillée S_0 , en fonction de l'allongement global $\lambda = h/h_0$ sont représentées en Figure 4.15. Les réponses obtenues pour des essais avec les différentes tailles d'entaille initiale sont représentées, ainsi que celles des essais de référence sur éprouvette non entaillée. Pour chaque faisceau de courbes, les tailles d'entaille initiale correspondantes sont indiquées, avec $a = 0$ mm correspondant aux échantillons non entaillés. Seuls quelques essais représentatifs sont illustrés pour faciliter la lecture de la Figure 4.15.

Les courbes obtenues pour les essais de référence sans entaille, correspondant pour ces essais à la contrainte en fonction de l'allongement en cisaillement pur, coïncident pour les trois tailles, validant le protocole employé. Pour des rapports a/w identiques, les courbes des efforts normalisés en fonction de l'allongement global se superposent jusqu'à $\lambda = 1.5$ environ. Ensuite, les essais de la série VG_s1 montrent un comportement différent des deux autres séries. Les premiers montrent une fissuration critique qui intervient pour $\lambda_c = 1.6$ environ, tandis que les autres montrent une rupture critique pour $\lambda_c = 1.9$ approximativement. Dans chaque cas, les allongements critiques relevés sont indépendants de la taille initiale a de l'entaille.

L'étude de l'équation (4.2) montre qu'à \mathcal{W}_0 fixée, la valeur de G_c évaluée ne dépend que de λ_c et de la hauteur initiale h_0 . Nous observons expérimentalement que λ_c ne dépend pas de la largeur w , mais seulement de h_0 , en accord avec la théorie.

Les valeurs de λ_c sont relevées sur chacun des essais, et les valeurs de G_c en sont déduites à l'aide de l'équation (4.2). Une certaine dispersion expérimentale étant relevée, les valeurs obtenues pour chacune des séries sont comparées sous forme de boîtes à moustaches (voir Annexe A), en Figure 4.16.

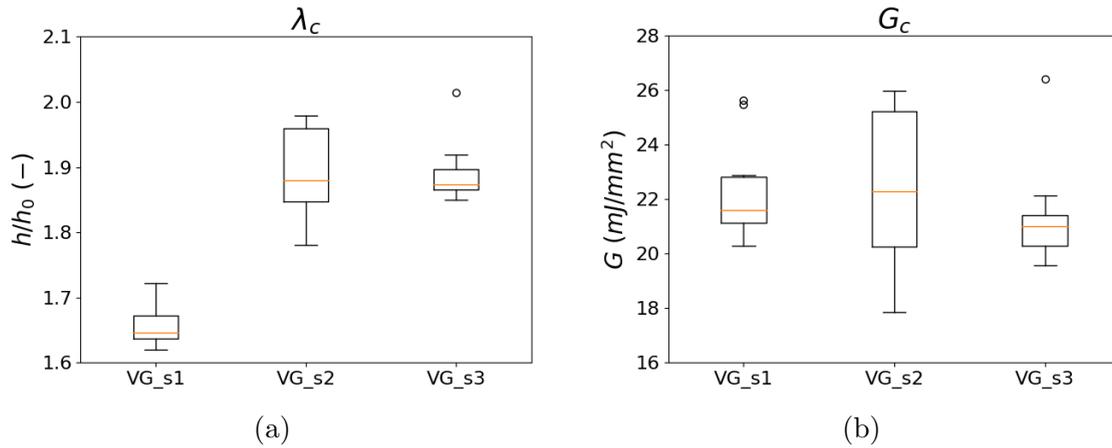


FIGURE 4.16: Effet des dimensions d'éprouvettes sur les propriétés de fissuration, pour le SBR chargé. (a) Allongement à rupture critique λ_c (b) Taux de restitution d'énergie critique G_c .

Conformément aux résultats observés sur les courbes des efforts normalisés en fonction de l'allongement (Figure 4.15), les valeurs obtenues pour λ_c montrent une dépendance claire sur la hauteur initiale, avec une valeur médiane de 1.65 pour VG_s1 et des valeurs médianes de 1.91 et 1.87 pour VG_s2 et VG_s3 respectivement. De plus, malgré la dispersion expérimentale relevée sur chacune des séries d'essais, la boîte de la première série est nettement disjointe des deux autres. Au contraire, les valeurs obtenues pour G_c sont très proches pour les trois séries. Les valeurs médianes calculées sont de 21.6, 22.3 et 21.0 mJ/mm² respectivement. En outre, les boîtes correspondantes présentent un certain recouvrement. Nous en déduisons que malgré la dépendance de l'allongement à rupture par rapport à la géométrie de l'éprouvette, le taux de restitution est bien obtenu constant, quelle que soit la taille des échantillons considérés².

Ceci démontre que pour le SBR chargé vierge, le taux de restitution d'énergie critique calculé par (4.2) est indépendant de la géométrie considérée. La condition $G \geq G_c$ constitue donc bien

2. Rigoureusement, d'un point de vue statistique, le recouvrement des données obtenues pour G_c ne permet pas d'affirmer directement que les grandeurs évaluées sont égales. Cependant, les variables étudiées, λ_c et G_c , ne sont pas indépendantes car l'une est calculée à partir de l'autre. Dès lors, le fait que la première quantité soit obtenue variable selon certains paramètres conforte l'hypothèse de l'invariance de la seconde.

un critère de fissuration critique dans cette situation, malgré les réserves qui peuvent être émises par rapport à l'effet Mullins que présente le matériau.

4.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons proposé et validé une méthode expérimentale, qui permet d'identifier un critère de fissuration critique en mode d'ouverture pour les élastomères étudiés.

Nous nous sommes d'abord intéressés à la gomme non chargée, qui se rapproche le plus des hypothèses émises par Rivlin et Thomas (1953). Pour ce matériau, il a été question de valider le critère existant, de la forme $G \geq G_c$. Une analyse de Griffith (1921) a pu être réalisée sur les essais de fissuration en cisaillement pur, permettant de valider l'estimation donnée par (4.2). Les essais réalisés sur cette géométrie ont également montré que la fissuration dans ce matériau se produit sur toute une plage de valeurs de G . En effet, le processus de fissuration n'est pas soudain pour une valeur spécifique de G , mais la propagation démarre lentement puis accélère jusqu'à l'apparition d'un phénomène de rupture critique. Nous avons proposé la valeur du taux de restitution d'énergie correspondant, noté G_c , comme candidat pour un critère de fissuration. La transition physique associée à G_c présente l'avantage d'être aisément identifiable expérimentalement par l'évolution de la rugosité des faciès de rupture, qui sont observables sur les échantillons post-mortem. Cette considération a permis de valider l'estimation pour la géométrie SENT, donnée par (4.1), ainsi que de confirmer que G_c est indépendant de la géométrie étudiée. Cette quantité fournit alors un critère de fissuration critique pour le SBR non chargé.

Nous avons ensuite tenté d'étendre ce critère au SBR chargé, avec un historique de chargement vierge. Ceci correspond à la méthode de caractérisation majoritairement utilisée dans la littérature : les études expérimentales en question appliquent directement les formules de Rivlin et Thomas (1953) pour calculer une valeur de G , malgré la présence de l'effet Mullins dans de tels matériaux. Nous avons vu que les rotations de fissure initiales importantes en SENT ne nous permettent pas d'exploiter cette géométrie pour un calcul de G_c . De plus, les faciès de fissuration ne présentent plus de transition entre rugueux et lisse, remettant en question la justification physique de G_c pour ce matériau. Néanmoins, l'étude de la vitesse de propagation dans les essais de cisaillement pur a révélé que G_c caractérise toujours une transition physique entre fissuration lente et rupture critique, même si les faciès de rupture ne l'indiquent pas. Enfin, nous avons observé la dépendance de l'allongement à rupture critique λ_c sur la géométrie, qui ne peut donc pas constituer un bon critère de fissuration. En revanche, le taux de restitution d'énergie critique G_c associé est bien indépendant de la géométrie considérée. La fissuration critique dans ce matériau, à l'état vierge, peut donc être prédite par le critère $G \geq G_c$, bien que le matériau ne puisse pas être considéré comme hyperélastique en raison de l'effet Mullins qu'il présente.

Le chapitre suivant fera l'objet de la prise en compte de l'effet Mullins, qui joue un rôle dissipatif, sur la fissuration de ce matériau.

Chapitre 5

Effet d'un préchargement sur la fissuration d'un SBR chargé

Le chapitre précédent a permis de valider le critère de fissuration proposé par Rivlin et Thomas (1953) pour un SBR non chargé, ainsi que pour un SBR chargé vierge. Ce chapitre a pour objectif d'évaluer l'effet d'un historique de chargement sur la propagation de fissures dans le matériau. Une campagne expérimentale mettant en jeu différents types de préchargements est présentée, incluant l'effet de précharge uniaxiale, mais aussi de préchargements plus complexes incluant une compression et un préchargement à caractère multiaxial. L'ensemble des résultats obtenus conclut à l'indépendance de l'allongement à rupture λ_c (pour une géométrie donnée) vis à vis de la précharge, contrairement au taux de restitution d'énergie critique G_c qui évolue suivant l'accommodation du matériau. Les analyses de Griffith (1921) et de Rivlin et Thomas (1953) sont alors reprises pour inclure l'effet d'une dissipation énergétique par effet Mullins, définissant deux quantités complémentaires G_c et G_c^ , qui étendent le taux de restitution d'énergie défini dans le cas élastique. La seconde quantité, caractérisant l'énergie dépensée par la fissure lors de la propagation, est évaluée à l'aide d'une loi de comportement, montrant également une dépendance à la précharge. Enfin, la mesure des champs de déformation locaux est exploitée, pour tenter d'évaluer une éventuelle dissipation supplémentaire par effet Mullins incluse dans G_c^* , causée par l'avancée de fissure.*

Table des matières

5.1	Effet d'un préchargement : Résultats expérimentaux	119
5.1.1	Effet de précharges uniaxiales	119
5.1.2	Effet de préchargements complexes	125
5.1.3	Effet de l'intensité de la précharge	127
5.1.4	Conclusion de la campagne expérimentale	128
5.2	Prise en compte de la dissipation Mullins dans le bilan énergétique . .	130
5.2.1	Analyse de la fissuration d'un matériau dissipatif suivant l'approche de Griffith	130
5.2.2	Application au cisaillement pur : Approche de Rivlin et Thomas	133
5.3	Calcul théorique de G_c^* à l'aide d'une loi de comportement	135
5.4	Prise en compte d'une dissipation Mullins pendant la fissuration . . .	137
5.5	Conclusion	150

5.1 Effet d'un préchargement : Résultats expérimentaux

Afin d'évaluer l'effet de l'historique de chargement sur la propagation de fissures dans le SBR chargé, une large campagne expérimentale a été menée visant à calculer le taux de restitution d'énergie critique G_c en fonction du préchargement. Pour estimer cette quantité, des essais de fissuration ont été réalisés sur des éprouvettes de cisaillement pur découpées dans des plaques ayant subi différents préchargements. Ensuite, G_c est estimé par la formule de Rivlin et Thomas (1953). Premièrement, il a été question d'évaluer l'effet de précharges uniaxiales sur la fissuration, en comparant le comportement du matériau vierge avec ceux des matériaux préchargés soit de manière proportionnelle, c'est-à-dire préchargé dans la même direction que la direction d'ouverture de l'essai de fissuration, soit non proportionnelle dans la direction transverse, afin de ne pas négliger l'impact éventuel de l'anisotropie induite. Il a deuxièmement été question d'évaluer l'effet d'un chargement de compression. Mettre en place un protocole permettant de tirer dans une direction ayant préalablement été soumise à une compression aurait nécessité la conception d'éprouvettes spécifiques, ou la découpe d'éprouvettes dans un bloc massif de matière préalablement comprimé. Pour s'affranchir d'une telle difficulté, seule la compression dans le sens de l'épaisseur des plaques MA a été considérée. Enfin, un endommagement induit par traction multiaxiale a été considéré en préchargeant des plaques dans une première direction, puis dans la direction transverse. Finalement, l'effet de l'intensité de la précharge a également été évalué pour les essais proportionnels. Les essais seront comparés en terme d'allongement à rupture critique λ_c et de taux de restitution d'énergie critique G_c .

5.1.1 Effet de précharges uniaxiales

Pour étudier l'effet de précharges uniaxiales, incluant l'effet potentiel de l'anisotropie induite, des plaques MA ont été préchargées à 200% de déformation suivant le protocole décrit dans le chapitre 2, section 2.4.1. Des éprouvettes de cisaillement pur de dimensions standard (largeur correspondant à celle de la plaque $\times 20$ mm de hauteur) ont ensuite été découpées dans ces plaques après 24 heures de repos, à raison de deux éprouvettes par plaque. Les deux directions de découpe parallèle et perpendiculaire à la précharge ont été effectuées pour pouvoir évaluer l'effet de l'anisotropie induite. De plus, en raison de la légère anisotropie initiale évoquée précédemment (section 2.3.2), il a été choisi d'effectuer l'ensemble des essais décrits ci-dessus à partir de plaques préchargées soit dans le sens perpendiculaire au sens de calandrage des plaques, qui sera dénommé sens 1 par la suite, soit dans la direction parallèle au sens de calandrage, que l'on appellera sens 2. Le sens de calandrage est indiqué par l'étiquette, correspondant à la direction de son côté long.

La Figure 5.1 récapitule ainsi l'ensemble des conditions testées pour les directions de précharge et de traction pour l'essai de fissuration en cisaillement pur. En particulier, les séries d'essais seront dénotées par deux chiffres, le premier correspondant à la direction de la précharge et le second à la direction de traction lors de l'essai. Les essais 11 et 22 sont proportionnels, avec un essai de cisaillement pur dans la même direction que la précharge, tandis que les deux autres conditions voient les essais de caractérisation dans la direction transverse au préchargement et sont non proportionnelles. Au vu des résultats précédents sur l'anisotropie initiale (section 2.3.2), il est important de comparer entre eux des essais de cisaillement pur effectués dans le même sens, c'est-à-dire 11 et 21 d'une part et 12 et 22 d'autre part. Ceux-ci sont également comparés à des essais effectués dans les sens correspondants sur le matériau vierge, qui seront dénommés 01 et

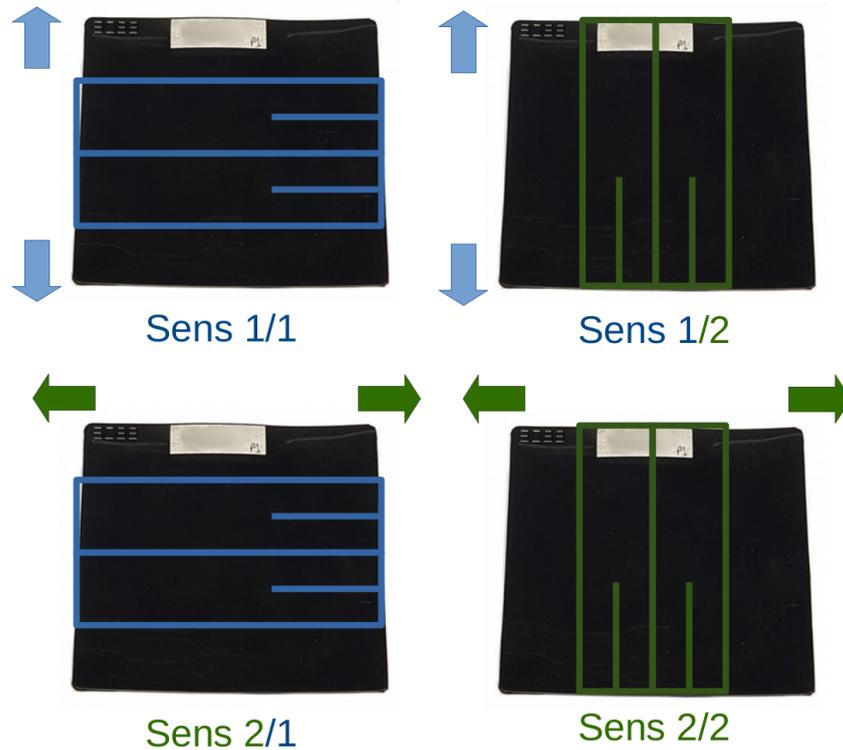


FIGURE 5.1: Description des différentes combinaisons testées pour les sens de précharge et de fissuration. Le premier chiffre dans la nomenclature donne le sens de la précharge indiqué par les flèches, et le second donne le sens de traction lors de l'essai de fissuration dont le contour de l'éprouvette est représenté.

02 respectivement¹. Pour chacune des 6 conditions d'essais, sept plaques de matériaux ont été nécessaires et préchargées le cas échéant. Parmi les éprouvettes découpées dans ces plaques, 3 ont été testées sans entaille pour assurer la bonne reproductibilité de la courbe de référence, et 10 ont été entaillées pour les essais de fissuration. Pour les essais avec préchargement, les entailles ont été réalisées sur une longueur de 40 mm ou 50 mm, pour vérifier l'indépendance de la fissuration critique par rapport à la taille d'entaille initiale. La longueur minimale de 40 mm a été choisie à partir de l'analyse du champ de déformation de la plaque préchargée (section 3.6.3), pour se rapprocher au mieux des conditions de propagation de fissure dans un milieu préchargé de manière homogène. En revanche, les essais des séries 01 et 02, réalisés en amont, ne respectent pas cette condition et ont été testés avec des entailles de longueur 30 mm ou 40 mm. Il sera justifié par la suite que cette différence dans le protocole n'aura aucun impact sur l'interprétation des résultats.

La Figure 5.2 illustre les courbes d'effort en fonction du déplacement respectivement normalisés par la section initiale de l'éprouvette S_0 (épaisseur initiale $t \times$ largeur initiale sans entaille w) et par la hauteur initiale h_0 à effort nul, afin de s'affranchir des petites différences de géométries entre échantillons. Pour des éprouvettes sans entaille, l'effort normalisé donne la contrainte pour une sollicitation en cisaillement pur, si l'on néglige les effets de bords (possible car le rapport largeur sur hauteur de l'éprouvette est suffisamment grand). En revanche, pour les essais entaillés

1. Les conditions d'essais de la série 01, à savoir matériau vierge et éprouvette de cisaillement pur de taille standard, coïncident avec celles des essais précédents de la série VG_{s1} (section 4.2.3). Les résultats de cette série ont donc été repris pour la comparaison statistique des valeurs de λ_c et G_c .

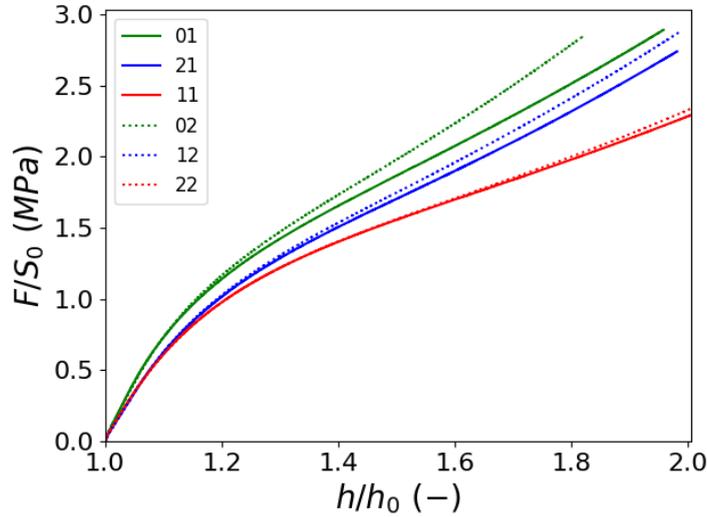


FIGURE 5.2: Courbes de l'effort normalisé en fonction de l'allongement global pour les échantillons non entaillés. Les essais sens 1 sont représentés en trait plein et ceux en sens 2 sont en pointillés.

cette quantité ne pourra plus être rigoureusement considérée comme une contrainte à cause des déformations locales fortement hétérogènes.

Pour des conditions de préchargement équivalentes, les réponses dans le sens 2, correspondant à la direction de calandrage de la plaque, sont sensiblement plus raides, en raison de l'anisotropie initiale relevée sur des éprouvette en traction uniaxiale (section 2.3.2). De ce fait, les essais de fissuration en sens 1 et en sens 2 seront traités séparément. Par ailleurs, l'adoucissement observé suite aux différentes précharges est plus prononcé sur les courbes ayant vu une précharge proportionnelle que celles ayant vu une précharge transverse, coïncidant avec les résultats énoncés dans la littérature sur l'anisotropie induite (Merckel et al. (2012), Machado et al. (2012)). Ces courbes servant de référence pour le calcul de la densité d'énergie en cisaillement pur, \mathcal{W}_0 , dans la formule de Rivlin et Thomas (1953), nous pouvons d'ores et déjà nous demander comment cet adoucissement va se répercuter sur les propriétés de fissuration λ_c et G_c .

Les courbes effort normalisé en fonction de l'allongement global des essais de fissuration sont représentées en Figure 5.3. Les différentes conditions de préchargement, vierge, transverse, proportionnel, sont superposées sur les mêmes figures, séparant les résultats sens 1 (Figure 5.3a) et sens 2 (Figure 5.3b). Toutes les courbes ne sont pas représentées pour une meilleure lisibilité.

Tout d'abord, tous les autres paramètres constants par ailleurs, deux échantillons avec des tailles d'entaille initiale différentes présentent un comportement similaire à la variabilité expérimentale près. La taille d'entaille ne semble donc pas influencer les mécanismes ou grandeurs qui vont être décrits dans la suite. C'est en particulier le cas des allongements à rupture qui, pour chaque série, se sont montrés relativement constants, indépendamment des entailles initiales. Cela permettra de les regrouper au sein d'une même série pour l'analyse statistique des données.

Dans la partie montante de la courbe, correspondant à l'ouverture élastique de la fissure et éventuellement à l'initiation d'une fissuration lente, une bonne reproductibilité des courbes est obtenue pour des conditions (précharge, taille d'entaille) identiques. Par la suite, une certaine variabilité expérimentale apparaît sur la suite des courbes. Une différence de comportement à la rupture est visible selon le sens de l'essai de fissuration. Pour le sens 1, la majorité des courbes

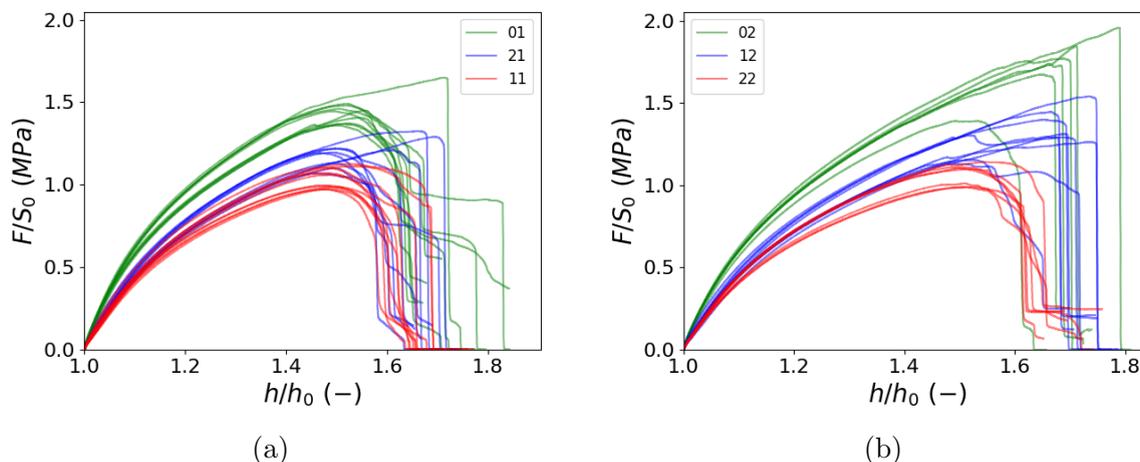


FIGURE 5.3: Courbes typiques de l'effort normalisé en fonction de l'allongement global des essais de fissuration pour les différentes conditions de préchargement. Les tailles d'entaille sont de 40 ou 50 mm pour les essais préchargés et de 30 ou 40 mm pour les essais vierges. (a) Sens 1. (b) Sens 2.

ont tendance à présenter une inflexion progressive à partir de la valeur maximale de F/S_0 , ce qui leur confère un aspect arrondi. Ce comportement se retrouve également dans les essais de la série 22. En revanche, les courbes correspondant aux essais 02 et 12 sont majoritairement croissantes jusqu'à un allongement donné, auquel la rupture survient soudainement, donnant à la courbe un aspect cassé avec une nette rupture de pente.

L'observation des trajectoires de fissuration révèle également que la fissure reste rarement parfaitement centrée au milieu de l'éprouvette. Deux principaux types de trajectoires peuvent être qualitativement distingués, et sont illustrés dans la Figure 5.4. Le premier type est caractérisé par une propagation relativement droite, qui peut tout de même présenter une légère déviation par rapport à l'axe central. Les vidéos de ce genre de fissures montre une accélération progressive de la pointe d'entaille jusqu'à atteindre la propagation critique. Le second type de trajectoire peut être qualifié de rotation de fissure en raison de l'inclinaison importante de la direction de propagation, non sans rappeler les phénomènes observés en SENT (sections 2.5.1 et 4.2.1). Lors de la rotation, la propagation de la fissure semble ralentir jusqu'à ce que la rupture critique ne survienne soudainement, avec une tendance à repartir dans la direction de l'entaille initiale, formant un angle marqué dans la trajectoire. Bien qu'il soit difficile de définir une limite nette entre ces deux sortes de trajectoires dans le spectre des trajectoires observées, les rotations les plus sévères montrent une corrélation avec les courbes présentant les ruptures nettes. En particulier, les séries 02 et 12 ont montré les plus fortes tendances à présenter des rotations de fissure, alors que les quatre autres séries ont plutôt eu tendance à propager droit ou avec une déviation légère.

Avant de présenter les résultats des valeurs de λ_c et G_c obtenues pour chaque série, remarquons que la formule de Rivlin et Thomas (1953) pour l'essai de cisaillement pur s'applique théoriquement pour une fissure centrée ou tout du moins se propageant dans l'éprouvette perpendiculairement au sens de traction. Il est concevable qu'une légère déviation de la fissure implique un biais dans l'estimation de G_c obtenue par la formule. Cependant, parmi la multiplicité des trajectoires plus ou moins droites, la constance relative des allongements à rupture obtenus incite à intégrer ce biais au sein de la variabilité expérimentale. En revanche, l'application aux fissures présentant une rotation sévère pourra être remise en cause dans l'interprétation des résultats.

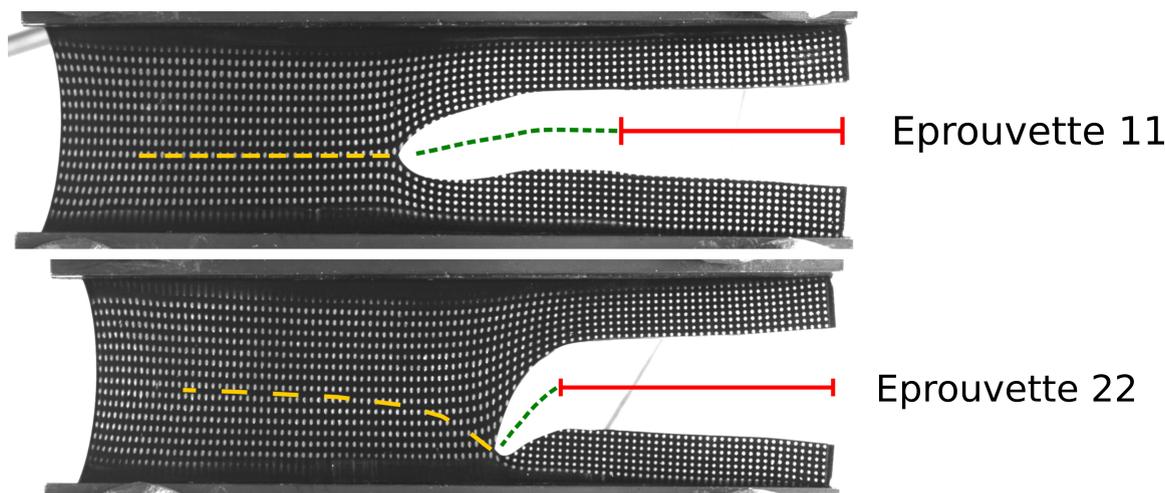


FIGURE 5.4: Exemples de trajectoires de fissuration sur des images précédant la rupture critique. L'entaille initiale est représentée en trait plein, la trajectoire de propagation lente en pointillés courts verts, et la trajectoire de propagation critique en pointillés larges jaunes. Haut : Trajectoire légèrement déviée. (Éprouvette de la série 11.) Bas : Rotation de fissure. (Éprouvette de la série 12.)

Les valeurs de l'allongement à rupture λ_c et du taux de restitution d'énergie critique G_c sont présentées sous forme de boîtes à moustaches (voir Annexe A) dans la Figure 5.5. Les G_c sont estimés par la formule de Rivlin et Thomas (1953), en prenant \mathcal{W}_0 comme la densité d'énergie sous la courbe non entaillée de référence qui correspond à l'historique de préchargement considéré (Figure 5.2).

Les résultats des essais en sens 1 sont d'abord analysés. Les valeurs de λ_c et celles des G_c doivent être considérées simultanément car elles ne sont pas indépendantes, la seconde étant déterminée à partir de la première. Alors que les graphes correspondant aux données des λ_c se recouvrent en grande partie, avec des valeurs médianes proches et moins de 3% de différence comparé à environ 64% de déformation, les boîtes données par les valeurs de G_c sont nettement dissociées. Le graphe de G_c de la série 21 présente un recouvrement partiel avec les deux autres séries, en particulier 11 : cela semble être partiellement dû à une plus grande dispersion, comme indiqué par l'écart interquartile deux fois plus important que pour les autres séries. Cela découle d'une constatation identique sur les λ_c associés.

En revanche, les boîtes pour 01 et 11 sont très clairement dissociées, y compris en prenant en compte les moustaches correspondant aux valeurs extrêmes et avec des valeurs médianes respectives de 21,5 et 17,5 mJ/mm² environ. Cette information, combinée à la proximité des valeurs des λ_c associées, permet de conclure que pour ces essais, les allongements à rupture sont indépendants de la précharge appliquée. À l'inverse, les valeurs des G_c semblent en dépendre significativement. En considérant que les valeurs de h_0 pour tous les essais sont identiques, ces affirmations impliquent que les taux de restitution d'énergie critiques varient uniquement en raison de l'adoucissement du matériau, *i.e.* du changement de comportement illustré par les courbes de référence (Figure 5.2).

Enfin, ce résultat conforte aussi le choix précédent de considérer les légères déviations de fissures comme une source de variabilité expérimentale : bien que les fissures ne se propagent pas toujours parfaitement droit, la dispersion sur les λ_c reste faible, relativement à l'effet de la précharge perçu sur la mesure du G_c . Par rapport à l'effet de la précharge, les petites déviations

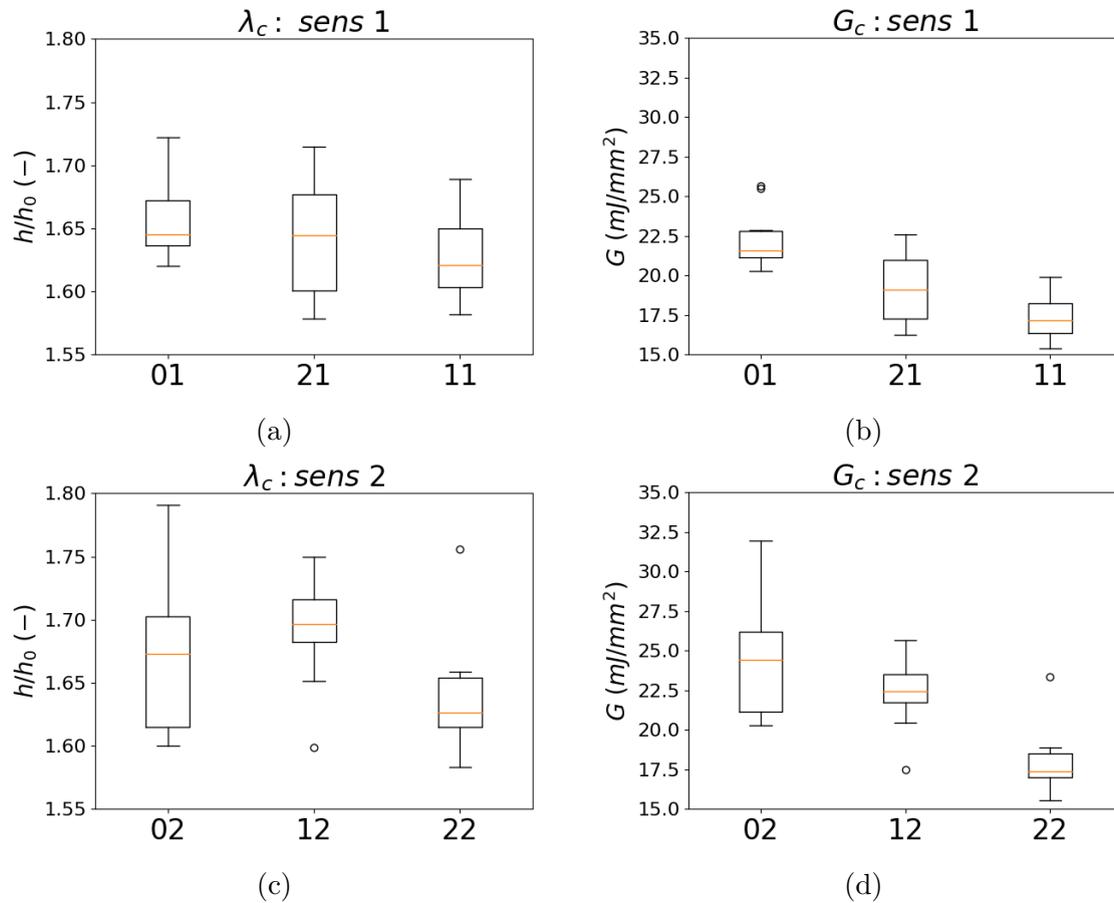


FIGURE 5.5: (a) Allongements à rupture et (b) taux de restitution d'énergie pour les essais de fissuration en sens 1. (c) Allongements à rupture et (d) taux de restitution d'énergie pour les essais de fissuration en sens 2.

ont donc un impact faible sur les grandeurs caractéristiques de fissuration. Ainsi, la formule de Rivlin et Thomas (1953), même si nous sommes en dehors des hypothèses de sa conception, fournit une approximation du G_c pertinente.

L'influence de la précharge sur λ_c et G_c constitue le résultat majeur de cette première comparaison. Celui-ci sera confronté à divers historiques de chargement dans les parties suivantes.

Intéressons nous maintenant aux essais de fissuration dans le sens 2. La série 22 fournit des valeurs d'allongements critiques λ_c majoritairement comprises entre 1,60 et 1,65, et une valeur médiane proche de 1,63. Ces valeurs sont très proches de celles obtenues dans le sens 1. En revanche, la série 02 fournit des valeurs bien plus dispersées et une valeur médiane plus élevée d'environ 1,67. La série 12, quant à elle, présente moins de dispersion mais une valeur médiane plus grande à 1,70.

Cette ressemblance entre le comportement observé pour la série 22 et celui des séries dans le sens 1 (alors que les séries 02 et 12 présentent des différences) est à mettre en relation avec les aspects des courbes mesurées ainsi que les trajectoires de fissuration décrits auparavant. La Figure 5.3b met en évidence le fait que les éprouvettes subissant une rupture soudaine présentent un allongement à rupture critique plus élevé. Or, les courbes présentant une rupture franche, principalement présentes dans les séries 02 et 12, ont été associées aux rotations de fissures sévères. Ce phénomène de rotation paraît donc globalement retarder la fissuration critique. Concernant les valeurs de G_c calculées pour la série 22, qui présente des trajectoires de fissuration similaires

à celles des essais en sens 1, la formule de Rivlin et Thomas (1953) fournit une estimation de G_c . Les valeurs obtenues pour cette précharge proportionnelle, de valeur médiane $17,5 \text{ mJ/mm}^2$, se rapprochent fortement des résultats pour le préchargement analogue dans les essais en sens 1. Pour les deux autres séries 02 et 12, les valeurs de G_c estimées montrent des tendances plus élevées que les valeurs obtenues pour les préchargements analogues en sens 1.

Cependant, ces valeurs doivent être interprétées avec précaution : comme énoncé auparavant, la formule de Rivlin et Thomas (1953) peut être remise en cause dans le cas d'une rotation importante de la fissure et les valeurs obtenues peuvent fournir une estimation erronée du G_c . Alors, les valeurs plus élevées obtenues dans le sens 2 ne mesurent plus simplement une propriété matériau mais traduisent des allongements à rupture plus élevés, illustrant ainsi une augmentation artificielle de la résistance globale à la fissuration critique pour des raisons structurales. Enfin, le retardement à la fissuration critique dues aux rotations suggère qu'en raison de l'inclinaison de la fissure par rapport à la direction de traction, il est possible que la pointe d'entaille soit soumise à des contraintes locales moins sévères que si elle propageait droit.

D'autre part, le comportement différent entre la fissuration des essais de la série 22 et de ceux des séries 02 et 12 pose la question de l'effet de la précharge. Les allongements à rupture obtenus fournissent peut-être un élément de réponse : les valeurs de λ_c obtenus pour la série 12 donnent la médiane la plus élevée, mais présentent également une dispersion plus faible que la série 02, suggérant une tendance aux rotations de fissure plus élevée que le matériau vierge. Si cette hypothèse est vraie, alors les résultats obtenus montrent qu'une précharge dans la direction 2 réduirait la tendance à voir des rotations, alors qu'une précharge sens 1 la renforcerait. Cela poserait alors en particulier la question d'un éventuel lien avec l'anisotropie initiale du matériau. Pour répondre définitivement à ces interrogations, il faudrait multiplier les essais dans chacune des conditions pour évaluer la répétabilité, ce qui ne sera pas réalisé dans le contexte de cette thèse.

Finalement, les difficultés d'interprétation des résultats en sens 2, provenant d'une tendance à montrer des rotations de fissures selon les précharges considérées, ont poussé au choix de réaliser tous les essais qui suivront dans le sens 1 uniquement. Différentes précharges sont donc considérées pour évaluer l'hypothèse de l'indépendance au chargement de λ_c . Par ailleurs, comme les essais sens 2 seront exclus par la suite, les séries 01, 21, et 11 seront respectivement renommées "Vierge", "200% \perp " et "200% \parallel " respectivement, dans une intention de clarté.

5.1.2 Effet de préchargements complexes

Les historiques de préchargement plus complexes et à caractère multiaxiaux sont désormais considérés. Premièrement, il a été question d'évaluer l'effet d'un préchargement de compression sur la fissuration.

Pour ce faire, sept plaques MA ont été comprimées suivant le protocole présenté dans la section 2.4.2. Cette compression de -40% de déformation dans le sens transverse au plan de la plaque revient, sous hypothèse d'incompressibilité et en négligeant l'anisotropie initiale, à une déformation equibiaxiale dans le plan de 30% environ. La série d'essais correspondant sera dénommée série CP. Deuxièmement, un endommagement en traction à caractère multiaxial a été réalisé, suivant le protocole décrit en section 2.4.1, par deux tractions uniaxiales perpendiculaires successives à 200% de déformation. Cette précharge sera appelée "précharge biaxiale" par la suite par abus de langage. En effet, bien que les deux directions transverses aient été étirées successivement jusqu'au même allongement, les autres directions du plan n'ont pas été endom-

magées de la même manière, alors qu'une vraie précharge en sollicitation équi-biaxiale verrait un endommagement identique dans toutes les directions du plan. La série d'essais correspondant sera notée PB.

Suivant le même protocole que pour les essais précédents, des éprouvettes de cisaillement pur de dimensions standard ont été découpées dans les plaques préchargées après un temps de repos d'au moins 24 heures. Trois essais sans entaille ont permis de caractériser le matériau préchargé et 10 essais de fissuration ont été réalisés avec des tailles d'entaille initiale de 40 ou 50 mm. Afin de rendre bien compte de l'adoucissement induit par les préchargements, les essais seront comparés aux essais vierges et 200%|| du paragraphe précédent.

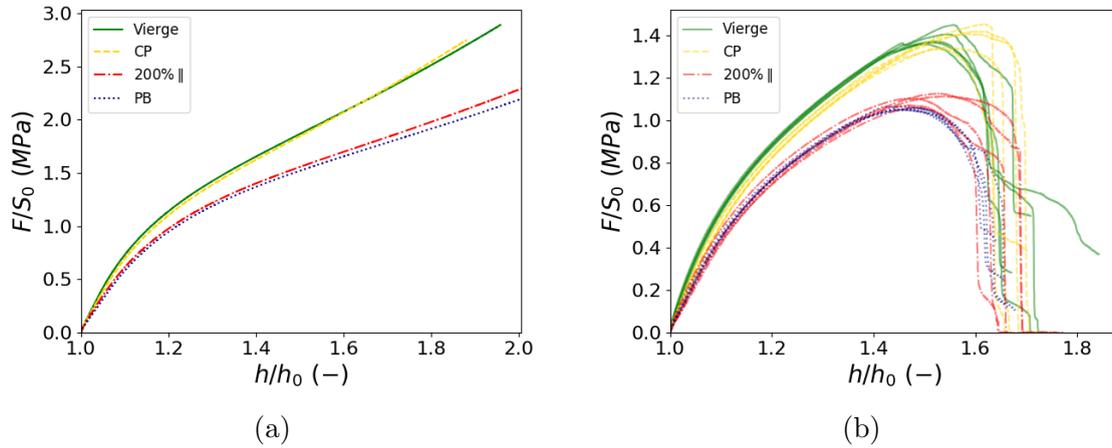


FIGURE 5.6: Courbes de l'effort normalisé en fonction de l'allongement global selon différents chargements complexes. Toutes les tailles d'entaille initiale sont de 40 mm. (a) Courbes de référence sur éprouvette non entaillée. (b) Courbes des essais de fissuration.

La Figure 5.6a présente les courbes effort-déplacement normalisés obtenues pour les échantillons non entaillés. Malgré le haut niveau d'effort en compression vu par les plaques (200 kN), l'adoucissement obtenu est négligeable. Cela est peut être dû au faible niveau de déformation biaxial vu par la plaque, mais dans ce cas un adoucissement aux petites déformations serait attendu. Il est également possible qu'en raison du frottement entre la plaque et les plateaux de compression les plaques aient subi des déformations transverses plus faibles que celles prévues théoriquement. Quant à la précharge biaxiale, l'accommodation observée est proche de celle de la série 200%||, en étant légèrement plus prononcée. Ce résultat est cohérent avec le résultats précédent de la Figure 5.2 où l'on a pu observer l'effet d'une précharge dans chaque direction. La précharge dans le sens proportionnel est la principale contribution à l'adoucissement, et la précharge dans la seconde direction endommage davantage certaines directions, adoucissant un peu plus le comportement dans la direction de traction considérée.

Les courbes de fissuration, présentées en Figure 5.6b, montrent les mêmes caractéristiques que celles de la Figure 5.3a, pour les essais de fissuration en sens 1. Les trajectoires de fissuration observées sont très droites ou avec une légère déviation, permettant l'application de la formule de Rivlin et Thomas (1953). Les allongements à rupture critiques λ_c et G_c correspondant sont interprétés de la même manière que pour les essais précédents. Les valeurs sont représentées par les boîtes à moustache dans les Figures 5.7a et 5.7b.

La série CP, qui montre un adoucissement négligeable, fournit des résultats quasiment identiques à la série vierge, renforçant les résultats précédents sans toutefois apporter d'informations

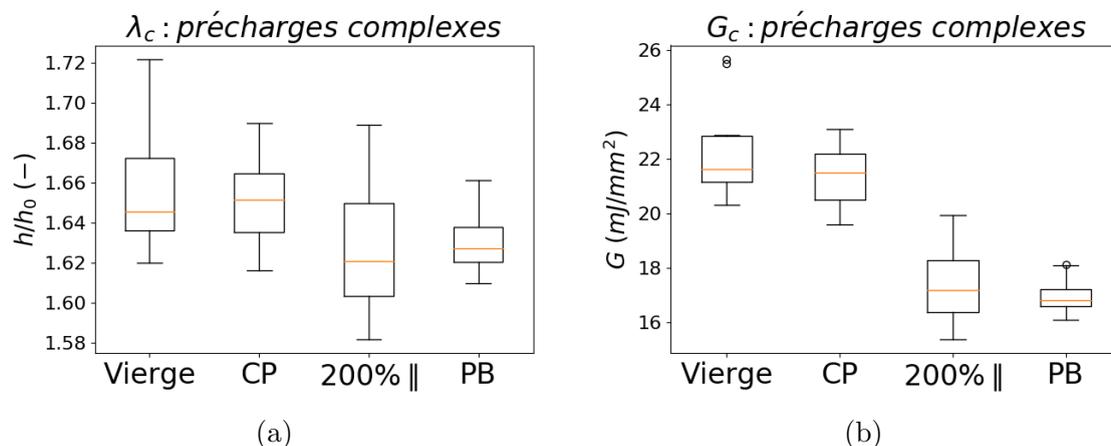


FIGURE 5.7: Effet de préchargements complexes sur la fissuration du SBR chargé à 50 phr de noir de carbone : (a) Allongements à rupture critique. (b) taux de restitution d'énergie critique.

nouvelles. Il est intéressant de noter que la compression dans le sens transverse au plan n'a aucun d'impact sur la fissuration dans le plan, au niveau de compression étudié (9,9 MPa). De la même façon, la série PB présente un adoucissement proche de la série 200%||, et les valeurs obtenues sont confondues avec les valeurs précédentes, en montrant une dispersion un peu plus faible. Dans ce cas, la comparaison des valeurs de λ_c et de G_c apporte un résultat analogue à celui vu pour les précharges uniaxiales : les allongements à rupture obtenus sont indépendants de l'historique de chargement, et les taux de restitution d'énergie critique montrent en revanche une dépendance directe. L'hypothèse formulée précédemment dans le cadre de précharges uniaxiales est donc également valable dans le cadre d'une précharge plus complexe, à caractère multiaxial.

5.1.3 Effet de l'intensité de la précharge

L'effet de l'intensité de la précharge a été évalué sur des précharges uniaxiales proportionnelles. En raison de la difficulté à précharger des plaques à un niveau de déformation supérieur à 200% sans avoir de glissement dans les mors, un niveau plus faible, 100% de déformation, a été adopté. Pour le reste, le protocole a été réalisé de manière identique à celui décrit pour la série 200%||, avec le même nombre d'éprouvettes (3 non entaillées et 10 essais de fissuration) et des tailles d'entaille initiale identiques (40 mm et 50 mm). Cette série sera noté 100%||.

Les résultats, présentés dans la Figure 5.9, valident à nouveau les résultats précédents, sans apporter d'information nouvelle. De même que pour les essais de la série PB, les trajectoires de fissuration observées sont très droites ou avec de petites déviations. De plus, les réponses mesurées pendant les essais de fissuration sont à nouveau similaires à celles de la Figure 5.3a et ne seront pas présentées. Le comportement du matériau préchargé à 100% se trouve entre ceux du matériau vierge et du matériau préchargé à 200%, et les allongements à rupture sont de nouveaux trouvés très proches, relativement à l'écart obtenu sur les G_c . À noter que cette nouvelle série d'essais a présenté une dispersion expérimentale plus faible que celle obtenue sur les essais précédents, permettant de bien distinguer les valeurs obtenues pour le G_c entre les différentes séries. La bonne reproductibilité de cette série ne trouve pas d'explication évidente : le niveau de précharge plus faible, permettant une accommodation mieux contrôlée que dans le cas des essais à 200%, pourrait expliquer une dispersion plus faible dans ce cas, mais cette hypothèse ne justifie pas l'amélioration par rapport aux essais vierges.

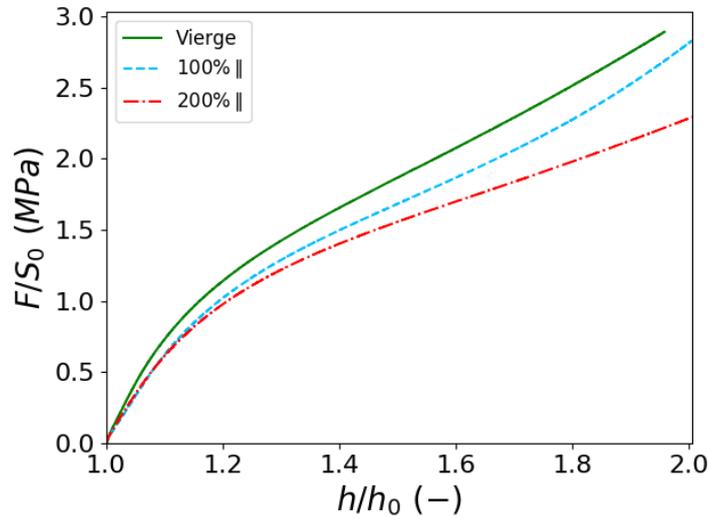


FIGURE 5.8: Courbes de l'effort normalisé en fonction de l'allongement global pour les échantillons non entaillés. Effet d'intensité de la précharge.

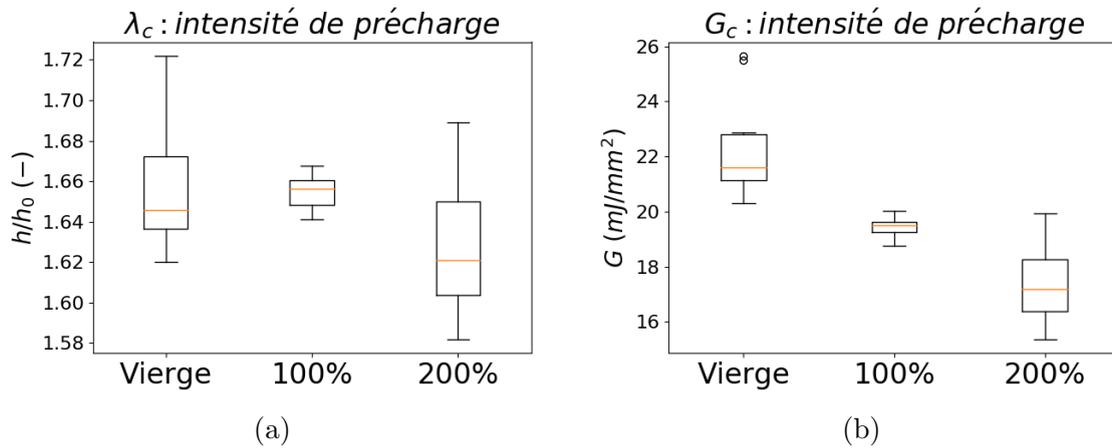


FIGURE 5.9: Effet d'intensité de la précharge sur la fissuration du SBR chargé à 50 phr de noir de carbone : (a) Allongements à rupture critique. (b) taux de restitution d'énergie critique.

5.1.4 Conclusion de la campagne expérimentale

L'ensemble des valeurs obtenues pour λ_c et G_c selon les différents historiques de chargement considérés sont représentées sur les Figures 5.10a et 5.10b respectivement. Les valeurs détaillées des médianes et écarts interquartiles sont reportées dans le Tableau 5.1.

TABEAU 5.1: Valeurs médianes et écarts interquartiles (EI) des valeurs de λ_c (sans unité) et G_c (mJ/mm^2) obtenues pour chaque série d'essais.

Série		Vierge	CP	200%⊥	100%	200%	PB
λ_c	Médiane	1.64	1.65	1.64	1.66	1.62	1.63
	EI	0.04	0.03	0.08	0.01	0.05	0.02
G_c	Médiane	21.6	21.5	19.1	19.5	17.2	16.8
	EI	1.69	1.70	3.70	0.38	1.88	0.61

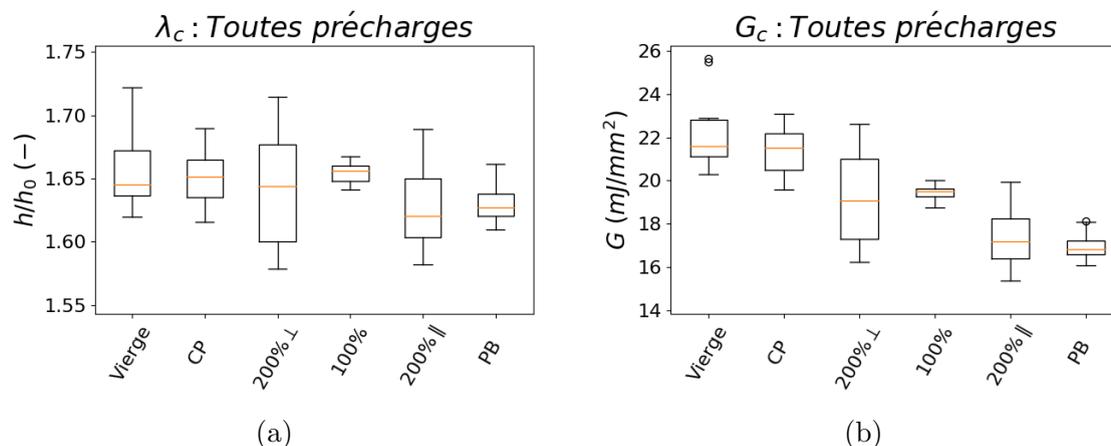


FIGURE 5.10: Comparaison de l'ensemble des séries d'essais de fissuration sur le SBR chargé
 (a) Allongements à rupture critiques. (b) taux de restitution d'énergie critique.

L'ensemble des essais réalisés mettent en évidence que l'allongement à rupture critique est indépendant de l'historique de chargement du matériau, bien que cette valeur dépend de la géométrie (cf. 4.2.3). On note en revanche la dépendance de G_c par rapport à l'historique des chargements, ce qui découle du résultat précédent si l'effet Mullins est considéré comme un adoucissement du matériau. Ceci est problématique pour la prédiction de la fissuration d'un tel matériau. En effet, dans le cas d'un matériau vierge ou ayant subi un préchargement homogène connu, la connaissance du G_c correspondant suffit à prévoir la fissuration critique du matériau. La prédiction de cette quantité, à l'aide d'un modèle de comportement du matériau prenant en compte l'effet Mullins, permettrait alors de prévoir la fissuration quel que soit l'historique de chargement. Cependant, ce résultat ne s'applique qu'à des préchargements homogènes, et n'est pas évident dans le cas d'une géométrie différente du cisaillement pur où λ_c peut dépendre de la longueur d'entaille. Par ailleurs, pour une hauteur initiale fixée, l'indépendance de λ_c en cisaillement pur pose la question de l'existence d'une propriété matériau, elle aussi indépendante de la précharge, qui puisse justifier cette invariance malgré la dépendance de λ_c à la hauteur initiale.

Cette différence entre déformation à rupture et taux de restitution d'énergie critique est très intéressante (du point de vue de l'expérimentateur) car elle montre un résultat différent de la précharge sur la résistance du matériau à la fissuration, selon les conditions aux limites considérées. En effet, pour un chargement à déformation imposée (conditions de type Dirichlet), la rupture critique arrivera au même niveau de déformation quel que soit l'historique de chargement. En revanche, si l'on considère un chargement à contrainte imposée (conditions de type Neumann), alors un préchargement induira une fissure à un niveau de contrainte plus faible. D'autre part, les résultats posent la question, lors d'un chargement de fatigue, de l'effet d'un événement induisant un niveau de déformation plus élevé que pour le chargement cyclique.

La prise en compte de l'anisotropie induite par l'effet Mullins apporte une complexité supplémentaire. En effet, nous avons montré que suite à une précharge uniaxiale, l'allongement à rupture critique λ_c est inchangé dans les deux directions parallèle et transverse à la précharge. En revanche, G_c est modifié par l'adoucissement du matériau de manière différente dans ces deux directions. Par conséquent, lorsqu'elles sont soumises à des sollicitation à énergie comparable, une fissure dans le sens transverse à la direction de précharge va se propager plus tôt qu'une fissure parallèle à la précharge. Ce constat suggère que le matériau rendu mécaniquement anisotrope

par effet Mullins va également voir ses propriétés de fissuration dépendre des directions.

Enfin, l'effet Mullins modifie les propriétés de matériau et lors de son activation, une partie de l'énergie fournie est dissipée. Or le taux de restitution d'énergie G , défini dans la section 1.4.2, repose sur l'analyse d'un matériau parfaitement élastique. Cette dissipation doit être prise en compte dans les bilans énergétiques. Est-il possible d'exhiber une quantité énergétique indépendante du préchargement, qui puisse justifier l'invariance des allongements à rupture obtenus ? Cette prise en compte de la dissipation causée par l'effet Mullins est explorée dans ce qui suit afin de répondre à ces interrogations.

5.2 Prise en compte de la dissipation Mullins dans le bilan énergétique

5.2.1 Analyse de la fissuration d'un matériau dissipatif suivant l'approche de Griffith

Les résultats des essais montrent une dépendance des valeurs de G_c calculées par la formule de Rivlin et Thomas (1953) à l'intensité et à la multiaxialité du pré-chargement. Bien qu'il ait été vérifié que le G_c constitue un critère pertinent pour le matériau vierge, la théorie développée pour introduire cette grandeur, ainsi que les formules de Rivlin et Thomas (1953) ont été établies dans le cadre théorique d'un matériau au comportement (hyper)élastique en dehors de la pointe de fissure éventuellement. De ce fait, l'utilisation et même la signification de cette grandeur sur des matériaux dissipatifs est discutable. Peut-on anticiper la chute de la valeur du G_c mesurée sur les éprouvettes préchargées ? La formule de Rivlin et Thomas (1953) définie pour l'essai de cisaillement pur s'applique-t-elle toujours ?

Afin de répondre à ces questions, l'analyse théorique considérant un matériau capable de dissiper de l'énergie par effet Mullins est proposée. Pour éviter de complexifier le problème, nous supposons qu'il s'agit de la seule source de dissipation d'énergie pour ce matériau (hors fissuration). De la même manière que pour l'analyse de Griffith sur le matériau élastique (section 1.4.2), la fissuration d'un échantillon quelconque d'épaisseur t comportant une entaille de longueur a est étudiée. Pour le moment, cet échantillon est supposé vierge de tout historique de chargement. Le scénario et les étapes considérés pour le problème sont inchangés, pour rappel :

- I Chargement de l'échantillon jusqu'à un déplacement global L_c . On suppose que l'échantillon ne fait que se déformer, la fissure ne se propage pas.
- II À un déplacement global donné L_c , la fissure se propage d'une petite distance da atteignant une longueur totale $a + da$. Une certaine quantité d'énergie est consommée pour l'avancement de la fissure.
- III Déchargement de l'éprouvette. L'énergie de déformation élastique contenue dans l'éprouvette après propagation est entièrement restituée.

Désormais, lorsque l'échantillon est déformé jusqu'au déplacement global L_c , une partie du travail apporté est stockée sous forme d'énergie de déformation élastique tandis que le reste est dissipé en raison de l'effet Mullins. Les deux configurations, définies respectivement par une entaille de longueur a et de longueur $a + da$, sont dissociées. On considère dans chaque cas le travail qui doit être apporté ainsi que l'énergie stockée de manière élastique, qui sont associés à une déformation globale définie par le déplacement global L_c . Les comportements hystérétiques correspondants sont représentés sur la Figure 5.11. Dans chaque cas, la courbe en traits pleins représente l'éventuelle courbe de comportement qui serait mesurée pendant la charge

jusqu'à L_c , alors que la courbe en pointillés donne la courbe de décharge correspondante. Afin de mieux décrire les quantités énergétiques qui peuvent être associées visuellement à certaines aires représentées sur les graphes, chaque région délimitée par des courbes ou axes du graphe est numérotée de 1 à 5.

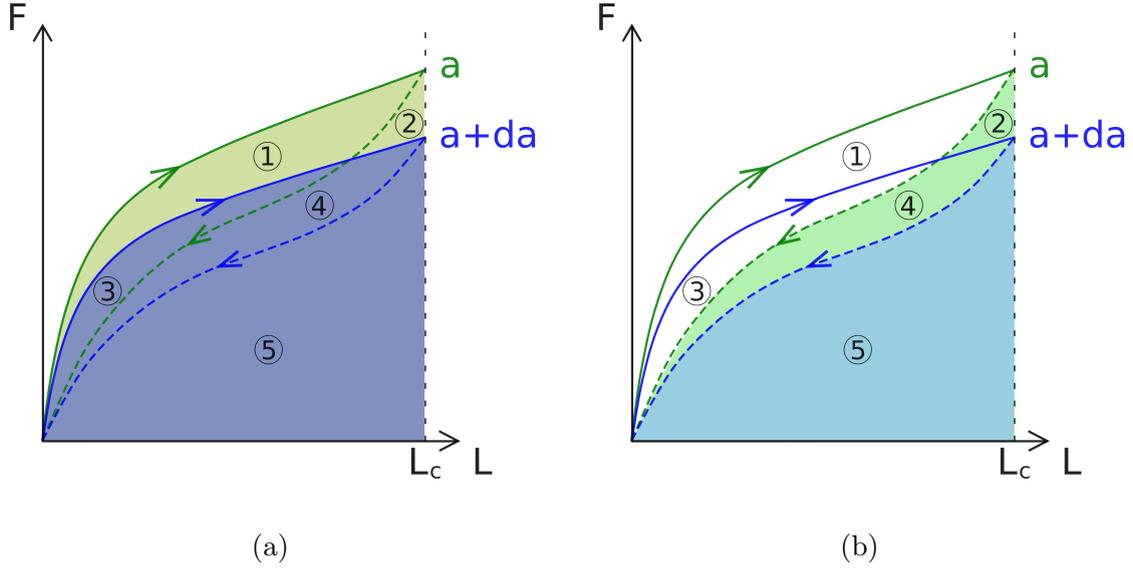


FIGURE 5.11: Extension de la théorie de Griffith en prenant en compte une dissipation énergétique (a) Focalisation sur les travaux externes reçus (Courbes de charge) (b) Focalisation sur les énergies élastiques stockées (Courbes de décharge)

En particulier, la quantité de travail nécessaire $U_{ext}(a)$ à fournir à la configuration a pour la déformer jusqu'à L_c est mesurable comme l'intégrale sous la courbe force-déplacement et est représentée sur la Figure 5.11 par la zone globale (1+2+3+4+5). Pour la configuration $a + da$, la quantité analogue $U_{ext}(a + da)$ est également donnée par l'aire sous la courbe associée, soit la région 3 + 4 + 5. On remarque que la comparaison de ces deux courbes de charges et des travaux extérieurs associés fournit une variation en énergie δU_{ext} qui est analogue à celle introduite dans le cas élastique de la section 1.4.2, illustré par la similarité entre les graphes 1.9 et 5.11a lorsque les hystèreses ne sont pas prises en compte. Le bilan énergétique correspondant s'écrit :

$$U_{ext}(a + da) - U_{ext}(a) = \delta U_{ext} \quad \text{i.e.} \quad (3 + 4 + 5) - (1 + 2 + 3 + 4 + 5) = -(1 + 2). \quad (5.1)$$

Cependant, le matériau considéré étant dissipatif, une perte énergétique due à l'effet Mullins doit être prise en compte lors de la charge de l'éprouvette à l'étape $\textcircled{\text{I}}$. Cette perte peut être vue comme la dissipation $U_{diss}(a)$ vue par la configuration a lors de sa charge, correspondant donc à l'hystèrese (1+3) dans la Figure 5.11b, et l'énergie élastique $U_{elas}(a)$ associée est illustrée par la région (2+4+5) sous la courbe de décharge en pointillés. Comme l'étape $\textcircled{\text{I}}$ suppose que la fissure ne se propage pas tant que le déplacement est inférieur à L_c , cette énergie correspond alors exactement à l'énergie stockée élastiquement par l'éprouvette avant que la fissure n'avance. En outre, $U_{diss}(a)$ quantifie l'énergie qui est dissipée par la matière avant même qu'une avancée de la fissure ne soit considérée. Le bilan énergétique pour l'étape $\textcircled{\text{I}}$ s'écrit :

$$U_{ext}(a) = U_{diss}(a) + U_{elas}(a) \quad \text{i.e.} \quad (1 + 2 + 3 + 4 + 5) = (1 + 3) + (2 + 4 + 5). \quad (5.2)$$

Lorsque la fissure se propage de da , la géométrie de l'éprouvette bascule de la configuration a à la configuration $a + da$, et l'énergie élastique stockée varie de $U_{elas}(a)$ à $U_{elas}(a + da)$ suivant le raisonnement de Griffith. Cette dernière quantité énergétique est en particulier reconnue comme l'énergie qui sera rendue par l'éprouvette lors de l'étape (III), et est représentée dans le graphe 5.11b comme l'aire sous la courbe de décharge pour la configuration $a + da$, *i.e.* la région (5). En introduisant la variation d'énergie élastique stockée δU_{elas} , l'équilibre énergétique pour les étapes (II) et (III) est donné par :

$$U_{elas}(a + da) - U_{elas}(a) = \delta U_{elas} \quad \text{i.e.} \quad (5) - (2 + 4 + 5) = -(2 + 4). \quad (5.3)$$

Comme dans le cas parfaitement élastique, la variation d'énergie stockée est consommée par l'avancée de fissure durant la phase (II). Le bilan énergétique global du scénario (I), (II), (III) considéré peut s'écrire en combinant les deux bilans précédents (5.2) et (5.3) :

$$U_{ext}(a) = U_{diss}(a) + U_{elas}(a + da) + \delta U_{elas} \quad \text{i.e.} \quad (1 + 2 + 3 + 4 + 5) = (1 + 3) + (5) + (2 + 4). \quad (5.4)$$

Alors que le bilan du problème dans le cas élastique conduisait naturellement à la définition du taux de restitution d'énergie (Eq. 1.29, section 1.4.2), vu comme la variation d'énergie avec l'augmentation des surfaces libres créées par l'avancée de fissure, dans le cas présent le bilan global mélange des quantités énergétique variées (travail, énergie dissipée, énergie stockée) qui peuvent être relatives à l'une ou l'autre configuration a ou $a + da$. Ce bilan complexe n'invite donc pas directement à l'extraction d'un paramètre unique caractérisant la propagation de fissure, mais deux quantités analogues au taux de restitution d'énergie critique peuvent être dérivées de (5.1) et (5.3), considérant la variation du travail extérieur d'une part, et de l'énergie élastique d'autre part :

$$G_c = -\frac{1}{t} \frac{\partial U_{ext}}{\partial a} \Big|_{L=L_c} \quad (5.5)$$

et

$$G_c^* = -\frac{1}{t} \frac{\partial U_{elas}}{\partial a} \Big|_{L=L_c}. \quad (5.6)$$

Ces deux quantités, introduites dans Qi et al. (2018)² à travers une approche thermodynamiquement fondée, sont relativement complémentaires comme l'argumentent les auteurs de cette étude. En effet, G_c quantifie l'énergie externe devant être apportée pour entraîner une croissance de la fissure et peut ainsi être vue comme décrivant la résistance totale à la fissuration du matériau. En revanche, G_c^* est relié à la variation d'énergie stockée qui, comme expliqué précédemment, est interprétée comme l'énergie physiquement consommée par la fissure lorsqu'elle se propage. G_c^* serait ainsi plutôt relié aux mécanismes physiques permettant à la fissure

2. Les notations choisies ici pour G_c et G_c^* sont interverties par rapport à celles adoptées dans l'étude de Qi et co-auteurs. Ce choix a été fait car G_c , défini par (5.5), est facilement quantifiable expérimentalement via l'étude des courbes de première charge et c'est en particulier cette quantité qui sera calculée si l'on applique directement le raisonnement de Rivlin et Thomas (1953) en négligeant la dissipation (cf. section 5.2.2 pour plus de détails). La détermination de G_c^* , en revanche, demande le travail supplémentaire de devoir déterminer l'énergie élastique stockée lors de la déformation jusqu'à L_c .

d'avancer. À noter que les deux quantités G_c et G_c^* diffèrent par l'inclusion ou l'exclusion de la perte d'énergie par effet Mullins qui se produit durant l'étape (I), qui peut alors être vue comme une contribution supplémentaire à la résistance du matériau contre la propagation de fissures.

Nous avons considéré au début du raisonnement précédent que l'échantillon étudié était initialement vierge, et que l'effet Mullins était donc activé dès la première charge. Cependant, le raisonnement développé s'applique encore lorsque le matériau a subi un historique de chargement, en remplaçant les courbes de charge et décharge considérées dans la Figure 5.11 pour tenir compte de cet historique. Dans le cas particulier où une précharge serait suffisamment grande, de sorte que l'effet Mullins soit presque entièrement consommé dans le volume de l'éprouvette (à l'exception possible d'une petite zone en pointe de fissure), *i.e.* le matériau est élastique jusqu'à $L = L_c$. Alors, la dissipation par effet Mullins est négligée et le travail fourni pour déformer l'éprouvette jusqu'à L_c est entièrement stocké sous forme d'énergie élastique, conduisant à l'égalité $G_c = G_c^*$. Notons que, comme pour le cas élastique, les taux de restitution non critiques G et G^* peuvent également être introduits par (5.5) et (5.6) sans fixer la valeur de L . Alors, G_c et G_c^* sont vus comme des grandeurs caractérisant le matériau, alors que G et G^* constituent des quantités mécaniques décrivant l'intensité de la sollicitation de la fissure. Dans ce cas, le critère de propagation critique s'écrit $G = G_c$ et $G^* = G_c^*$. Intéressons nous désormais à l'extension de ce raisonnement, prenant en compte la dissipation due à l'effet Mullins, dans le cas des essais de cisaillement pur.

5.2.2 Application au cisaillement pur : Approche de Rivlin et Thomas

L'éprouvette de cisaillement pur, représentée dans la Figure 1.11 (Chapitre 1), est à nouveau étudiée en considérant cette fois-ci un matériau capable de dissiper par effet Mullins. Le schéma correspondant est reproduit en Figure 5.12 pour faciliter la lecture de cette partie. Dans un premier temps, le matériau sera supposé vierge. Les régions caractéristiques sont indiquées par les mêmes notations que précédemment. Pour rappel, la région A est libre de charge, C est la région complexe affectée par la pointe de fissure, B est en état de cisaillement pur et D est affectée par des effets des bords. De plus, lors de la propagation, B cède un volume matériel C' à C, et C cède A' à A.

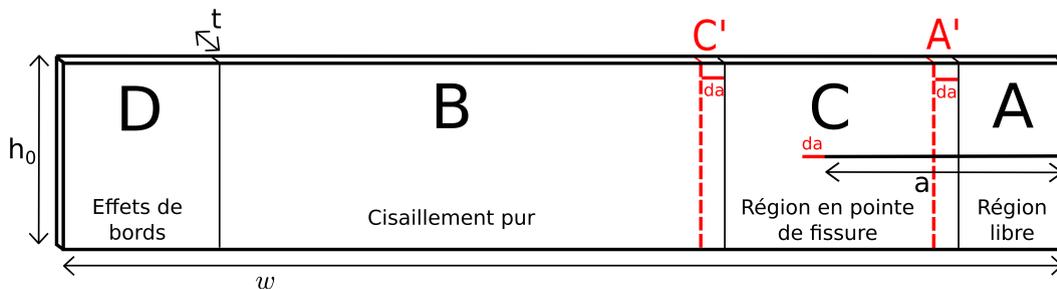


FIGURE 5.12: Représentation de l'essai de fissuration sur une éprouvette de cisaillement pur avec une taille d'entaille initiale a . La longueur additionnelle de l'entaille lorsqu'elle s'est propagée est notée da . Les différentes régions sont décrites dans le texte.

L'hypothèse de l'invariance de la région C est toujours formulée. Cependant, comme discuté par Long et Hui (2016), cette condition pourrait par exemple être fautive dans le cas d'une fissure qui commence à peine à propager dans le matériau vierge. En effet, l'accommodation de la région

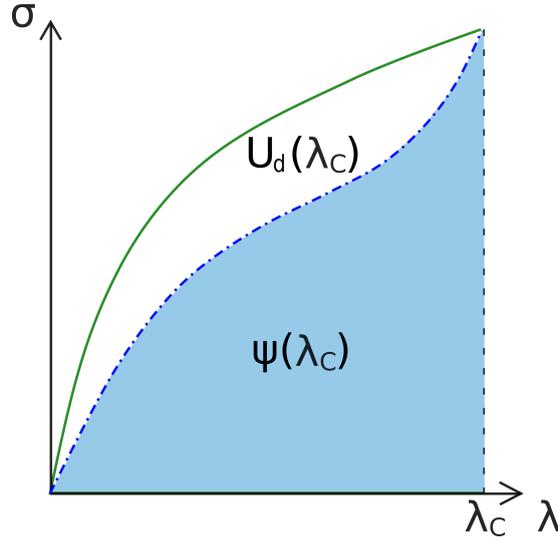


FIGURE 5.13: Illustration d'un cycle charge-décharge en cisaillement pur d'un matériau présentant de l'effet Mullins. Les densités d'énergie élastique stockée et dissipée correspondent aux aires sous la courbe de décharge et aire de l'hystérèse mécanique respectivement.

C pourrait présenter une étape transitoire lors de laquelle elle évoluerait avec l'avancée de fissure, avant d'atteindre un certain état stationnaire lors de la propagation.

Supposons donc être dans un tel état de propagation, à un niveau d'étirement global donné λ_c . Premièrement l'énergie mécanique totale, équivalente au travail externe reçu, est considérée. La théorie de Rivlin et Thomas (1953) pour le cisaillement pur s'applique toujours grâce à l'hypothèse de l'invariance de la région C, lorsque la fissure propage d'une longueur da . Le relâchement de la région A' permet à nouveau de considérer la variation d'énergie totale en s'intéressant particulièrement à la région C', lorsque le volume de matière correspondant est transmis de B à C : $dU_{ext} = \delta U_{ext}(C' \in B) = \mathcal{W}_0(\lambda_c).t.h_0.da$ avec \mathcal{W}_0 la densité d'énergie mécanique totale de la région B qui est sollicitée en cisaillement pur. De la même manière, le bilan énergétique appliqué à l'énergie élastique stockée donne aussi la variation d'énergie élastique comme l'énergie stockée dans le volume matériel défini par C' menant à : $dU_{elas} = U_{elas}(C' \in B) = \Psi(\lambda_c).t.h_0.da$ avec Ψ la densité d'énergie élastique en cisaillement pur. Ces deux variations énergétiques conduisent à des formules analogues à celles de Rivlin et Thomas (1953), permettant d'estimer les taux de restitution d'énergie critiques pour chaque échantillon :

$$G_c = \mathcal{W}_0(\lambda_c).h_0 \quad (5.7)$$

et

$$G_c^* = \Psi(\lambda_c).h_0. \quad (5.8)$$

La Figure 5.13 schématise le comportement à la charge (en trait plein) ainsi qu'à la décharge (en traits pointillés) d'un échantillon vierge du matériau considéré soumis à un état de cisaillement pur jusqu'à l'allongement global λ_c . La densité d'énergie élastique Ψ se lit sur le graphe comme l'aire sous la courbe de décharge, qui dépend du niveau de déformation maximal λ_c . La densité d'énergie dissipée U_d correspondante peut également se lire sur la figure, comme l'aire de la boucle d'hystérèse, de même pour la densité énergie mécanique totale \mathcal{W}_0 en tant qu'aire

sous la courbe de charge, et l'on a bien $\mathcal{W}_0 = U_d + \Psi$. Expérimentalement, $\mathcal{W}_0(\lambda_c)$ et $\Psi(\lambda_c)$ peuvent être estimées en effectuant un simple cycle charge-décharge jusqu'à l'allongement λ_c sur une éprouvette en cisaillement pur.

Une fois de plus, ce raisonnement développé au départ pour une éprouvette initialement vierge, peut aussi être étendu au cas où le matériau a subi un historique de chargement, au coût de la modification des fonctions donnant les densités d'énergies \mathcal{W}_0 et Ψ par les fonctions équivalentes dépendantes des étirements maximaux vus lors de cet historique. Dorénavant, les notations \mathcal{W}_0 , Ψ et U_d seront utilisées librement en prenant en compte l'historique considéré dans le contexte. Dans le cas particulier d'une précharge suffisamment grande qui rendrait le matériau élastique dans la région en cisaillement pur jusqu'à l'étirement λ_c , la zone correspondante B et plus particulièrement C' n'aura pas dissipé d'énergie avant la propagation, et dans ce cas les fonctions \mathcal{W}_0 et Ψ coïncident pour les niveaux d'étirement considérés.

Dans le cas où il y a effectivement présence de dissipation dans la zone B (typiquement pour une éprouvette vierge ou qui a subi une précharge faible), la fonction Ψ , qui donne la densité d'énergie stockée, dépend de l'allongement maximal λ_c . Cela induit que cette fonction doit être déterminée en connaissant la valeur de cet étirement *a priori*. À l'inverse, la fonction homologue \mathcal{W}_0 , pour l'énergie mécanique, est indépendante de λ_c . Cette dernière peut donc être d'abord estimée par un simple essai monotone, puis évaluée à l'étirement critique *a posteriori*. Expérimentalement, ceci traduit le fait que pour un historique de chargement donné, G_c peut être calculé à l'aide de la connaissance de \mathcal{W}_0 préalablement déterminée à partir d'un seul essai, et des valeurs des allongements à rupture obtenus lors d'essais de fissuration. Au contraire, pour obtenir G_c^* il faudrait d'abord effectuer un essai de fissuration pour déterminer la valeur de λ_c et effectuer par la suite un cycle charge-décharge à cet étirement, sur un échantillon non entaillé.

Afin d'éviter une telle procédure pour déterminer les valeurs de G_c^* , le modèle constitutif présenté dans le chapitre 1 est employé pour modéliser le comportement du matériau, prenant en compte son endommagement. Étant donné le caractère isotrope d'un tel modèle, seules les précharges proportionnelles seront désormais retenues.

5.3 Calcul théorique de G_c^* à l'aide d'une loi de comportement

Le modèle Néo-Hookéen avec endommagement, présenté dans la section 1.3.3, est adopté pour modéliser simplement l'accommodation vue par le SBR chargé dans les essais présentés au début du chapitre. Ce modèle isotrope ne permet pas de modéliser tous les effets d'endommagement observés expérimentalement, et les trois paramètres du modèle μ , α et β sont ajustés à partir des courbes de référence correspondant au matériau vierge ainsi qu'au matériau préchargé uniaxialement à 100% de déformation, et à 200% de déformation (Figure 5.9a). Les valeurs obtenues pour ces paramètres sont $\mu=2,17$ MPa, $\alpha=0,40$ et $\beta=0,32$. La Figure 5.14 présente la comparaison entre les données expérimentales et le comportement prévu par le modèle avec les paramètres ajustés.

Les étirements à rupture de chaque essai de fissuration sont alors repris pour calculer $\mathcal{W}_0(\lambda_c)$ et $\Psi(\lambda_c)$ à l'aide du modèle. L'expression de Ψ est directement donnée par le modèle (Eq. 1.9). La densité d'énergie mécanique \mathcal{W}_0 est complexe à obtenir dans le cas général, cependant parmi les trois cas étudiés se trouve d'une part le matériau vierge, pour lequel l'expression de \mathcal{W}_0 est connue (Eq. 1.20). D'autre part, les deux précharges étudiées sont suffisamment grandes pour que l'endommagement D du modèle ne varie pas avant la rupture à λ_c : dans ce cas $\mathcal{W}_0=\Psi$. Les valeurs de G_c et G_c^* prévues par le modèle sont alors calculées grâce à (5.7) et (5.8).

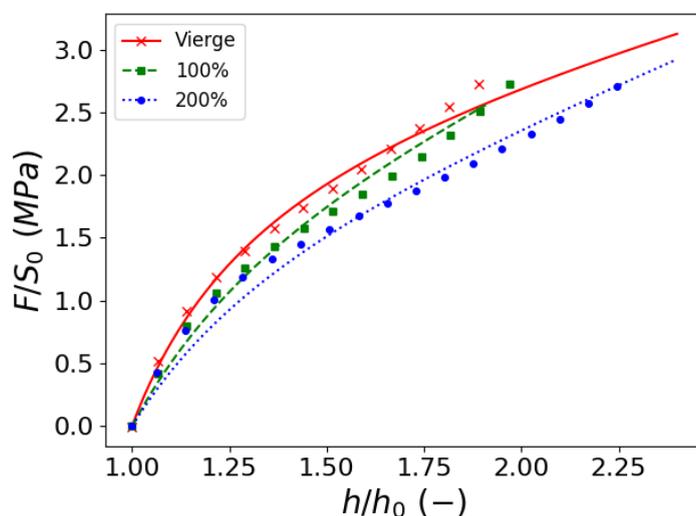


FIGURE 5.14: Comportement en cisaillement pur prévu par le modèle Néo-Hookéen avec endommagement pour le matériau vierge, ou ayant subi une précharge en traction uniaxiale à 100% ou 200% de déformation. Les données expérimentales utilisées pour l'ajustement des paramètres sont représentées par les symboles.

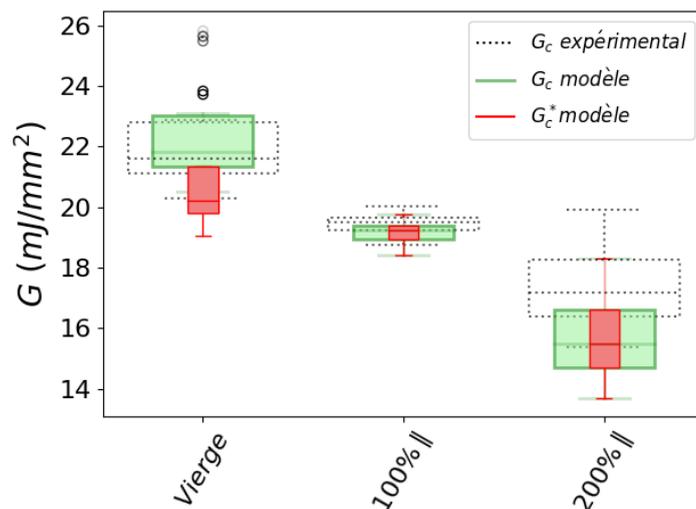


FIGURE 5.15: Valeurs de G_c (en vert) et G_c^* (en rouge) obtenues à partir des énergies estimées par le modèle. Les résultats sont comparés aux valeurs obtenues expérimentalement, représentées en pointillés.

Les résultats sont présentés sous forme de boîtes à moustaches sur la Figure 5.15. Tout d'abord, les valeurs de G_c sont bien estimées pour les essais des séries Vierge et 100%. Les valeurs de la série 200% sont un peu sous-estimées en raison de l'imprécision du modèle : le comportement prévu dans ce cas sous-estime les données expérimentales pour les déformations inférieures à 50% environ (Figure 5.14). Nous éviterons alors de comparer les valeurs absolues expérimentales et modélisées pour éviter ce biais. Le modèle reproduit néanmoins les tendances observées et l'effet de l'adoucissement.

Pour le matériau vierge, la dissipation par effet Mullins entre en jeu et G_c^* est plus faible que G_c . Malgré cette écart, les valeurs de G_c^* sont différentes pour les trois conditions. En particulier,

dans les deux cas préchargés, des valeurs de G_c différentes avaient été obtenues, et les précharges sont suffisamment grandes pour que $\mathcal{W}_0 = \Psi$, et donc $G_c^* = G_c$ dans les deux cas. Il s'ensuit que les valeurs de G_c^* sont également différentes. Ainsi, de même que pour le G_c , les valeurs du G_c^* sont également dépendantes de l'effet de la précharge. Par ailleurs, ce résultat pouvait être prévu au vu de l'expression de la formule de Rivlin modifiée (Eq. (5.8)) combinée au résultat de l'invariance de λ_c sur l'historique de chargement pour une géométrie fixée. G_c^* varie directement suivant la dépendance de Ψ à l'historique de chargement lorsque la précharge est suffisamment grande. Ceci traduit donc une dépendance au préchargement de l'énergie dissipée par la fissure lorsqu'elle grandit.

Ces résultats montrent qu'il semble possible de prévoir la fissuration du matériau lorsqu'il est préchargé à partir de la connaissance d'un allongement à rupture et d'une loi de comportement capable de bien modéliser l'adoucissement par effet Mullins. Cependant, ceci n'est valable que dans le cas très limité d'un préchargement homogène. Par ailleurs, l'anisotropie induite par certains type de préchargements pose également le problème des valeurs de G_c (et éventuellement de G_c^*) différentes selon les directions. De tels critères se montrent donc insuffisants pour prédire la fissuration d'un matériau non vierge dans le cas général.

D'autre part, des critères énergétiques établis sur G_c ou G_c^* ne justifieraient pas le fait que les allongements à rupture aient toujours été obtenus identiques, quel que soit le préchargement, pour une géométrie donnée. L'effet de l'historique de chargement sur la valeur de G_c^* , donc sur l'énergie dissipée par la fissure qui se propage, pose la question d'une dissipation additionnelle causée par l'effet Mullins lorsque la fissure avance. Cette idée est explorée dans la section qui suit.

5.4 Prise en compte d'une dissipation Mullins pendant la fissuration

La quantité G_c^* évalue l'énergie consommée lors de la fissuration. Cette quantité est différente de G_c qui prend en compte les dissipations éventuelles lors de la mise en charge. La grandeur G_d^I est introduite pour quantifier l'effet de cette dissipation sur le taux de restitution d'énergie, et sera définie par :

$$G_d^I = G_c - G_c^*. \quad (5.9)$$

En particulier, dans le cas du cisaillement pur en combinant les formules (5.7) et (5.8), G_d^I quantifie l'énergie dissipée dans la zone en cisaillement pur, et s'exprime comme :

$$G_d^I = \left(\mathcal{W}_0(\lambda_c) - \Psi(\lambda_c) \right) \cdot h_0 = U_d(\lambda_c) \cdot h_0. \quad (5.10)$$

Cette expression permet de remarquer que :

- Pour une petite précharge caractérisée par un allongement maximal $\lambda_{pre} < \lambda_c$, $G_d^I > 0$ et $G_c^* = G_c^{*vg}$, avec G_c^{*vg} la valeur obtenue pour le matériau vierge.
- Pour une précharge telle que $\lambda_{pre} = \lambda_c$, G_d^I s'annule et $G_c = G_c^* = G_c^{*vg}$.
- Enfin, pour une précharge suffisamment large, vérifiant $\lambda_{pre} > \lambda_c$, $G_d^I = 0$ et $G_c = G_c^* < G_c^{*vg}$.

Ainsi, G_d^I qui caractérise la dissipation associée à la phase **(I)** dans le scénario de fissuration développée dans la section 5.2, peut être interprété comme un terme renforçant la capacité

du matériau à résister à la fissuration. L'énergie réellement dissipée pendant la fissuration est modifiée si la précharge a entièrement éliminé G_d^I . Cependant, il existe peut-être une dissipation Mullins se produisant *durant* la fissuration, c'est-à-dire la phase (II) du scénario considéré. Si tel est le cas, alors l'énergie consommée par unité de surface créée et quantifiée par G_c^* , serait en fait utilisée en partie pour dissiper l'effet Mullins localement, le reste servant alors à agrandir la surface de la fissure.

Cette hypothèse semble plausible en raison des grandes déformations vues en pointe de fissure, conduisant sans doute certains points matériels à subir lors de la fissuration des niveaux de déformation jamais vus, activant l'effet Mullins. Ceci pourrait également expliquer la dépendance de G_c^* à la précharge, ce terme étant lui-même la somme d'une contribution dissipative pendant la fissuration G_d^{II} et d'un terme lié à la création de surface pour ce matériau G_0 dont on se demande si il est intrinsèque. Si ce terme correspond à une propriété matériau, indépendante de l'historique de préchargement, alors l'indépendance des allongements à rupture par rapport aux différentes précharges serait justifiée. La décomposition des différents taux de restitution s'écrit alors :

$$G_c = G_c^* + G_d^I = G_0 + G_d^{II} + G_d^I. \quad (5.11)$$

Il s'agit du point de vue adopté par Long et ses co-auteurs (Long et Hui (2016) et Qi et al. (2018)) dans le cadre de l'étude d'hydrogels présentant un effet Mullins. Ces derniers considèrent G_0 comme intrinsèque. Ainsi, il proposent l'écriture $G_c = G_0 + G_d$ avec G_d le terme correspondant à la dissipation d'énergie due au Mullins. Dans leur étude, la distinction n'est pas faite entre G_c et G_c^* , si bien que le terme G_d intègre toute la dissipation correspondant à la fois à la dissipation de la phase (I) (avant la propagation) et celle de la phase (II) (pendant la propagation). Dès lors, $G_d = G_d^I + G_d^{II}$ pour faire le lien avec les notations précédentes. À l'aide de considérations théoriques et d'un calcul numérique, Qi et al. (2018) parviennent à des estimations du rapport G_d/G_c à partir des déformations locales en pointe de fissure. Il est proposé dans ce qui va suivre d'adapter leur démarche pour tenter de l'appliquer aux mesures expérimentales des champs de déformation locaux obtenus dans le chapitre 3.

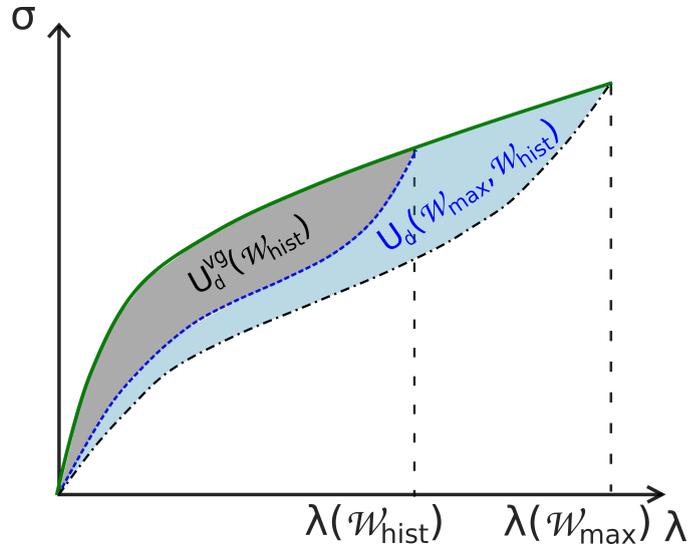


FIGURE 5.16: Hystérésis correspondant à une précharge du matériau vierge jusqu'à W_{hist} , et du cycle correspondant au matériau préchargé lors d'une recharge jusqu'à W_{max}

Les grandeurs d'intérêt sont la densité de travail mécanique \mathcal{W} , la fonction de densité d'énergie dissipée du matériau vierge U_d^{vg} donnant l'aire de l'hystérèse du cycle charge-décharge à une déformation maximale donnée, et son équivalent U_d pour le matériau présentant un historique de chargement quelconque. En particulier, pour une sollicitation à densité d'énergie maximale \mathcal{W}_{max} , et pour un historique de chargement correspondant à une densité \mathcal{W}_{hist} , U_d s'exprime à partir de U_d^{vg} comme illustré à la Figure 5.16 :

$$\begin{aligned} U_d(\mathcal{W}_{max}, \mathcal{W}_{hist}) &= U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}) - U_d^{vg}(\mathcal{W}_{hist}) & \text{si } \mathcal{W}_{hist} < \mathcal{W}_{max}. \\ &= 0 & \text{si } \mathcal{W}_{hist} \geq \mathcal{W}_{max}. \end{aligned} \quad (5.12)$$

Cas du matériau vierge

Afin de déterminer G_d^{II} , l'énergie volumique dissipée par l'éprouvette de cisaillement pur du matériau vierge lors d'une avancée de fissure da est considérée. En effet, si G_c^* quantifie la variation d'énergie élastique stockée dans l'éprouvette avec la croissance de la surface de la fissure, alors G_d^{II} quantifie la part de cette énergie qui est dissipée par effet Mullins par cette même croissance de surface de la fissure. Pour calculer cette quantité, homogène à une énergie surfacique, à partir de la connaissance des déformations locales, il faut intégrer sur le volume V de l'éprouvette l'énergie volumique dissipée par effet Mullins par croissance de la surface de la fissure. Sous hypothèse d'une épaisseur t constante, cette intégrale se réduit à une intégrale surfacique :

$$G_d^{II} = \iiint_V \frac{\phi}{t} dV = \iint_S \phi dS, \quad (5.13)$$

avec ϕ l'énergie dissipée par effet Mullins, par unité de volume et par avancée unitaire de la fissure da . En remarquant que cette quantité est homogène à une densité d'énergie sur une longueur, l'intégrale sur la surface S est bien homogène à G_d^{II} .

Suivant Qi et al. (2018), l'hypothèse d'état stationnaire de propagation et la configuration lagrangienne seront adoptées. L'avancée de la fissure d'une distance da équivaut à considérer que la pointe de fissure est fixe et que tous les points matériels de l'éprouvette se déplacent de da dans la direction opposée au sens de propagation ; ces points seront repérés par leurs coordonnées (X, Y) dans le repère centré sur la pointe de fissure. De plus, l'éprouvette est supposée infiniment longue, ce qui revient à dire que l'on ne s'intéressera pas aux effets de bords sur les côtés libres. Ainsi la dissipation élémentaire ϕ d'un point matériel de coordonnées (X, Y) correspond à la dissipation de ce point lorsqu'il est déplacé en $(X-da, Y)$. La Figure 5.17 (en haut) illustre cette équivalence entre déplacement de la pointe de fissure et déplacement de points matériels, et comment la dissipation durant la propagation est donnée comme somme des dissipations élémentaires.

Comme le montre Qi et al. (2018), l'intégrale sur la surface peut être simplifiée en sommant d'abord tous les points à une hauteur Y_0 donnée. En effet, cela revient à considérer l'historique de chargement du point matériel M à une hauteur Y_0 fixée lorsqu'il est déplacé de $X = +\infty$ à $X = -\infty$.

$$G_d^{II} = \iint_{M \in S} \phi(M) dS = \int_{Y=-h0/2}^{+h0/2} \left(\int_{X=-\infty}^{+\infty} \phi(M) dX \right) dY \quad (5.14)$$

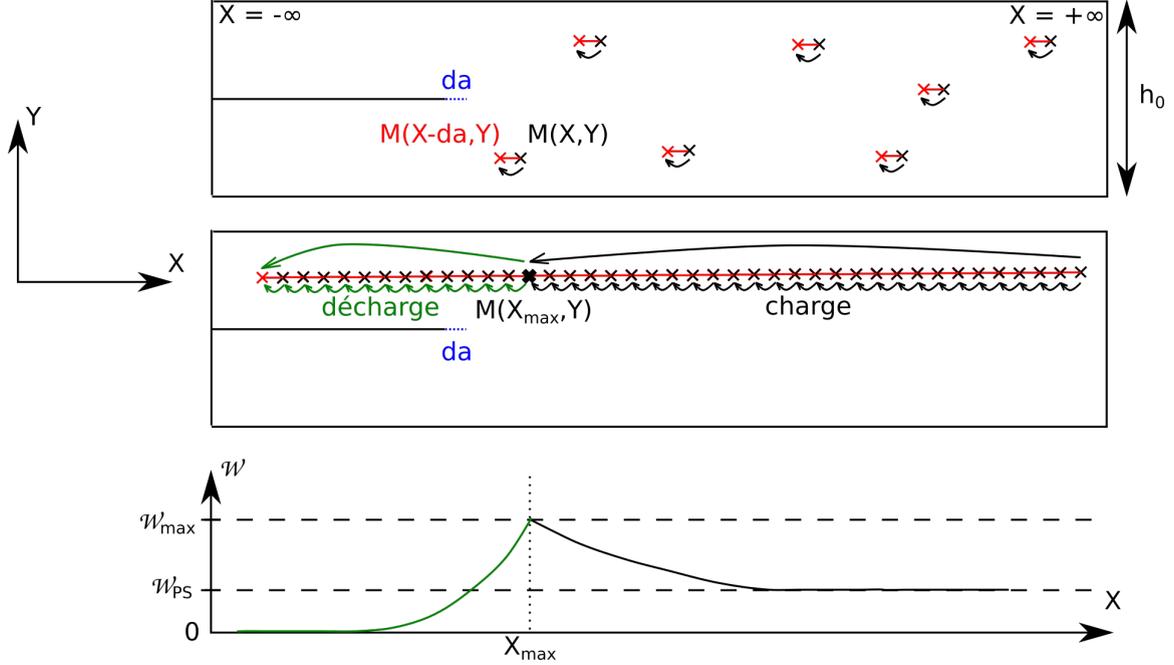


FIGURE 5.17: En haut : Équivalence entre déplacement de la pointe d'entaille et déplacements unitaires des points matériels. Au milieu : Pour une hauteur Y_0 fixée, simplification suivant la direction X de la somme des déplacements unitaires. En bas : Densité de travail supposée du point mobile M de hauteur Y_0 , selon sa position en X . Le maximum est atteint en $X = X_{max}$.

Sur ce trajet, il est convenu informellement que lorsque le point se rapproche de la pointe d'entaille, il va être soumis à des déformations de plus en plus sévères jusqu'à atteindre un maximum en une certaine position X_{max} qui dépend a priori de Y_0 . Une façon parmi d'autres de quantifier le niveau de déformation peut être de considérer la densité d'énergie mécanique associée \mathcal{W} , X_{max} est alors défini tel que la densité d'énergie atteint sa valeur maximale $\mathcal{W}(X_{max}) = \mathcal{W}_{max}$. Ensuite, lorsque le point M continue de se déplacer vers $X = -\infty$, les déformations vont diminuer jusqu'à être complètement déchargé en atteignant la région loin derrière la pointe de fissure. Ceci est illustré en Figure 5.17 (au milieu), le point M se charge entre $X = +\infty$ et $X = X_{max}$ et se décharge entre $X = X_{max}$ et $X = -\infty$.

Pour un choix de modèle où la dissipation se produit lors de la charge, l'intégrale se réduit au domaine $X = +\infty$ à $X = X_{max}$, correspondant respectivement aux niveaux d'énergie volumique \mathcal{W}_{PS} (associé à la zone en cisaillement pur) et \mathcal{W}_{max} . Étant donné que $\partial \cdot / \partial X = -\partial \cdot / \partial a$ en raison de l'hypothèse de propagation stationnaire, et en se souvenant que ϕ représente la variation de la densité d'énergie dissipée par avancée de la pointe de fissure da , l'intégrale sur X est égale à la densité d'énergie dissipée par le point M lorsqu'il parcourt le trajet entre $(+\infty, Y_0)$ et (X_{max}, Y_0) , *i.e.* $U_d(\mathcal{W}_{max}, \mathcal{W}_{PS})$. Le lecteur pourra trouver une autre manière de justifier cette égalité dans Qi et al. (2018) à travers des arguments géométriques,

$$U_d(\mathcal{W}_{max}, \mathcal{W}_{PS}) = - \int_{X=+\infty}^{X_{max}} \phi(M) dX = - \int_{\mathcal{W}=\mathcal{W}_{PS}}^{\mathcal{W}_{max}} \phi(\mathcal{W}) d\mathcal{W}. \quad (5.15)$$

Alors, G_d^{II} s'exprime comme :

$$G_d^{II} = \int_{Y=-h_0/2}^{+h_0/2} \left(- \int_{\mathcal{W}=\mathcal{W}_{PS}}^{\mathcal{W}_{max}} \phi(\mathcal{W})d\mathcal{W} \right) dY = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{PS})dY. \quad (5.16)$$

En appliquant (5.12), $U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{PS})$ se simplifie comme $U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}(Y)) - U_d^{vg}(\mathcal{W}_{PS})$. Or, le second terme est indépendant de Y , permettant l'intégration où l'on reconnaît l'expression de G_d^I pour l'essai en cisaillement pur (Eq. (5.10)) :

$$\begin{aligned} G_d^{II} &= 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}(Y))dY - 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d^{vg}(\mathcal{W}_{PS})dY \\ &= 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}(Y))dY - G_d^I. \end{aligned} \quad (5.17)$$

Le terme intégral restant s'identifie alors par les définitions précédentes à $G_d = G_d^I + G_d^{II}$.

$$G_d = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}(Y))dY \quad (5.18)$$

Ainsi, malgré la différence de modèle utilisé, l'expression obtenue est identique à celle donnée par Qi et al. (2018), en prenant en compte G_d comme l'expression de la totalité de la dissipation par effet Mullins, avant et pendant la propagation. Par la suite, leur démarche est basée sur certaines hypothèses simplificatrices en se plaçant notamment dans des cas particuliers. L'estimation expérimentale de G_d^{II} effectuée ici sera faite en limitant au plus possible les hypothèses et en se basant sur l'exploitation des mesures.

Il sera plus aisé de calculer G_d qui ne nécessite que la connaissance de la fonction U_d^{vg} ainsi que de $\mathcal{W}_{max}(Y)$, G_d^{II} sera alors déduit en retirant la contribution G_d^I .

Cas préchargé

Pour le cas d'une petite précharge, définie par une énergie volumique maximale vue durant l'historique $\mathcal{W}_{pre} < \mathcal{W}_{PS}$, tout le raisonnement précédent reste valable. En particulier l'équation (5.15) s'applique toujours. L'équation (5.16) reste vérifiée, cependant G_d^I s'écrit désormais, en faisant intervenir (5.12), comme :

$$G_d^I = U_d(\mathcal{W}_{max}, \mathcal{W}_{pre}).h_0 = U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}).h_0 - U_d^{vg}(\mathcal{W}_{pre}).h_0. \quad (5.19)$$

Alors, (5.17) est modifiée en :

$$G_d^{II} = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d^{vg}(\mathcal{W}_{max}(Y))dY - G_d^I - U_d^{vg}(\mathcal{W}_{pre}).h_0. \quad (5.20)$$

Le terme $U_d^{vg}(\mathcal{W}_{pre}).h_0$ peut ensuite être rentré dans l'intégrale, ce qui conduit en utilisant (5.12) à :

$$G_d^{II} = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{pre}) dY - G_d^I. \quad (5.21)$$

Alors, le terme intégral est à nouveau reconnu comme G_d :

$$G_d = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{pre}) dY. \quad (5.22)$$

Une fois de plus, l'expression donnée par Qi et al. (2018) est retrouvée, en considérant la dissipation totale G_d . Notons que dans le cas d'une petite précharge, la valeur de G_d^{II} est inchangée par rapport au cas du vierge, et l'effet de la précharge n'affecte que G_d^I .

Considérons maintenant le cas d'une grande précharge, telle que $\mathcal{W}_{pre} > \mathcal{W}_{PS}$. Dans ce cas, le raisonnement du cas vierge s'applique toujours. Cependant, à cause de la précharge, la densité d'énergie dissipée par le point M lorsqu'il parcourt le trajet entre $(+\infty, Y_0)$ et (X_{max}, Y_0) est désormais $U_d(\mathcal{W}_{max}, \mathcal{W}_{pre})$. De plus, dans ce cas $U_d(\mathcal{W}_{PS}, \mathcal{W}_{pre}) = 0$ et donc $G_d^I = 0$. Alors, G_d s'exprime comme :

$$G_d = G_d^{II} = 2 \int_{Y=0}^{+h_0/2} U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{pre}) dY. \quad (5.23)$$

Cette expression intégrale de G_d est ainsi vraie dans tous les cas, avec $\mathcal{W}_{pre} = 0$ dans le cas du matériau vierge. Pour l'application expérimentale, G_d^{II} sera évaluée dans le cas d'une précharge uniaxiale à 100% et des précharges à 200% de déformation.

Estimation de G_d à partir des données expérimentales

Si Qi et al. (2018) ont proposé la démarche théorique qui a été reprise dans le cadre de ce travail, celle-ci a été appliquée à un calcul numérique uniquement à travers la formulation d'hypothèses fortes. Une confrontation expérimentale originale est donc proposée dans ce qui suit.

Les méthodes présentées dans le chapitre 3 donnent accès à la mesure des champs locaux de déformation dans une éprouvette en cisaillement pur. Ces mesures seront combinées à l'utilisation de la loi de comportement Néo-Hookéenne avec endommagement présentée dans le Chapitre 1 pour estimer l'ensemble des quantités énergétiques nécessaires à l'évaluation du G_d dans le cas d'éprouvettes vierges ou préchargées.

La méthode est présentée ici sur un échantillon vierge. En raison des grandes vitesses de propagation vues lors de la propagation critique et un peu avant, l'algorithme de suivi des tâches s'est le plus souvent révélé incapable de fournir un suivi jusqu'à $\lambda = \lambda_c$, en raison d'une fréquence d'acquisition des images trop faible comparé aux déplacements se produisant en pointe d'entaille. En conséquence, les images dont le champ de déformation a été étudié pour déterminer la valeur de G_d ont été choisies à l'allongement global arbitraire $\lambda = 1.59$ (vérifiant $\lambda < \lambda_c \approx 1.64$), pour lequel le suivi des tâches est effectué correctement sur l'ensemble des essais étudiés. Ainsi, toutes les quantités énergétiques obtenues et discutées dans la suite seront

relatives à ce point de fonctionnement relativement proche de λ_c , avec $G = G(\lambda = 1.59)^3$. Par ailleurs, la sommation suivant l'axe X dans la méthode de Qi et al. (2018) (Eq. (5.15)) sera particulièrement intéressante, car elle permet d'estimer G_d à partir du champ de déformation obtenu sur une seule image. Il serait également concevable d'essayer de déterminer le terme ϕ dans (5.13) à l'aide de deux images successives durant la propagation, mais cette méthode aurait d'une part le défaut de devoir prendre en compte le fait que l'écart de temps entre les deux images et la distance d'avancée de fissure ne sont pas infinitésimaux. D'autre part la comparaison entre deux images serait incertaine, en raison du cumul du bruit de mesure présent dans chacune d'entre elles.

Le tenseur gradient \mathbf{F} étant connu en chaque pixel de l'image, il est possible de calculer la quantité $(I_1 - 3)$ en chaque point. Pour chaque hauteur Y, la valeur de X_{max} introduite dans le paragraphe précédent est déterminée par la position du pixel où $(I_1 - 3)$ atteint sa valeur maximale, en raison de la forme Néo-Hookéenne du modèle adopté 1.3.3).

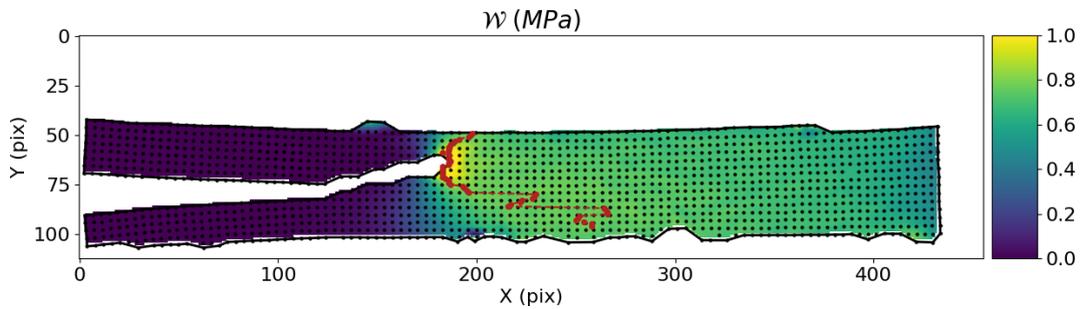


FIGURE 5.18: Champ de la densité de travail mécanique \mathcal{W} obtenu à partir des déformations mesurées expérimentalement, et évalué par le modèle Néo-Hookéen avec endommagement. L'intensité de \mathcal{W} est représenté par la couleur dont l'échelle est donnée à droite de l'image, en MPa. Le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ est représenté en rouge.

La Figure 5.18 représente le champ de la densité d'énergie mécanique \mathcal{W} de l'éprouvette initialement vierge, obtenu à partir du champ de densité d'énergie Néo-Hookéenne de référence \mathcal{W}^{NH} et de la fonction Ω (fonction qui donne la densité d'énergie mécanique réelle pour le matériau vierge à partir de la densité Néo-Hookéenne) présentées à la section 1.3.3. Notons que lors de la fissuration, les points matériels $M(X,Y)$ pour les valeurs de X comprises entre $+\infty$ et X_{max} compris sont dans un état de charge comme justifié dans la Figure 5.17. $\Omega(\mathcal{W}^{NH})$ donne donc bien la densité d'énergie mécanique correspondante. En revanche, les points $M(X,Y)$ vérifiant $X < X_{max}$ sont derrière la fissure dans un état de décharge, avec un historique de chargement donné. Alors, l'estimation de \mathcal{W} en ces points par $\Omega(\mathcal{W}^{NH})$ est techniquement incorrecte car elle ne prend pas en compte cet historique. Par la suite, les représentations de \mathcal{W} dans cette région ne seront donc pas justes, cependant il ne s'agira pas d'une région d'intérêt et cela ne perturbera pas le raisonnement.

Le profil $X_{max}(Y)$ est représenté en rouge. La forme obtenue est parabolique comme prévue par Qi et al. (2018), et est tronquée sur le côté supérieur de l'image en raison d'une dissymétrie

3. Jusqu'à présent, toute la thèse s'est articulée autour de l'étude du G_c qui correspond à la valeur particulière de G pour laquelle la fissuration critique est observée. Cela a permis de tirer des conclusions claires quant à l'effet de l'historique de chargement sur la propagation de fissures. Néanmoins, rien n'empêche de se placer à un autre point de fonctionnement donné par une autre valeur de G , et les grandeurs G_d^I , G_d^{II} , G_d et G_0 ne se rapportent alors pas à G_c comme présenté dans la théorie, mais à la valeur de G choisie.

de la fissure par rapport au centre du champ de déformation mesuré expérimentalement. Pour les points très proches de la pointe de fissure, un artefact sur la valeur de X_{max} est obtenu, car l'information de la déformation suffisamment proche de l'entaille n'est pas disponible en raison de la méthode de mesure employée : le point détecté pour la valeur maximale de $(I_1 - 3)$ à la hauteur correspondante est alors à la frontière du champ connu. Ces points vont donc *a priori* sous-estimer la valeur de \mathcal{W}_{max} .

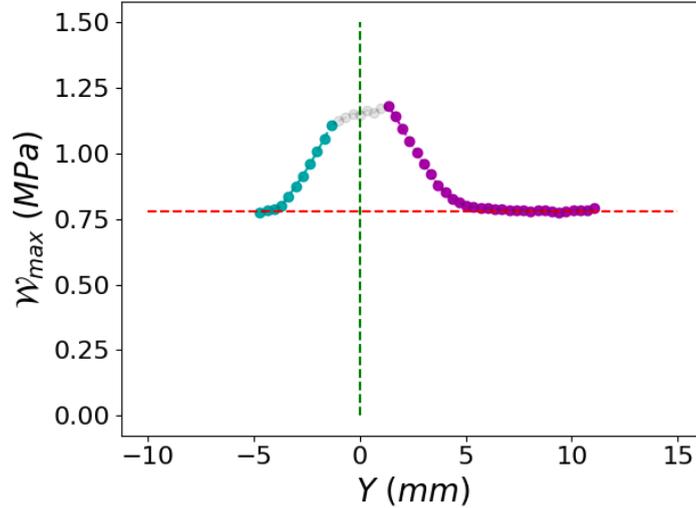


FIGURE 5.19: Forme du profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ obtenu expérimentalement. Les points gris représentent les points où la densité d'énergie est sous estimée en raison du manque de mesures locales proche de la pointe d'entaille.

Ceci se retrouve effectivement dans la Figure 5.19 qui représente le profil de $\mathcal{W}_{max}(Y)$. Dans un premier temps, la position de la pointe de fissure, qui est inconnue dans la configuration lagrangienne, est estimée grossièrement à l'aide de la transformation de l'image déformée telle que présenté en section 3.6.2. La position $Y = 0$ sur la Figure 5.19 correspond à cette position approchée. Le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ montre deux régions distinctes. Un pic central met en évidence l'effet de la pointe d'entaille. Au loin de la fissure, pour $|Y| > 5$ mm environ, on observe un plateau qui correspond à la région décrite par Qi et al. (2018) qui ne sera pas affectée par l'amplification des déformations causée par la fissure, et vérifie donc $\mathcal{W}_{max}(plateau) = \mathcal{W}_{PS} = G/h_0$. Expérimentalement, la valeur de G obtenue par la mesure globale à l'instant choisi est de 19.0 mJ/mm^2 . La mesure locale donne $\mathcal{W}_{max}(plateau) = 0.78 \text{ MPa}$, et la hauteur initiale de l'essai est $h_0 = 24 \text{ mm}$, conduisant à une mesure locale de $G = 18.7 \text{ mJ/mm}^2$, ce qui est remarquablement proche de la valeur globale attendue en prenant en compte les différentes sources d'erreur. Le niveau d'énergie du plateau est donc effectivement corrélé à la valeur de G . Ensuite, la région proche de la fissure est perturbée par celle-ci, et un pic est observé dans le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$. En raison du manque de mesures très proche de la pointe, l'énergie est sous-estimée ce qui est illustré par le fait que le haut du pic soit tronqué.

La représentation de la surface donnée par \mathcal{W} dans l'espace tridimensionnel (X, Y, \mathcal{W}) permet de bien représenter le problème visuellement (Figure 5.20), et les projections selon les différentes directions du repère permettent de retrouver certains des résultats illustrés dans les figures précédentes. La vue isométrique permet d'appréhender la forme globale de la surface \mathcal{W} et les niveaux mis en jeu représentés en couleurs dans la Figure 5.18 : la région loin derrière la fissure ($X < 100 \text{ pix}$) est libre de charge, la région en cisaillement pur en avant de la pointe de fissure

($X > 250$ pix) montre bien un plateau de densité d'énergie et le pic à la pointe de la fissure est bien visible. La projection dans le plan (X, \mathcal{W}) illustre la forme expérimentale correspondant à la forme théorique supposée dans la Figure 5.17. Cette vue montre en particulier au travers du profil $\mathcal{W}_{max}(X_{max})$ la vitesse d'évolution de la densité d'énergie d'un point matériel lorsqu'il est déplacé de la zone en cisaillement pur à la zone en pointe d'entaille durant la propagation. La projection dans le plan (X, Y) quant à elle se rapporte à la Figure 5.18 en permettant de voir à nouveau la forme parabolique donnée par $X_{max}(Y)$, ainsi que la région vide où les déformations n'ont pas pu être mesurées car trop proche de la fissure. Enfin, la projection dans le plan (Y, \mathcal{W}) permet d'appréhender comment le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$, représenté dans la Figure 5.19, s'inscrit par rapport aux niveaux de la densité d'énergie \mathcal{W} vus dans le reste de l'éprouvette.

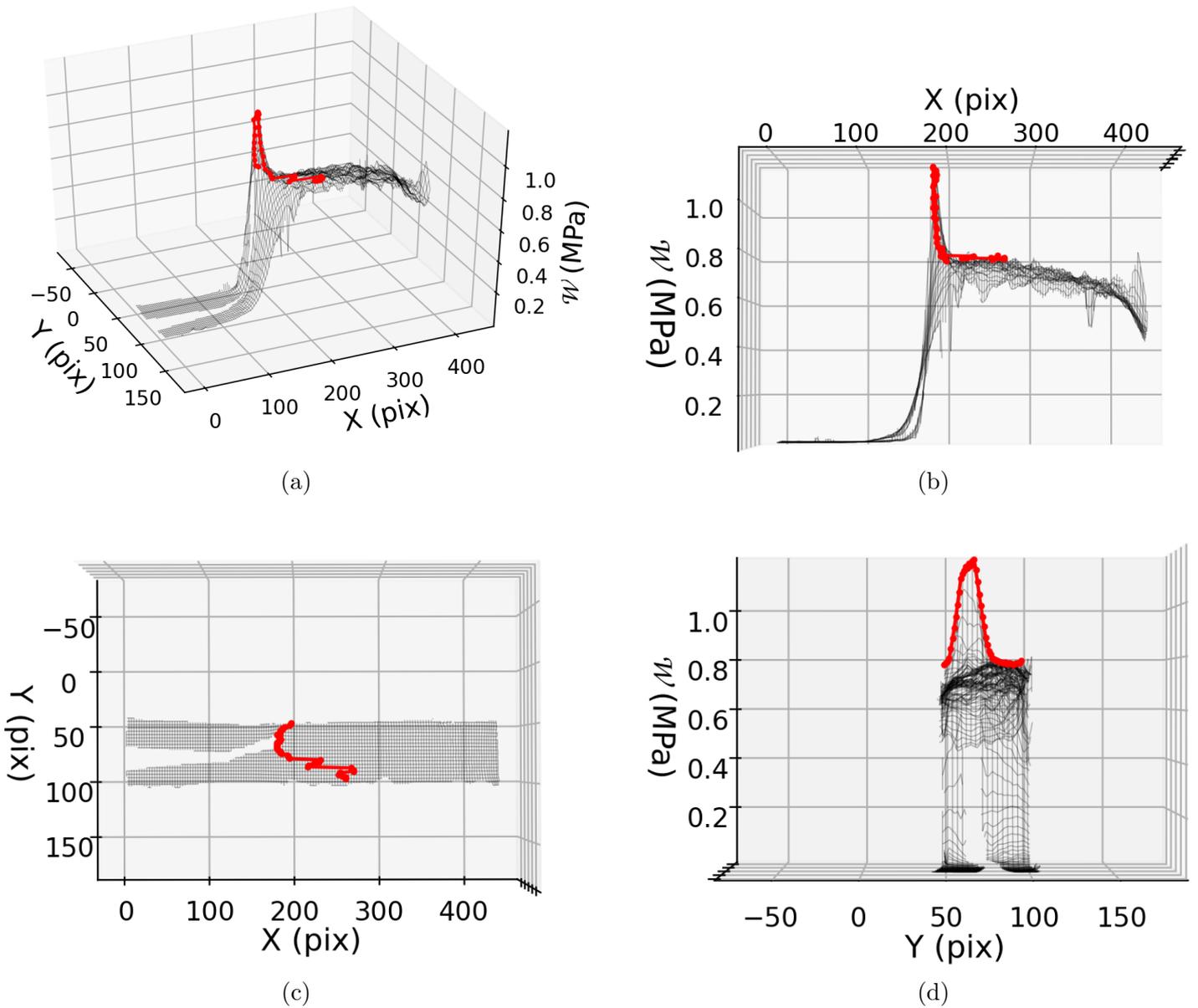


FIGURE 5.20: Représentation de la surface obtenue pour la densité d'énergie mécanique \mathcal{W} dans le repère tridimensionnel (X, Y, \mathcal{W}). Le profil de $\mathcal{W}_{max}(X_{max}(Y), Y)$ est représenté en rouge. (a) Vue isométrique. (b) Projection dans le plan (X, \mathcal{W}) (c) Projection dans le plan (X, Y) (d) Projection dans le plan (Y, \mathcal{W})

Afin d'appliquer (5.18), la connaissance de $\mathcal{W}_{max}(Y)$ est nécessaire pour tout Y , donc le profil expérimental partiel est complété par des extrapolations⁴.

Pour les données manquantes loin de la fissure, dues aux manques de mesures de déformations près des mors, il suffit de compléter avec la valeur du plateau jusqu'à vérifier que la hauteur totale correspond bien à h_0 . Pour la région en pointe de fissure, le pic central est d'abord bien recentré en invoquant la symétrie du champ de déformation de part et d'autre de la pointe d'entaille. Alors, le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ est découpé en deux moitiés excluant les points où le pic est tronqué, et ces deux moitiés sont superposées en minimisant l'erreur entre les deux courbes, comme illustré à la Figure 5.21.

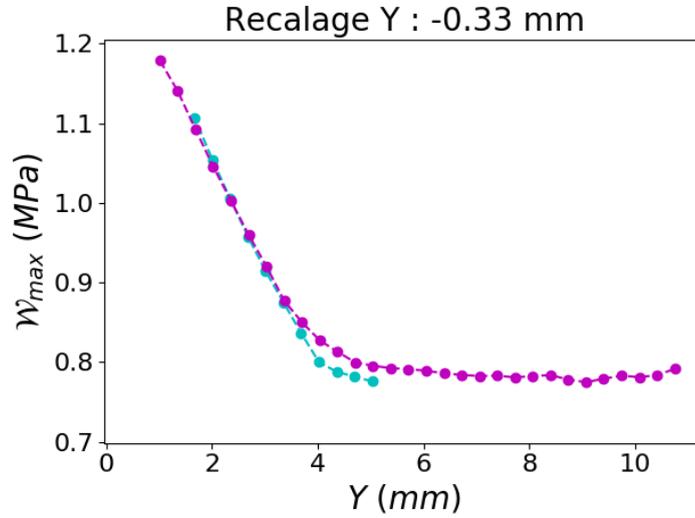


FIGURE 5.21: Recalage des deux moitiés symétriques du profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ montré en Figure 5.19.

La bonne superposition obtenue entre les deux moitiés suggère que la position précise de la pointe de fissure se trouve au milieu, et la valeur du décalage obtenu est utilisée pour recentrer le repère. Ensuite, pour compléter la donnée manquante du pic, le profil est approché par une loi puissance de la forme $C_1(1/Y)^{C_2}$. L'étude théorique de Qi et al. (2018) prévoit une décroissance en $1/Y$ pour un modèle Néo-Hookéen, mais les profils expérimentaux sont mieux approchés lorsqu'une puissance est introduite. L'extrapolation est montrée sur la Figure 5.22. Sur l'échantillon considéré, les résultats expérimentaux montrent une divergence d'ordre $Y^{-0.35}$.

Ensuite, l'approche de Qi et al. (2018) pour gérer le problème de la singularité en 0 est adoptée : l'existence d'une petite zone cohésive est supposée en pointe de fissure, permettant de majorer l'énergie par une valeur maximale \mathcal{W}_{rup} . Cette valeur a été choisie identique à celle obtenue à la rupture d'un essai en traction uniaxiale, fournissant la valeur de $\mathcal{W}_{rup}=38$ MPa. Cette valeur peut paraître très grande comparée aux niveaux des densités d'énergies vus dans l'éprouvette, et peut être discutée. Cependant, il a été vérifié que la modification de cette limite à rupture présente un impact très faible sur les valeurs de G_d calculées, avec une variation inférieure à 1% lorsque \mathcal{W}_{rup} est réduit de moitié. La valeur de \mathcal{W}_{rup} donnée par la traction uniaxiale est donc conservée.

4. Le modèle Néo-Hookéen avec endommagement choisi permet de déterminer la densité de dissipation $U_d^{vg}(Y)$ à partir de $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ au lieu de $\mathcal{W}_{max}(Y)$. Les deux profils étant parfaitement analogues, expérimentalement $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ sera extrapolé et utilisé pour calculer G_d , bien que le texte ne décrive le raisonnement sur le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ pour rester indépendant du modèle, et par cohérence avec les Figures 5.19 et 5.20.

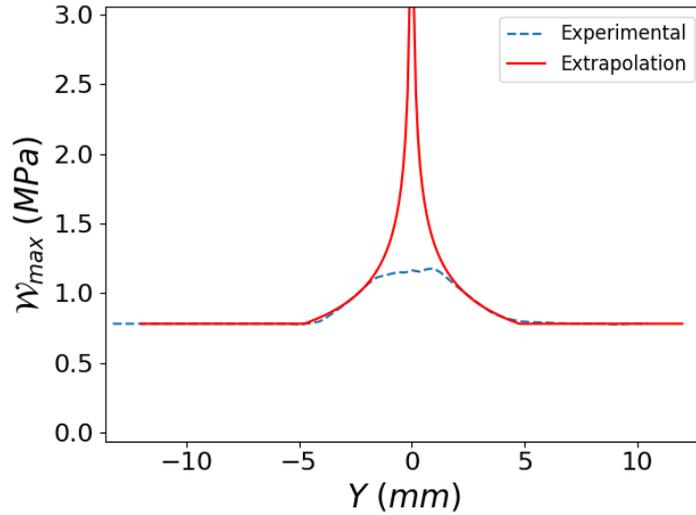


FIGURE 5.22: Extrapolation de la forme $C_1(1/Y)^{C_2}$ pour compléter la donnée manquante de $\mathcal{W}_{max}(Y)$ en pointe d'entaille. Sur cet exemple, $C_1=0,30$ et $C_2=0,35$.

Désormais, la donnée $\mathcal{W}_{max}(Y)$ est estimée sur tout l'intervalle $[-h_0/2, +h_0/2]$, permettant d'en déduire la densité d'énergie dissipée $U_d^{vg}(Y)$ et de l'intégrer suivant (5.18). Ceci fournit une estimation expérimentale de G_d , et G_d^{II} en est déduit par la soustraction de G_d^I . De la même manière que $G = \mathcal{W}_{max}(\text{plateau}) \cdot h_0$, il est possible de déterminer G_d^I à partir des mesures locales par $G_d^I = \Psi_{max}(\text{plateau}) \cdot h_0$, avec $\Psi_{max}(Y)$ le profil obtenu à partir du champ de la densité d'énergie élastique Ψ aux points $(X_{max}(Y), Y)$. Enfin, G_0 est estimé par $G_0 = G - G_d$. À titre d'exemple, l'échantillon présenté ici fournit les valeurs suivantes : $G = 18.7 \text{ mJ/mm}^2$, $G_d^I = 1.33 \text{ mJ/mm}^2$, $G_d^{II} = 0.41 \text{ mJ/mm}^2$ et donc $G_0 = 17.0 \text{ mJ/mm}^2$. Ceci correspond à G_d et G_0 de l'ordre de 10% et 90% du G appliqué.

Pour les échantillons préchargés, l'étude de Qi et al. (2018) se base sur des hypothèses simplificatrices pour estimer G_d en fonction de la taille estimée de la zone dissipative. La mesure expérimentale permet de s'affranchir de ces hypothèses en estimant directement G_d à partir de l'équation (5.22). La méthode présentée pour l'échantillon vierge s'applique toujours, et le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$ peut être déterminé de la même manière que précédemment⁵.

La différence avec le cas précédent se situera donc dans la prise en compte de l'effet de la précharge \mathcal{W}_{pre} dans l'obtention de la densité d'énergie dissipée $U_d(\mathcal{W}_{max}(Y), \mathcal{W}_{pre})$. En pratique, les déformations locales des échantillons préchargés étudiés se sont toujours montrées suffisamment modérées pour vérifier $\mathcal{W} < \mathcal{W}_{pre}$ sur l'ensemble de l'image. Ceci implique donc que l'échantillon est essentiellement élastique sur l'image, où $\mathcal{W} = \Psi$. Il s'ensuit que $G_d^I = 0$, et que G peut être estimé par $G = \Psi \cdot h_0$. Il est attendu qu'en raison de la singularité à la pointe de fissure l'égalité $\mathcal{W} = \Psi$ ne puisse pas être vraie au voisinage proche de la pointe, où les déformations rencontrées vont dépasser celles vues lors de la précharge, mais cette petite zone se trouve en dehors des déformations mesurées expérimentalement. Néanmoins, la démarche employée permet tout de même l'estimation de la dissipation qui se produit dans cette zone, grâce à une extrapolation de $\mathcal{W}_{max}(Y)$ de la même manière que pour l'éprouvette vierge, et l'utilisation postérieure de (5.22) pour en déduire la dissipation en tout point, en particulier dans la zone extrapolée proche de la pointe de fissure.

5. En particulier pour le modèle choisi, le profil $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ suffira pour déterminer $U_d(Y)$.

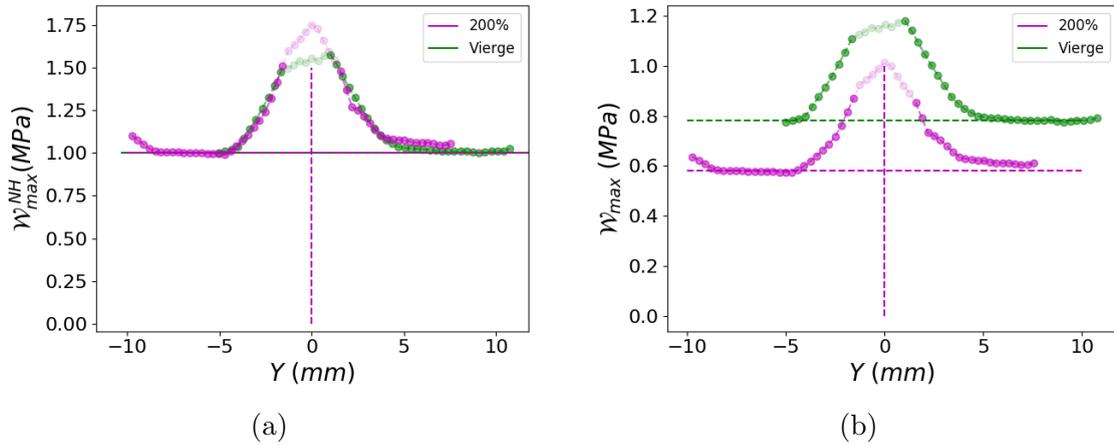


FIGURE 5.23: Comparaison des profils des densités d'énergie maximum entre un échantillon vierge et un échantillon préchargé à 200% de déformation (a) $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ associé aux déformations. (b) $\mathcal{W}_{max}(Y)$ associée aux contraintes.

Il est intéressant de comparer simultanément d'une part le niveau des déformations maximales vues par un échantillon préchargé et par un échantillon vierge, et d'autre part le niveau des contraintes associées. Cette comparaison est effectuée sur deux échantillons représentatifs en Figure 5.23. En s'appuyant sur l'argument expérimental de l'invariance de λ_c à la précharge alors que G_c est modifié, (et qui est ici extrapolé à G et λ quelconques), les deux images sont choisies et comparées au même niveau de déformation global ($\lambda = 1.59$). Les deux mesures ont été recentrées sur la position des pointes d'entailles respectives par la méthode décrite auparavant.

Les déformations maximales vues localement sont interprétées au travers du profil $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$, les contraintes sont interprétées avec la densité d'énergie mécanique, donc via le profil $\mathcal{W}_{max}(Y)$. Les profils obtenus pour $\mathcal{W}_{max}^{NH}(Y)$ sont très similaires (Figure 5.23), montrant d'une part une largeur de pics similaires, d'autre part des valeurs absolues très proches. Ceci démontre d'une part que la taille de la largeur affectée par la fissure reste la même malgré l'historique de chargement, d'autre part que les niveaux de déformation vus à une hauteur Y donnée sont équivalents dans les deux cas. Ceci fait écho à l'invariance de λ_c à la précharge.

Pour les profils $\mathcal{W}_{max}(Y)$, la largeur du pic est toujours la même, en revanche les niveaux absolus sont différents. Ceci est dû à l'adoucissement du matériau causé par l'effet de précharge. Il en découle l'affaiblissement de G dans le cas préchargé, visible par l'abaissement de la valeur du plateau $\mathcal{W}_{max}(plateau)$. Ainsi, bien que les quantités très proches de la pointe d'entaille ne soient pas disponibles, les déformations locales mesurables et les niveaux d'énergie associés suivent le résultat démontré expérimentalement par la méthode globale : la précharge n'a pas d'effet sur les déformations observées, tandis que les contraintes sont plus faibles après un préchargement.

Pour évaluer la répétabilité de la méthode, quatre essais ont été analysés à $\lambda = 1.59$ pour chacune des conditions : vierge, préchargé uniaxiale à 100% et à 200%. Les profils obtenus respectent tous les tendances décrites sur les essais pris comme exemples, cependant une certaine dispersion expérimentale est obtenue pour les profils $\mathcal{W}_{max}(Y)$. En particulier, les valeurs obtenues pour les plateaux peuvent varier de ± 0.1 MPa, menant à des valeurs de G légèrement différentes. De plus, la largeur des pics est relativement constante, mais certains présentent une croissance plus ou moins rapide (valeurs de la puissance C_2 différentes) lorsque Y se rapproche de 0, affectant les valeurs de G_d estimées. Les valeurs obtenues dans les différents cas sont résumées dans le Tableau 5.2, qui présente la valeur moyenne, délicate à interpréter en raison du petit nombre de valeurs

et de la dispersion non négligeable, ainsi que les valeurs maximales et minimales permettant de se donner un encadrement, et surtout de discuter des ordres de grandeurs relatifs.

TABLEAU 5.2: Valeurs moyennes, minimales et maximales obtenues pour les différentes quantités énergétiques évaluées en fonction de l'historique de chargement appliqué.

(mJ/mm ²)		Vierge	100%	200%
G	Moyenne	20,12	18,01	14,10
	Min	18.74	17.61	13.86
	Max	21.14	19.21	14.56
G_d^I	Moyenne	1.45	0.	0.
	Min	1.32	0.	0.
	Max	1.55	0.	0.
G_d^{II}	Moyenne	0.61	0.86	0.16
	Min	0.33	0.35	0.01
	Max	1.35	1.17	0.47
G_0	Moyenne	18.06	17.15	13.95
	Min	17.01	16.44	13.66
	Max	19.25	18.85	14.52

Les valeurs de G montrent bien une dépendance à la précharge, en particulier dans le cas des échantillons préchargés à 200% où les valeurs sont bien plus faibles. Ceci s'explique par le comportement du modèle constitutif qui surestime l'adoucissement à ce niveau de précharge comme illustré en Figure 5.15. Pour les essais préchargés, que ce soit à 100% ou 200% de déformation, la valeur de G_d^I estimée est nulle, car les précharges ont été réalisées à des niveaux plus grands que celui atteint dans la région en cisaillement pur loin devant l'entaille. En ce qui concerne le vierge, la valeur obtenue est plus petit d'un ordre de grandeur comparé à G . Les valeurs estimées semblent en particulier être d'un ordre de grandeur plausible, confrontées aux valeurs expérimentales obtenues pour le G_c par la méthode globale (Tableau 5.1). En effet, bien que ces derniers résultats s'appliquent à G_c et non à la valeur de G étudiée, la différence entre la série Vierge ($G_c = 21.6$ mJ/mm²) et la série 100% ($G_c = 19.1$ mJ/mm²) fournit une idée de l'ordre de grandeur recherché : en considérant que le niveau de déformation lors de la précharge se rapproche du niveau vu dans la zone en cisaillement pur (environ 64%), alors on peut supposer que la variation de G_c suite à la précharge est majoritairement due à la perte de G_d^I , et que G_d^{II} a peu varié. Alors, on peut s'attendre à une valeur de G_d^I plus petite, mais du même ordre de grandeur de cette différence de 2.5 mJ/mm².

Ensuite, les valeurs de G_d^{II} obtenues pour le vierge et le préchargé à 100% sont comprises dans la même fourchette, ce qui pourrait éventuellement s'expliquer par l'argument développé ci-dessus par rapport au niveau de la précharge appliquée, comparé à la déformation dans la zone en cisaillement pur. Néanmoins, le faible nombre de données et l'importante dispersion expérimentale ne permet pas de raisonnablement affirmer une conclusion. Notons en revanche que concernant les ordres de grandeur, les valeurs obtenues dans ces deux cas sont plus petites ou bien s'approchent de l'ordre de grandeur de G_d^I du vierge. Dans tous les cas, ces valeurs restent petites par rapport à G , sans être tout à fait négligeables. Pour le préchargé à 200%, les valeurs obtenues sont significativement plus faibles que les deux autres séries. Dans ce cas, la précharge est suffisamment grande pour montrer un effet clair sur ce terme. Enfin, les valeurs de G_0 estimées en retirant les deux contributions dissipatives à G , montrent une dépendance par

rapport à l'effet de la précharge, suggérant alors que cette quantité est affectée par l'intensité de la précharge. Ceci contredirait alors l'hypothèse de [Qi et al. \(2018\)](#), sur l'indépendance de la précharge sur l'énergie que la fissure doit dépenser pour créer de nouvelles surfaces.

En regardant plus précisément les hypothèses de notre modèle, on remarque que la densité d'énergie Néo-Hookéenne choisie n'a été validée que pour des déformations inférieures à 100% et n'est pas nécessairement représentative du comportement aux très grandes déformations. Or, il est probable qu'en pointe de fissure, les déformations subies par le matériau dépassent largement les 100%, remettant potentiellement en cause le calcul de G_d^{II} réalisé. Enfin, la question d'un lien entre une quantité énergétique intrinsèque et l'indépendance du λ_c par rapport à la précharge reste ouverte.

5.5 Conclusion

Une campagne expérimentale a été réalisée afin d'évaluer l'effet de différents historiques de chargements sur la propagation de fissures sous chargement monotone pour un SBR chargé au noir de carbone. Il a été montré que pour une géométrie donnée, les allongements à rupture critique λ_c sont indépendants de la précharge appliquée, tandis que le taux de restitution d'énergie critique G_c , qui constitue un critère de propagation pour le matériau vierge ou des matériaux ne présentant pas d'effet Mullins, montre une dépendance claire aux précharges. En vue d'essayer d'expliquer ce résultat, un cadre théorique prenant en compte l'effet de la dissipation énergétique causée par l'effet Mullins a été développé en reprenant l'analyse de [Griffith \(1921\)](#) et l'étude de [Rivlin et Thomas \(1953\)](#). En particulier, la grandeur G_c^* a été introduite, quantifiant l'énergie réellement consommée par la fissure lors de sa propagation. L'évaluation de cette grandeur, à l'aide d'une loi de comportement Néo-Hookéenne avec endommagement, a vérifié sa dépendance sur l'effet de précharge, ce qui se traduit par la modification concrète de l'énergie dépensée par la fissure lorsqu'elle se propage en fonction des précharges subies. Ceci est problématique pour la définition d'un critère prédictif de fissuration pour un matériau non vierge, lorsque les préchargement subis sont inhomogènes ou introduisent de l'anisotropie.

Enfin, l'hypothèse que la variation de G_c^* serait également due à un effet Mullins localisé se produisant pendant la fissuration a été explorée. En se basant sur l'approche proposée par [Qi et al. \(2018\)](#), les champs des déformations locales ont été analysés pour en extraire une estimation des différentes quantités énergétiques mises en jeu. Certains des résultats prévus dans l'étude pré-mentionnée ont été vérifiés, mais la question de l'existence d'un paramètre énergétique intrinsèque pilotant la fissuration indépendamment de l'historique de chargement reste ouverte.

Conclusion générale et Perspectives

Les travaux présentés dans ce mémoire avaient pour objectif de caractériser et mieux appréhender la fissuration d'un SBR chargé au noir de carbone, en fonction de son historique de chargement. Les données obtenues fournissent une base expérimentale diversifiée permettant de proposer une théorie pertinente.

Nous avons tout d'abord présenté le contexte bibliographique autour de nos travaux, nous permettant d'introduire les connaissances et outils requis pour cette étude. La loi de comportement hyperélastique nécessaire à l'estimation de certaines quantités énergétiques a été introduite. Ensuite, la littérature portant sur la fissuration dans les matériaux d'intérêt est rappelée. Nous avons mis en évidence que l'approche énergétique introduite par Rivlin et Thomas (1953), basée sur une analyse de Griffith (1921), est la méthode de référence pour caractériser la propagation d'une fissure. Cette méthode, développée théoriquement pour des matériaux purement élastiques, a été utilisée par de nombreux auteurs, que ce soit dans un cadre expérimental ou théorique, pour étudier des élastomères chargés. Cependant, ces matériaux renforcés par des particules, présentent un comportement dissipatif, qui inclut l'effet Mullins lors de la première charge. Un des objectifs de ce travail est ainsi d'évaluer l'impact de la dissipation causée par effet Mullins lors de la caractérisation de la fissuration des élastomères chargés.

Une fois les deux élastomères de l'étude introduits, une gomme de SBR non chargée et la même gomme chargée à 50 pce de noir de carbone, des essais de caractérisation classiques sont présentés. Les résultats obtenus permettent d'établir l'hypothèse qu'aux vitesses de chargement quasi-statiques choisies, l'effet Mullins est la source principale de dissipation d'énergie au sein du matériau. Des essais de fissuration préliminaires ont été réalisés sur les deux matériaux. Des essais de traction sur éprouvettes SENT, montrent une fissuration différente en fonction du ratio entre la taille d'entaille initiale a et la largeur d'éprouvette w . Pour de petites entailles ($a < w/5$), ce qui correspond aussi à la condition d'application de la formule de Rivlin et Thomas (1953), une analyse de Griffith (1921) ne peut pas être effectuée pour vérifier cette formule. Pour les entailles plus longues ($a \geq w/5$), une flexion importante de l'éprouvette est obtenue, accompagnée d'une propagation en mode mixte. La mise en œuvre d'essais de cisaillement pur permet l'application d'une analyse de Griffith (1921), mais la fissuration observée est un phénomène progressif, remettant en question la définition du point de fissuration critique. Suivant un protocole établi dans une étude précédente, il est possible de disposer de matériaux ayant un historique de chargement maîtrisé pour réaliser par la suite des essais de fissuration.

Nous avons également mis au point une méthode capable d'évaluer les champs de déformation au sein des éprouvettes étudiées, basée sur le *tracking* de marqueurs visuels. Deux méthodes ont été initialement développées et comparées. La précision de la méthode retenue a été évaluée à 2% de la valeur des quantités estimées. La méthode est alors appliquée aux résultats expérimentaux. La taille de la région fortement affectée par la fissure lors d'un essai de cisaillement pur a pu être estimée, à une zone circulaire de diamètre de l'ordre de 5 mm.

Le taux de restitution d'énergie obtenu pour différentes géométries d'éprouvette, lors d'un chargement monotone est par la suite étudié. Une analyse de Griffith (1921) est effectuée sur les essais de cisaillement pur, validant la formule de Rivlin et Thomas (1953). Nous montrons en particulier qu'une transition entre une fissuration lente et une fissuration critique est observée et peut être caractérisée par le taux de restitution d'énergie critique G_c . En outre, cette grandeur ne dépend pas de la géométrie de l'éprouvette considérée, fournissant un critère de fissuration critique. Ceci est démontré pour les deux matériaux de l'étude, le premier étant très proche de l'hyperélasticité et le second présentant un effet Mullins.

Finalement, nous étudions l'impact de l'effet Mullins sur la fissuration. Les résultats d'une vaste campagne expérimentale sont présentés, démontrant l'effet des préchargements sur les valeurs de G_c estimées : celles-ci diminuent en fonction de l'adoucissement induit par la précharge dans la direction considérée. Les bilans énergétiques de Rivlin et Thomas (1953) sont ensuite reformulés, pour distinguer l'énergie dissipée par l'effet Mullins, qui n'est pas disponible pour la fissuration à proprement parler. Cela introduit la quantité G_c^* , qui quantifie l'énergie dépensée par la fissure lors de la propagation. Afin de compléter le bilan énergétique, une dissipation d'énergie qui se produirait pendant que la fissure se propage, qui serait donc incluse dans le terme G_c^* , est considérée. Suivant les travaux de Long et ses co-auteurs, nous réalisons une estimation de cette dissipation, basée sur nos mesures de champs de déformation expérimentales.

Les résultats obtenus sur les propriétés à rupture du matériau préchargé soulèvent de grandes difficultés par rapport à l'élaboration d'un critère de fissuration critique général, prenant en compte l'historique de chargement.

Les données expérimentales mettent en évidence le fait que G_c , la quantité classiquement utilisée pour définir le critère de fissuration critique, évolue en fonction des préchargements appliqués au matériau. Elle n'est donc pas suffisante pour définir un critère de fissuration critique général. Par contre, une autre propriété caractéristique de la rupture critique n'est pas affectée par les précharges : l'allongement à rupture critique λ_c . Cette dernière ne peut clairement pas servir à établir un critère, car dépend de la géométrie d'éprouvette. Cependant, l'exploitation simultanée de ces deux grandeurs peut être envisagée pour l'élaboration d'un critère valable dans un cadre limité : en connaissant λ_c , pour une géométrie donnée, G_c peut être déterminé pour tout préchargement uniforme si la loi d'endommagement par effet Mullins est connue. Néanmoins, cette procédure n'est *a priori* valable que pour des essais de cisaillement pur ; l'extension à d'autres géométries, pour lesquelles λ_c peut varier avec la longueur de fissure, est loin d'être triviale. De plus, il n'est pas non plus certain que la procédure puisse être étendue à des préchargements complexes non uniformes.

L'indépendance de l'allongement à rupture par rapport à la précharge n'est pas expliquée par les quantités énergétiques G_c et G_c^* introduites, car celles-ci varient en fonction de la précharge. Un taux de restitution d'énergie intrinsèque G_0 , tel que proposé par Qi et al. (2018), pourrait théoriquement justifier les résultats expérimentaux observés, étant une quantité énergétique (donc indépendante de la géométrie) indépendante du chargement. Une partie de l'énergie dépensée lors de la fissuration, variable suivant l'historique de chargement, serait dissipée et une partie fixe serait consommée par la création de nouvelles surfaces, conformément aux théories de Griffith (1921) et Lake et al. (1967). Une telle constante matériau pourrait définir un critère de fissuration valable *a priori* pour toute géométrie et pour tous préchargements, même complexes. Cependant, cette théorie est évaluée à la fin du manuscrit, et l'estimation des différentes quantités énergétiques ne permet pas de remonter à un tel résultat, pour les hypothèses considérées.

En particulier, les résultats remarquables obtenus sont les suivants :

- Un critère de fissuration critique, basé sur les observations expérimentales du faciès de rupture et de la vitesse de fissuration, est validé par la comparaison des estimations de la valeur de G correspondante, notée G_c , sur des géométries différentes (essais SENT dans un cas, essais de cisaillement pur avec des dimensions différentes dans l'autre). Ce critère basé sur G_c a été vérifié sur les deux matériaux étudiés, sans considérer de préchargement.
- Des protocoles expérimentaux ont été mis en œuvre, permettant l'évaluation de l'effet de précharge sur les propriétés de fissuration. Cet effet s'exprime par la modification de G_c , liée à l'adoucissement du matériau, tandis que l'allongement à rupture correspondant λ_c ne change pas.
- Les bilans énergétiques décrits par Rivlin et Thomas (1953) sont reformulés pour y intégrer l'impact d'une dissipation due à l'effet Mullins, permettant de faire la distinction entre deux quantités G_c et G_c^* , qui quantifient respectivement la résistance du matériau à la fissuration, et l'énergie élastique dépensée lors de la fissuration.
- En s'inspirant des travaux théoriques et numériques de Qi et al. (2018), une mesure expérimentale originale des différentes quantités énergétiques mises en jeu localement durant la propagation de la fissure est proposée.

Perspectives

Plusieurs hypothèses ont été adoptées au cours de ces travaux, et autant de perspectives peuvent être considérées pour approfondir les points correspondants.

La méthode utilisée pour estimer les champs de déformation pourrait être enrichie, pour pouvoir raisonnablement extrapoler cette information à l'extérieur du maillage. Cela permettrait d'estimer les déformations en pointe de fissure, non mesurables par la méthode actuelle. Une piste envisagée est l'utilisation d'éléments d'ordre supérieurs.

Des simulations numériques pourraient être réalisées pour être confrontées aux résultats expérimentaux obtenus dans ces travaux de thèse. Les champs de déformation estimés expérimentalement pourraient être comparés aux champs idéaux numériques, afin d'avoir une nouvelle évaluation de la précision de la méthode expérimentale. À l'inverse, les données mesurées par la méthode de *tracking* pourraient être introduites dans un calcul éléments finis, en vue d'un dialogue essai-modèle. Cela pourrait ouvrir la porte à une méthode inverse pour estimer G_c .

Dans toute l'étude, nous avons supposé la viscoélasticité des matériaux négligeable pour ne pas avoir à intégrer cette dimension au problème. Or, les matériaux étudiés sont en fait viscoélastiques, et cet aspect a été considéré dans de nombreuses études sur la fissuration. Il pourrait alors être intéressant d'étudier simultanément les effets viscoélastiques et l'effet Mullins, qui constituent deux sources de dissipation énergétique, dans le problème de fissuration. La contrainte de chargement quasi-statique que nous avons respectée pourrait alors être relâchée, et nous pourrions nous intéresser à des chargements dynamiques. Par ailleurs, des études pourraient être réalisées pour mieux comprendre le phénomène de transition entre fissuration lente et fissuration rapide, qui trouve *a priori* racine dans la viscoélasticité en pointe de fissure.

Une autre simplification de notre travail repose sur le choix du modèle hyperélastique employé pour représenter le comportement du matériau étudié. Ce modèle Néo-Hookéen suffit à estimer de manière satisfaisante la quantité G_c^* , car λ_c n'est pas excessivement grand. En revanche, ce modèle est en défaut pour des niveaux de déformation plus grands, tels que ceux vus en pointe de fissure. De plus, ce modèle ne permet pas de représenter l'anisotropie induite par l'effet Mullins.

Des modèles plus complexes peuvent être envisagés, tels que les modèles basés sur des approches directionnelles. De tels modèles permettraient notamment de caractériser l'effet d'anisotrope sur G_c^* , ainsi que sur G_0 .

Expérimentalement, un autre aspect non compris lors de nos travaux est la présence de rotations et de déviations de fissures. Ce phénomène induit un décalage entre l'expérience et les géométries théoriques idéales. Dans le cas du cisaillement pur, nous avons supposé l'impact des déviations faibles, supporté par la dispersion expérimentale raisonnable pour les λ_c obtenus. En revanche, dans le cas des essais SENT les rotations initiales nous ont empêché de pouvoir estimer G_c . De multiples questions se posent au sujet des rotations, qui méritent une attention nouvelle : Pourquoi la fissure ne se propage-t-elle pas droit ? Peut-on définir un critère capable de prédire la direction de fissuration, qui semble parfois aléatoire ? Quel est le lien avec l'anisotropie initiale, l'anisotropie induite ? Quelle explication physique locale justifie cela ? Est-ce un phénomène purement mécanique, ou bien liée à la physico-chimie du matériau ? Il y a-t-il un lien avec le processus de mise en forme utilisé ?

Enfin, l'étude pourrait être étendue à un ensemble d'élastomères de formulations différentes. En particulier, des mélanges réalisés à partir de la même gomme de SBR mais avec des taux de noir de carbone différents pourraient être testés. Ceci pourrait permettre de dissocier les différentes contributions à la résistance à la fissuration : l'effet de la gomme pure, celui de l'interaction gomme/charge et celui du réseau de charges. Une autre perspective serait d'appliquer la méthode à un caoutchouc naturel chargé, afin d'introduire l'effet supplémentaire de la cristallisation sous contrainte.

Bibliographie

- J. E. Adkins, A. E. Green, G. C. Nicholas, et G. R. Goldsbrough. Two-dimensional theory of elasticity for finite deformations. Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Sci., 247(929) : 279–306, Dec. 1954. doi : 10.1098/rsta.1954.0019. (Cited on page 71.)
- A. P. Aleksandrov et J. S. Lazurkin. Strength of Amorphous and of Crystallizing Rubberlike Polymers. Rubber Chem. Technol., 19(1) :42–45, Mar. 1946. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3546814. (Cited on page 23.)
- E. H. Andrews. A generalized theory of fracture mechanics. J. Mater. Sci., 9(6) :887–894, June 1974. ISSN 0022-2461, 1573-4803. doi : 10.1007/BF00570380. (Cited on page 39.)
- E. H. Andrews et A. Walsh. The rupture process in carbon-loaded rubbers : An electron-microscopic investigation. J. Polym. Sci., 33(126) :39–52, Dec. 1958. ISSN 00223832, 15426238. doi : 10.1002/pol.1958.1203312606. (Cited on page 38.)
- E. M. Arruda et M. C. Boyce. A three-dimensional constitutive model for the large stretch behavior of rubber elastic materials. J. Mech. Phys. Solids, 41(2) :389–412, Feb. 1993. ISSN 0022-5096. doi : 10.1016/0022-5096(93)90013-6. (Cited on page 27.)
- A. F. Blanchard et D. Parkinson. Breakage of Carbon-Rubber Networks by Applied Stress. Rubber Chem. Technol., 25(4) :808–842, Dec. 1952. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3543444. (Cited on page 23.)
- H. Bouasse et Z. Carrière. Sur les courbes de traction du caoutchouc vulcanisé. Ann. Fac. Sci. Toulouse Mathématiques, 5(3) :257–283, 1903. ISSN 0240-2963. (Cited on page 22.)
- E. Bouchbinder, J. Fineberg, et M. Marder. Dynamics of Simple Cracks. Annu. Rev. Condens. Matter Phys., 1(1) :371–395, 2010. doi : 10.1146/annurev-conmatphys-070909-104019. (Cited on page 37.)
- M. C. Boyce et E. M. Arruda. Constitutive Models of Rubber Elasticity : A Review. Rubber Chem. Technol., 73(3) :504–523, July 2000. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3547602. (Cited on page 27.)
- M. Braden et A. N. Gent. The attack of ozone on stretched rubber vulcanizates. II. Conditions for cut growth. J. Appl. Polym. Sci., 3(7) :100–106, Jan. 1960. ISSN 00218995, 10974628. doi : 10.1002/app.1960.070030714. (Cited on page 19.)
- G. Bradski. The OpenCV Library, 2000. URL <https://opencv.org/>. (Cited on page 90.)
- F. Bueche. Molecular basis for the mullins effect. J. Appl. Polym. Sci., 4(10) :107–114, 1960. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1960.070041017. (Cited on page 23.)

-
- J. M. Buist. Tear Resistance. I. Mechanisms of Tearing of Natural and Synthetic Rubbers. Rubber Chem. Technol., 18(3) :486–503, Sept. 1945. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3546749. (Cited on page 31.)
- W. F. Busse. Tear Resistance and Structure of Rubber. Ind. Eng. Chem., 26(11) :1194–1199, 1934. doi : 10.1021/ie50299a015. (Cited on page 31.)
- F. Caimmi, R. Calabrò, F. Briatico-Vangosa, C. Marano, et M. Rink. J-Integral from Full Field Kinematic Data for Natural Rubber Compounds. Strain, 51(5) :343–356, 2015. ISSN 1475-1305. doi : 10.1111/str.12145. (Cited on pages 37 and 67.)
- S.-J. Chang. Path-Independent integral for rupture of perfectly elastic materials. Z. Für Angew. Math. Phys. ZAMP, 23(1) :149–152, Jan. 1972. ISSN 0044-2275, 1420-9039. doi : 10.1007/BF01593213. (Cited on page 36.)
- C. Chen, Z. Wang, et Z. Suo. Flaw sensitivity of highly stretchable materials. Extreme Mech. Lett., 10 :50–57, Jan. 2017. ISSN 23524316. doi : 10.1016/j.eml.2016.10.002. (Cited on page 174.)
- G. P. Cherepanov. Crack propagation in continuous media : PMM vol. 31, no. 3, 1967, pp. 476–488. J. Appl. Math. Mech., 31(3) :503–512, Jan. 1967. ISSN 0021-8928. doi : 10.1016/0021-8928(67)90034-2. (Cited on page 36.)
- M. Corby et D. S. A. D. Focatiis. Reversibility of the Mullins effect for extending the life of rubber components. Plast. Rubber Compos., 48(1) :24–31, Jan. 2019. ISSN 1465-8011. doi : 10.1080/14658011.2018.1443384. (Cited on page 23.)
- T. Corre. Rupture Dynamique de Membranes Élastomères : Étude Expérimentale Par Mesure de Champs. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, Dec. 2018. (Cited on pages 37, 58, 67, 110 and 174.)
- B. Cotterell et J. Rice. Slightly curved or kinked cracks. Int J Fract, 16(2) :155–169, Apr. 1980. ISSN 1573-2673. doi : 10.1007/BF00012619. (Cited on page 57.)
- C. Creton et M. Ciccotti. Fracture and adhesion of soft materials : A review. Rep. Prog. Phys., 79(4) :046601, Apr. 2016. ISSN 0034-4885, 1361-6633. doi : 10.1088/0034-4885/79/4/046601. (Cited on page 39.)
- J. C. Criscione, J. D. Humphrey, A. S. Douglas, et W. C. Hunter. An invariant basis for natural strain which yields orthogonal stress response terms in isotropic hyperelasticity. J. Mech. Phys. Solids, 48(12) :2445–2465, Dec. 2000. ISSN 0022-5096. doi : 10.1016/S0022-5096(00)00023-5. (Cited on page 26.)
- E. M. Dannenberg. Bound Rubber and Carbon Black Reinforcement. Rubber Chem. Technol., 59(3) :512–524, July 1986. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3538213. (Cited on page 21.)
- R. Dargazany et M. Itskov. A network evolution model for the anisotropic Mullins effect in carbon black filled rubbers. Int. J. Solids Struct., 46(16) :2967–2977, Aug. 2009. ISSN 0020-7683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2009.03.022. (Cited on page 23.)
-

-
- D. De et A. N. Gent. Tear Strength of Carbon-Black-Filled Compounds. Rubber Chem. Technol., 69(5) :834–850, Nov. 1996. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3538406. (Cited on pages 38 and 39.)
- J. de Crevoisier, G. Besnard, Y. Merckel, H. Zhang, F. Vion-Loisel, J. Caillard, D. Berghezan, C. Creton, J. Diani, M. Brieu, F. Hild, et S. Roux. Volume changes in a filled elastomer studied via digital image correlation. Polym. Test., 31(5) :663–670, Aug. 2012. ISSN 0142-9418. doi : 10.1016/j.polymertesting.2012.04.003. (Cited on pages 24, 25 and 47.)
- J. Diani et P. Gilormini. Combining the logarithmic strain and the full-network model for a better understanding of the hyperelastic behavior of rubber-like materials. J. Mech. Phys. Solids, 53(11) :2579–2596, Nov. 2005. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2005.04.011. (Cited on pages 26 and 27.)
- J. Diani, M. Brieu, J.-M. Vacherand, et A. Rezgui. Directional model for isotropic and anisotropic hyperelastic rubber-like materials. Mech. Mater., 36(4) :313–321, Apr. 2004. ISSN 01676636. doi : 10.1016/S0167-6636(03)00025-5. (Cited on page 47.)
- J. Diani, M. Brieu, et P. Gilormini. Observation and modeling of the anisotropic visco-hyperelastic behavior of a rubberlike material. Int. J. Solids Struct., 43(10) :3044–3056, May 2006a. ISSN 00207683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2005.06.045. (Cited on pages 23 and 51.)
- J. Diani, M. Brieu, et J. Vacherand. A damage directional constitutive model for Mullins effect with permanent set and induced anisotropy. Eur. J. Mech. - ASolids, 25(3) :483–496, May 2006b. ISSN 09977538. doi : 10.1016/j.euromechsol.2005.09.011. (Cited on pages 23 and 28.)
- J. Diani, B. Fayolle, et P. Gilormini. A review on the Mullins effect. Eur. Polym. J., 45(3) :601–612, Mar. 2009. ISSN 00143057. doi : 10.1016/j.eurpolymj.2008.11.017. (Cited on pages 22 and 23.)
- J. Diani, M. Brieu, K. Batzler, et P. Zerlauth. Effect of the Mullins softening on mode I fracture of carbon-black filled rubbers. Int. J. Fract., 194(1) :11–18, July 2015. ISSN 0376-9429, 1573-2673. doi : 10.1007/s10704-015-0030-5. (Cited on pages 38 and 39.)
- R. Diaz, J. Diani, et P. Gilormini. Physical interpretation of the Mullins softening in a carbon-black filled SBR. Polymer, 55(19) :4942–4947, Sept. 2014. ISSN 0032-3861. doi : 10.1016/j.polymer.2014.08.020. (Cited on pages 23 and 24.)
- K. Dwyer. Drawing Boundaries In Python, 2014. URL <http://blog.thehumangeo.com/2014/05/12/drawing-boundaries-in-python/>. (Cited on page 70.)
- H. Edelsbrunner, D. Kirkpatrick, et R. Seidel. On the shape of a set of points in the plane. IEEE Trans. Inf. Theory, 29(4) :551–559, July 1983. ISSN 0018-9448, 1557-9654. doi : 10.1109/TIT.1983.1056714. (Cited on page 70.)
- M. El Yaagoubi, D. Juhre, J. Meier, T. Alshuth, et U. Giese. Tearing energy and path-dependent J-integral evaluation considering stress softening for carbon black reinforced elastomers. Eng. Fract. Mech., 190 :259–272, Mar. 2018. ISSN 00137944. doi : 10.1016/j.engfracmech.2017.12.029. (Cited on page 39.)
- E. Elmukashfi. Modeling of Fracture and Damage in Rubber under Dynamic and Quasi-Static Conditions. Thèse de doctorat, KTH School of Engineering Sciences, 2015. (Cited on page 39.)
-

-
- W. P. Fletcher et A. N. Gent. Nonlinearity in the Dynamic Properties of Vulcanized Rubber Compounds. *Rubber Chem. Technol.*, 27(1) :209–222, Mar. 1954. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3543472. (Cited on page 22.)
- C. Franck, S. Hong, S. A. Maskarinec, D. A. Tirrell, et G. Ravichandran. Three-dimensional Full-field Measurements of Large Deformations in Soft Materials Using Confocal Microscopy and Digital Volume Correlation. *Exp Mech*, 47(3) :427–438, June 2007. ISSN 1741-2765. doi : 10.1007/s11340-007-9037-9. (Cited on page 65.)
- A. D. Freed. Natural Strain. *J. Eng. Mater. Technol.*, 117(4) :379–385, Oct. 1995. ISSN 0094-4289. doi : 10.1115/1.2804729. (Cited on page 26.)
- Y. Fukahori. New progress in the theory and model of carbon black reinforcement of elastomers. *J. Appl. Polym. Sci.*, 95(1) :60–67, 2005. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.20802. (Cited on page 24.)
- Y. Fukahori, K. Sakulkaew, et J. Busfield. Elastic–viscous transition in tear fracture of rubbers. *Polymer*, 54(7) :1905–1915, Mar. 2013. ISSN 00323861. doi : 10.1016/j.polymer.2013.01.019. (Cited on page 111.)
- B. Gabrielle, L. Guy, P.-A. Albouy, L. Vanel, D. R. Long, et P. Sotta. Effect of Tear Rotation on Ultimate Strength in Reinforced Natural Rubber. *Macromolecules*, 44(17) :7006–7015, Sept. 2011. ISSN 0024-9297, 1520-5835. doi : 10.1021/ma2010926. (Cited on pages 38 and 108.)
- G. Gee, J. Stern, et L. R. G. Treloar. Volume changes in the stretching of vulcanized natural rubber. *Trans. Faraday Soc.*, 46(0) :1101–1106, Jan. 1950. ISSN 0014-7672. doi : 10.1039/TF9504601101. (Cited on page 24.)
- A. N. Gent et C. T. R. Pulford. Micromechanics of fracture in elastomers. *J. Mater. Sci.*, 19 (11) :3612–3619, Nov. 1984. ISSN 1573-4803. doi : 10.1007/BF02396933. (Cited on page 37.)
- A. N. Gent et J. Schultz. Effect of Wetting Liquids on the Strength of Adhesion of Viscoelastic Material. *J. Adhes.*, 3(4) :281–294, Mar. 1972. ISSN 0021-8464. doi : 10.1080/00218467208072199. (Cited on page 39.)
- A. N. Gent, M. Razzaghi-Kashani, et G. R. Hamed. Why Do Cracks Turn Sideways? *Rubber Chem. Technol.*, 76(1) :122–131, Mar. 2003. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3547727. (Cited on page 38.)
- S. Gherib, L. Chazeau, J. M. Pelletier, et H. Satha. Influence of the filler type on the rupture behavior of filled elastomers. *J. Appl. Polym. Sci.*, 118(1) :435–445, 2010. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.31606. (Cited on pages 21 and 38.)
- J. Glucklich et R. F. Landel. The tearing test as a means for estimating the ultimate properties of rubber. *J. Appl. Polym. Sci.*, 20(1) :121–137, Jan. 1976. ISSN 00218995, 10974628. doi : 10.1002/app.1976.070200112. (Cited on pages 36 and 38.)
- S. Göktepe et C. Miehe. A micro–macro approach to rubber-like materials. Part III : The micro-sphere model of anisotropic Mullins-type damage. *J. Mech. Phys. Solids*, 53(10) :2259–2283, Oct. 2005. ISSN 0022-5096. doi : 10.1016/j.jmps.2005.04.010. (Cited on page 28.)
-

- R. V. Gol'dstein et R. L. Salganik. Brittle fracture of solids with arbitrary cracks. Int J Fract, 10(4) :507–523, Dec. 1974. ISSN 1573-2673. doi : 10.1007/BF00155254. (Cited on page 57.)
- H. W. Greensmith. Rupture of rubber. X. The change in stored energy on making a small cut in a test piece held in simple extension. J. Appl. Polym. Sci., 7(3) :993–1002, 1963. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1963.070070316. (Cited on pages 34, 35, 55 and 104.)
- H. W. Greensmith. Rupture of rubber. XI. Tensile rupture and crack growth in a noncrystallizing rubber. J. Appl. Polym. Sci., 8(3) :1113–1128, May 1964. ISSN 00218995, 10974628. doi : 10.1002/app.1964.070080308. (Cited on page 19.)
- H. W. Greensmith et A. G. Thomas. Rupture of rubber. III. Determination of tear properties. J. Polym. Sci., 18(88) :189–200, Oct. 1955. ISSN 00223832, 15426238. doi : 10.1002/pol.1955.120188803. (Cited on pages 37 and 38.)
- A. A. Griffith. VI. The phenomena of rupture and flow in solids. Phil. Trans. R. Soc. Lond. A, 221(582-593) :163–198, Jan. 1921. ISSN 0264-3952, 2053-9258. doi : 10.1098/rsta.1921.0006. (Cited on pages 31, 32, 55, 56, 57, 60, 82, 99, 100, 102, 104, 106, 107, 115, 117, 150, 151 and 152.)
- M. S. Hall, R. Long, C.-Y. Hui, et M. Wu. Mapping Three-Dimensional Stress and Strain Fields within a Soft Hydrogel Using a Fluorescence Microscope. Biophys. J., 102(10) :2241–2250, May 2012. ISSN 00063495. doi : 10.1016/j.bpj.2012.04.014. (Cited on page 65.)
- G. R. Hamed et B. H. Park. The Mechanism of Carbon Black Reinforcement of SBR and NR Vulcanizates. Rubber Chem. Technol., 72(5) :946–959, Nov. 1999. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3538844. (Cited on pages 21 and 38.)
- D. E. Hanson, M. Hawley, R. Houlton, K. Chitanvis, P. Rae, E. B. Orler, et D. A. Wroblewski. Stress softening experiments in silica-filled polydimethylsiloxane provide insight into a mechanism for the Mullins effect. Polymer, 46(24) :10989–10995, Nov. 2005. ISSN 0032-3861. doi : 10.1016/j.polymer.2005.09.039. (Cited on page 24.)
- J. a. C. Harwood et A. R. Payne. Stress softening in natural rubber vulcanizates. Part IV. Unfilled vulcanizates. J. Appl. Polym. Sci., 10(8) :1203–1211, 1966. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1966.070100811. (Cited on page 23.)
- J. a. C. Harwood, L. Mullins, et A. R. Payne. Stress softening in natural rubber vulcanizates. Part II. Stress softening effects in pure gum and filler loaded rubbers. J. Appl. Polym. Sci., 9(9) :3011–3021, 1965. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1965.070090907. (Cited on page 22.)
- H. Hencky. Über die Form des Elastizitätsgesetzes bei ideal elastischen Stoffen. Zeitschr. f. techn. Physik, 6 :215–220, 1928. (Cited on page 25.)
- R. Houwink. Slipping of Molecules during the Deformation of Reinforced Rubber. Rubber Chem. Technol., 29(3) :888–893, Sept. 1956. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3542602. (Cited on page 23.)
- E. Jones, T. Oliphant, et P. Peterson. SciPy : Open Source Scientific Tools for Python. Jan. 2001. URL <http://www.scipy.org/>. (Cited on pages 70 and 109.)

-
- A. Kadir et A. G. Thomas. Tear Behavior of Rubbers Over a Wide Range of Rates. Rubber Chem. Technol., 54(1) :15–23, Mar. 1981. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3535791. (Cited on pages [37](#) and [111](#).)
- A. N. Kamenskii, S. M. Yagnyatinskaya, V. G. Raevskii, N. A. Peregudova, N. M. Fodiman, et S. S. Voyutskii. Electron-microscope investigation of the type of fracture of filled polymers. Polym. Mech., 3(2) :198–202, 1971. ISSN 0032-390X, 1573-8922. doi : 10.1007/BF00858862. (Cited on page [38](#).)
- G. Kraus, C. W. Childers, et K. W. Rollmann. Stress softening in carbon black-reinforced vulcanizates. Strain rate and temperature effects. J. Appl. Polym. Sci., 10(2) :229–244, 1966. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1966.070100205. (Cited on page [23](#).)
- W. Kuhn et F. Grün. Beziehungen zwischen elastischen Konstanten und Dehnungsdoppelbrechung hochelastischer Stoffe. Kolloid-Zeitschrift, 101(3) :248–271, Dec. 1942. ISSN 1435-1536. doi : 10.1007/BF01793684. (Cited on page [27](#).)
- G. J. Lake et P. B. Lindley. Cut growth and fatigue of rubbers. II. Experiments on a non-crystallizing rubber. J. Appl. Polym. Sci., 8(2) :707–721, Mar. 1964. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1964.070080212. (Cited on pages [19](#) and [37](#).)
- G. J. Lake et P. B. Lindley. The mechanical fatigue limit for rubber. J. Appl. Polym. Sci., 9(4) : 1233–1251, 1965. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1965.070090405. (Cited on page [19](#).)
- G. J. Lake, A. G. Thomas, et D. Tabor. The strength of highly elastic materials. Proc. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Sci., 300(1460) :108–119, Aug. 1967. doi : 10.1098/rspa.1967.0160. (Cited on pages [39](#) and [152](#).)
- J. B. Le Cam et E. Toussaint. Cyclic volume changes in rubber. Mech. Mater., 41(7) :898–901, July 2009. ISSN 0167-6636. doi : 10.1016/j.mechmat.2009.02.004. (Cited on page [24](#).)
- M. Le Guen. La boîte à moustaches pour sensibiliser à la statistique. Bull. Sociol. Methodol. Méthodologie Sociol., 73(1) :43–64, Jan. 2002. ISSN 0759-1063, 2070-2779. doi : 10.1177/075910630207300106. (Cited on page [170](#).)
- J. L. Leblanc. Rubber–filler interactions and rheological properties in filled compounds. Prog. Polym. Sci., 27(4) :627–687, May 2002. ISSN 0079-6700. doi : 10.1016/S0079-6700(01)00040-5. (Cited on page [21](#).)
- D. J. Lee et J. A. Donovan. Critical J-integral and tearing energies for fracture of reinforced natural rubber. Theor. Appl. Fract. Mech., 4(2) :137–147, Oct. 1985. ISSN 0167-8442. doi : 10.1016/0167-8442(85)90018-7. (Cited on page [37](#).)
- G. Legrain, N. Moës, et E. Verron. Stress analysis around crack tips in finite strain problems using the eXtended finite element method. Int. J. Numer. Methods Eng., 63(2) :290–314, May 2005. ISSN 00295981. doi : 10.1002/nme.1291. (Cited on page [34](#).)
- P. B. Lindley. Energy for crack growth in model rubber components. J. Strain Anal., 7(2) : 132–140, Apr. 1972. ISSN 0022-4758. doi : 10.1243/03093247V072132. (Cited on page [34](#).)
-

- P. B. Lindley. Non-Relaxing Crack Growth and Fatigue in a Non-Crystallizing Rubber. Rubber Chem. Technol., 47(5) :1253–1264, Nov. 1974. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3540497. (Cited on page [19](#).)
- H. Liu, R. F. Lee, et J. A. Donovan. Effect of Carbon Black on the J-Integral and Strain Energy in the Crack Tip Region in a Vulcanized Natural Rubber. Rubber Chem. Technol., 60(5) : 893–909, Nov. 1987. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3536163. (Cited on page [37](#).)
- W. Liu et R. Long. Constructing Continuous Strain and Stress Fields From Spatially Discrete Displacement Data in Soft Materials. J. Appl. Mech., 83(1) :011006, Nov. 2015. ISSN 0021-8936. doi : 10.1115/1.4031763. (Cited on page [65](#).)
- R. Long et C.-Y. Hui. Crack tip fields in soft elastic solids subjected to large quasi-static deformation — A review. Extreme Mech. Lett., Complete(4) :131–155, 2015. ISSN 2352-4316. doi : 10.1016/j.eml.2015.06.002. (Cited on page [37](#).)
- R. Long et C.-Y. Hui. Fracture toughness of hydrogels : Measurement and interpretation. Soft Matter, 12(39) :8069–8086, 2016. ISSN 1744-683X, 1744-6848. doi : 10.1039/C6SM01694D. (Cited on pages [39](#), [133](#) and [138](#).)
- G. Machado, G. Chagnon, et D. Favier. Induced anisotropy by the Mullins effect in filled silicone rubber. Mech. Mater., 50 :70–80, July 2012. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2012.03.006. (Cited on pages [23](#), [24](#), [49](#) and [121](#).)
- G. Marckmann et E. Verron. Comparison of hyperelastic models for rubber-like materials. Rubber Chem. Technol., 79(5) :835–858, 2006. doi : 10.5254/1.3547969. (Cited on page [27](#).)
- G. Marckmann, E. Verron, L. Gornet, G. Chagnon, P. Charrier, et P. Fort. A theory of network alteration for the Mullins effect. J. Mech. Phys. Solids, 50(9) :2011–2028, Sept. 2002. ISSN 0022-5096. doi : 10.1016/S0022-5096(01)00136-3. (Cited on page [28](#).)
- G. Marckmann, G. Chagnon, M. Le Saux, et P. Charrier. Experimental investigation and theoretical modelling of induced anisotropy during stress-softening of rubber. Int. J. Solids Struct., 97-98 :554–565, Oct. 2016. ISSN 0020-7683. doi : 10.1016/j.ijsolstr.2016.06.028. (Cited on pages [23](#) and [47](#).)
- W. Mars et A. Fatemi. A literature survey on fatigue analysis approaches for rubber. Int. J. Fatigue, 24(9) :949–961, Sept. 2002. ISSN 01421123. doi : 10.1016/S0142-1123(02)00008-7. (Cited on page [31](#).)
- W. V. Mars et A. Fatemi. Factors that Affect the Fatigue Life of Rubber : A Literature Survey. Rubber Chem. Technol., 77(3) :391–412, July 2004. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3547831. (Cited on page [19](#).)
- G. Martin Borret. Sur La Propagation de Fissure Dans Les Caoutchoucs Synthétiques. Thèse de doctorat, Ecole polytechnique, Jan. 1998. (Cited on pages [39](#) and [99](#).)
- D. Maugis. Subcritical crack growth, surface energy, fracture toughness, stick-slip and embrittlement. J. Mater. Sci., 20(9) :3041–3073, Sept. 1985. ISSN 0022-2461, 1573-4803. doi : 10.1007/BF00545170. (Cited on pages [39](#) and [111](#).)

-
- A. I. Medalia. Effect of Carbon Black on Ultimate Properties of Rubber Vulcanizates. Rubber Chem. Technol., 60(1) :45–61, Mar. 1987. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3536121. (Cited on pages 38 and 39.)
- Y. Merkel. Experimental Characterization and Modeling of the Mechanical Behavior of Filled Rubbers under Cyclic Loading Conditions. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, June 2012. (Cited on pages 48 and 49.)
- Y. Merkel, J. Diani, M. Brieu, P. Gilormini, et J. Caillard. CHARACTERIZATION OF THE MULLINS EFFECT OF CARBON-BLACK FILLED RUBBERS. Rubber Chem. Technol., 84(3) :402–414, Sept. 2011. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3592294. (Cited on page 23.)
- Y. Merkel, M. Brieu, J. Diani, et J. Caillard. A Mullins softening criterion for general loading conditions. J. Mech. Phys. Solids, 60(7) :1257–1264, July 2012. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2012.04.001. (Cited on pages 22, 23 and 121.)
- Y. Merkel, J. Diani, M. Brieu, et J. Caillard. Constitutive modeling of the anisotropic behavior of Mullins softened filled rubbers. Mech. Mater., 57 :30–41, Feb. 2013. ISSN 01676636. doi : 10.1016/j.mechmat.2012.10.010. (Cited on page 28.)
- A. Meurer, C. P. Smith, M. Paprocki, O. Čertík, S. B. Kirpichev, M. Rocklin, A. Kumar, S. Ivanov, J. K. Moore, S. Singh, T. Rathnayake, S. Vig, B. E. Granger, R. P. Muller, F. Bonazzi, H. Gupta, S. Vats, F. Johansson, F. Pedregosa, M. J. Curry, A. R. Terrel, S. Roučka, A. Saboo, I. Fernando, S. Kulal, R. Cimrman, et A. Scopatz. SymPy : Symbolic computing in Python. PeerJ Comput. Sci., 3 :e103, Jan. 2017. ISSN 2376-5992. URL <https://www.sympy.org/>. (Cited on page 30.)
- C. Miehe. Discontinuous and continuous damage evolution in Ogden-type large-strain elastic materials. Eur. J. Mech. Ser. SOLIDS, 14(5) :697, 1995. ISSN 0997-7538. (Cited on page 27.)
- A. H. Muhr. Modeling the Stress-Strain Behavior of Rubber. Rubber Chem. Technol., 78(3) : 391–425, July 2005. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3547890. (Cited on page 28.)
- L. Mullins. Effect of Stretching on the Properties of Rubber. Rubber Chem. Technol., 21(2) : 281–300, June 1948. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3546914. (Cited on pages 22 and 23.)
- L. Mullins. Permanent Set in Vulcanized Rubber. Rubber Chem. Technol., 22(4) :1036–1044, Dec. 1949. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3543010. (Cited on pages 22, 23 and 51.)
- L. Mullins. Rupture of Rubber, Part IX : Role of Hysteresis in the Tearing of Rubber. Trans. R I, 35(5) :213–222, 1959. (Cited on page 37.)
- L. Mullins. Softening of Rubber by Deformation. Rubber Chem. Technol., 42(1) :339–362, Mar. 1969. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3539210. (Cited on pages 19 and 22.)
- L. Mullins et N. R. Tobin. Theoretical Model for the Elastic Behavior of Filler-Reinforced Vulcanized Rubbers. Rubber Chem. Technol., 30(2) :555–571, Mar. 1957. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3542705. (Cited on page 23.)
- S. Mzabi. Caractérisation et Analyse Des Mécanismes de Fracture En Fatigue Des Élastomères Chargés. Thèse de doctorat, Paris 6, Jan. 2010. (Cited on pages 39 and 58.)
-

- A. Nadai. Plastic Behavior of Metals in the Strain-Hardening Range. Part I. J. Appl. Phys., 8 : 205, Mar. 1937. doi : 10.1063/1.1710282. (Cited on page 26.)
- P. Neff, B. Eidel, et R. J. Martin. Geometry of logarithmic strain measures in solid mechanics. Arch. Ration. Mech. Anal., 222(2) :507–572, Nov. 2016. ISSN 0003-9527, 1432-0673. doi : 10.1007/s00205-016-1007-x. (Cited on page 25.)
- R. W. Ogden et R. Hill. Large deformation isotropic elasticity – on the correlation of theory and experiment for incompressible rubberlike solids. Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Sci., 326(1567) :565–584, Feb. 1972. doi : 10.1098/rspa.1972.0026. (Cited on page 27.)
- R. W. Ogden et D. G. Roxburgh. A pseudo-elastic model for the Mullins effect in filled rubber. Proc. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Eng. Sci., 455(1988) :2861–2877, Aug. 1999. doi : 10.1098/rspa.1999.0431. (Cited on page 28.)
- T. E. Oliphant. Guide to NumPy. CreateSpace Independent Publishing Platform, USA, 2nd edition, 2015. ISBN 978-1-5173-0007-4. URL <http://www.numpy.org/>. (Cited on pages 79 and 110.)
- B. Pan, K. Qian, H. Xie, et A. Asundi. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : A review. Meas. Sci. Technol., 20(6) :062001, Apr. 2009. ISSN 0957-0233. doi : 10.1088/0957-0233/20/6/062001. (Cited on page 65.)
- D. Parkinson. The reinforcement of rubber by carbon black. Br. J. Appl. Phys., 2(10) :273–280, Oct. 1951. ISSN 0508-3443. doi : 10.1088/0508-3443/2/10/301. (Cited on page 21.)
- J. P. Pascon. Large deformation analysis of plane-stress hyperelastic problems via triangular membrane finite elements. Int J Adv Struct Eng, 11(3) :331–350, Sept. 2019. ISSN 2008-6695. doi : 10.1007/s40091-019-00234-w. (Cited on page 71.)
- A. R. Payne. The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates. Part I. J. Appl. Polym. Sci., 6(19) :57–63, 1962. ISSN 1097-4628. doi : 10.1002/app.1962.070061906. (Cited on page 22.)
- B. N. J. Persson, O. Albohr, G. Heinrich, et H. Ueba. Crack propagation in rubber-like materials. J. Phys. Condens. Matter, 17(44) :R1071–R1142, Nov. 2005. ISSN 0953-8984, 1361-648X. doi : 10.1088/0953-8984/17/44/R01. (Cited on page 39.)
- Y. Qi, J. Caillard, et R. Long. Fracture toughness of soft materials with rate-independent hysteresis. J. Mech. Phys. Solids, 118 :341–364, Sept. 2018. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2018.05.020. (Cited on pages 39, 132, 138, 139, 140, 141, 142, 143, 144, 146, 147, 150, 152 and 153.)
- Y. Qi, Z. Zou, J. Xiao, et R. Long. Mapping the nonlinear crack tip deformation field in soft elastomer with a particle tracking method. J. Mech. Phys. Solids, 125 :326–346, Apr. 2019. ISSN 00225096. doi : 10.1016/j.jmps.2018.12.018. (Cited on page 67.)
- J. R. Rice. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. J. Appl. Mech, 35(2) :379–386, June 1968. ISSN 0021-8936. doi : 10.1115/1.3601206. (Cited on page 36.)
-

- Z. Rigbi. Reinforcement of rubber by carbon black. In Properties of Polymers, Advances in Polymer Science, pages 21–68. Springer Berlin Heidelberg, 1980. ISBN 978-3-540-38275-1. (Cited on pages [21](#) and [23](#).)
- R. S. Rivlin et E. K. Rideal. Large elastic deformations of isotropic materials IV. further developments of the general theory. Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Sci., 241 (835) :379–397, Oct. 1948. doi : 10.1098/rsta.1948.0024. (Cited on page [27](#).)
- R. S. Rivlin et A. G. Thomas. Rupture of rubber. I. Characteristic energy for tearing. J. Polym. Sci., 10(3) :291–318, 1953. ISSN 1542-6238. doi : 10.1002/pol.1953.120100303. (Cited on pages [31](#), [33](#), [34](#), [35](#), [37](#), [38](#), [39](#), [53](#), [54](#), [55](#), [56](#), [57](#), [60](#), [63](#), [65](#), [80](#), [83](#), [85](#), [87](#), [88](#), [89](#), [90](#), [95](#), [99](#), [101](#), [102](#), [103](#), [104](#), [107](#), [115](#), [117](#), [119](#), [121](#), [122](#), [123](#), [124](#), [125](#), [126](#), [130](#), [132](#), [134](#), [150](#), [151](#), [152](#), [153](#) and [173](#).)
- D. Roucou, J. Diani, M. Brieu, J.-F. Witz, et A. Mbiakop-Ngassa. Experimental investigation of elastomer mode I fracture : An attempt to estimate the critical strain energy release rate using SENT tests. Int. J. Fract., 209(1-2) :163–170, Jan. 2018. ISSN 0376-9429, 1573-2673. doi : 10.1007/s10704-017-0251-x. (Cited on page [41](#).)
- P. Rublon. Etude Expérimentale Multi-Échelle de La Propagation de Fissure de Fatigue Dans Le Caoutchouc Naturel. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, Jan. 2013. (Cited on pages [21](#) and [58](#).)
- T. Shinomura et M. Takahashi. Volume Change Measurements of Filled Rubber Vulcanizates under Stretching. Rubber Chem. Technol., 43(5) :1025–1035, Sept. 1970. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3547305. (Cited on page [24](#).)
- J. C. Simo et J. W. Ju. Strain- and stress-based continuum damage models—I. Formulation. Int. J. Solids Struct., 23(7) :821–840, Jan. 1987. ISSN 0020-7683. doi : 10.1016/0020-7683(87)90083-7. (Cited on page [27](#).)
- T. L. Smith. Dependence of the ultimate properties of a GR-S rubber on strain rate and temperature. J. Polym. Sci., 32(124) :99–113, 1958. ISSN 1542-6238. doi : 10.1002/pol.1958.1203212409. (Cited on page [37](#).)
- M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. D. Helm, et Y. J. Chao. Advances in Two-Dimensional and Three-Dimensional Computer Vision. In P. K. Rastogi, editor, Photomechanics, Topics in Applied Physics, pages 323–372. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2000. ISBN 978-3-540-48800-2. doi : 10.1007/3-540-48800-6_10. (Cited on page [65](#).)
- A. M. Tarantino. Thin Hyperelastic sheets of compressible material : Field equations, airy stress function and an application in fracture mechanics. J. Elast., 44(1) :37–59, July 1996. ISSN 1573-2681. doi : 10.1007/BF00042191. (Cited on page [71](#).)
- A. G. Thomas. Rupture of rubber. II. The strain concentration at an incision. J. Polym. Sci., 18 (88) :177–188, Oct. 1955. ISSN 00223832, 15426238. doi : 10.1002/pol.1955.120188802. (Cited on pages [36](#), [108](#) and [174](#).)
- A. G. Thomas. Rupture of rubber. VI. Further experiments on the tear criterion. J. Appl. Polym. Sci., 3(8) :168–174, Mar. 1960. ISSN 00218995, 10974628. doi : 10.1002/app.1960.070030805. (Cited on pages [37](#) and [38](#).)

- A. G. Thomas. The Development of Fracture Mechanics for Elastomers. Rubber Chem. Technol., 67(3) :50–67, July 1994. ISSN 0035-9475. doi : 10.5254/1.3538688. (Cited on pages 31 and 37.)
- C. Timbrell, M. Wiehahn, G. Cook, et A. H. Muhr. Simulation of crack propagation in rubber. Proc. Third Eur. Conf. Const. Models Rubber, pages 11–20, 2003. (Cited on page 34.)
- S. Timoshenko. History of Strength of Materials : With a Brief Account of the History of Theory of Elasticity and Theory of Structures. Courier Corporation, Jan. 1983. ISBN 978-0-486-61187-7. (Cited on page 26.)
- S. Trabelsi, P.-A. Albouy, et J. Rault. Crystallization and Melting Processes in Vulcanized Stretched Natural Rubber. Macromolecules, 36(20) :7624–7639, Oct. 2003. ISSN 0024-9297, 1520-5835. doi : 10.1021/ma030224c. (Cited on page 21.)
- L. R. G. Treloar. The elasticity of a network of long-chain molecules—II. Trans. Faraday Soc., 39(0) :241–246, Jan. 1943. ISSN 0014-7672. doi : 10.1039/TF9433900241. (Cited on page 27.)
- L. R. G. Treloar, G. Riding, et G. Gee. A non-Gaussian theory for rubber in biaxial strain. I. Mechanical properties. Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Sci., 369(1737) :261–280, Dec. 1979. doi : 10.1098/rspa.1979.0163. (Cited on page 27.)
- K. Tsunoda, J. J. C. Busfield, C. K. L. Davies, et A. G. Thomas. Effect of materials variables on the tear behaviour of a non-crystallising elastomer. J. Mater. Sci., 35(20) :5187–5198, Oct. 2000. ISSN 0022-2461, 1573-4803. doi : 10.1023/A:1004860522186. (Cited on page 37.)
- J. W. Tukey. Exploratory Data Analysis. Addison-Wesley Publishing Company, Jan. 1977. ISBN 978-0-201-07616-5. (Cited on page 169.)
- S. van der Walt, J. L. Schönberger, J. Nunez-Iglesias, F. Boulogne, J. D. Warner, N. Yager, E. Gouillart, et T. Yu. Scikit-image : Image processing in Python. PeerJ, 2 :e453, June 2014. ISSN 2167-8359. URL <https://scikit-image.org/>. (Cited on page 66.)
- T. A. Vilgis, G. Heinrich, et M. Klüppel. Reinforcement of Polymer Nano-Composites by T. A. Vilgis. Aug. 2009. doi : 10.1017/CBO9780511605314. (Cited on page 21.)
- H. Wan, K. Gao, S. Li, L. Zhang, X. Wu, X. Wang, et J. Liu. Chemical Bond Scission and Physical Slippage in the Mullins Effect and Fatigue Behavior of Elastomers. Macromolecules, 52(11) :4209–4221, June 2019. ISSN 0024-9297. doi : 10.1021/acs.macromol.9b00128. (Cited on page 24.)
- M. L. Williams, R. F. Landel, et J. D. Ferry. The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. J. Am. Chem. Soc., 77(14) :3701–3707, July 1955. ISSN 0002-7863, 1520-5126. doi : 10.1021/ja01619a008. (Cited on pages 21 and 39.)
- J.-F. Witz, P. Lecomte-Grosbras, A. Morch, C. Martel, F. Lesaffre, et M. Brieu. Digital Image Correlation for Large Strain. In M. Sutton et P. L. Reu, editors, International Digital Imaging Correlation Society, Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series, pages 163–167. Springer International Publishing, 2017. ISBN 978-3-319-51439-0. (Cited on page 65.)

- F. S. H. Wong. Large Plane Deformations of Thin Elastic Sheets of Neo-Hookean Material. Thèse de doctorat, California Institute of Technology, 1969. (Cited on page [71](#).)
- M. Wunde, J. Plagge, et M. Klüppel. The role of stress softening in crack propagation of filler reinforced elastomers as evaluated by the J-Integral. Eng. Fract. Mech., 214 :520–533, June 2019. ISSN 0013-7944. doi : 10.1016/j.engfracmech.2019.04.025. (Cited on page [37](#).)
- H. Xiao. Hencky Strain and Hencky Model : Extending History and Ongoing Tradition. Multidiscip. Model. Mater. Struct., 1(1) :1–52, Jan. 2005. ISSN 1573-6105. doi : 10.1163/1573611054455148. (Cited on page [26](#).)
- O. Yeoh. Analysis of deformation and fracture of ‘pure shear’ rubber testpiece. Plast. Rubber Compos., 30(8) :389–397, Aug. 2001. ISSN 1465-8011, 1743-2898. doi : 10.1179/146580101101541787. (Cited on page [34](#).)
- O. H. Yeoh. Relation between crack surface displacements and strain energy release rate in thin rubber sheets. Mech. Mater., 8(34) :459–474, 2002. ISSN 0167-6636. (Cited on page [34](#).)
- H. Zhang, A. K. Scholz, J. de Crevoisier, F. Vion-Loisel, G. Besnard, A. Hexemer, H. R. Brown, E. J. Kramer, et C. Creton. Nanocavitation in Carbon Black Filled Styrene–Butadiene Rubber under Tension Detected by Real Time Small Angle X-ray Scattering. Macromolecules, 45(3) : 1529–1543, Feb. 2012. ISSN 0024-9297. doi : 10.1021/ma2023606. (Cited on page [24](#).)
- T. Zhang, S. Lin, H. Yuk, et X. Zhao. Predicting fracture energies and crack-tip fields of soft tough materials. Extreme Mech. Lett., 4 :1–8, Sept. 2015. ISSN 23524316. doi : 10.1016/j.eml.2015.07.007. (Cited on page [39](#).)

Annexes

Annexe A

La boîte à moustaches de Tukey

Cette annexe détaille l'outil statistique utilisé dans les Chapitres 4 et 5, qui permet de représenter les données obtenues de manière simple et visuelle. Il s'agit de la boîte à moustaches (de l'anglais *Box & Whiskers Plot*, Tukey, 1977), qui représente schématiquement une série de données statistiques.

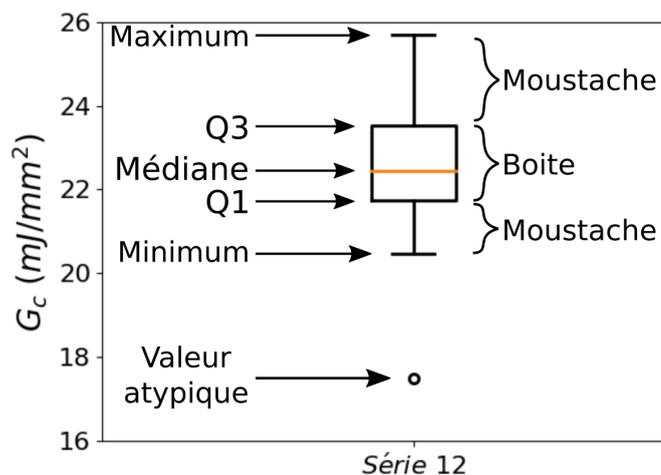


FIGURE A.1: Illustration des éléments constituant une boîte à moustache.

La Figure A.1 montre un exemple tiré de nos données expérimentales (valeurs du taux de restitution d'énergie critique G_c estimées en cisaillement pur, sur les essais de la série "12", section 5.1.1). Les quantités représentées sur le schéma sont les suivantes :

- La valeur minimale (hors valeurs atypiques).
- Le premier quartile, note $Q1$. Cette quantité est telle que 25% des valeurs de la série sont en dessous de cette valeur, et 75% au dessus.
- La valeur médiane, équivalente au deuxième quartile, qui coupe la série en deux parties égales en terme de nombres d'éléments.
- Le troisième quartile, noté $Q3$, qui sépare les valeurs de la série de façon opposée à $Q1$.
- La valeur maximale (hors valeurs atypiques).
- Les valeurs atypiques, représentées par des marqueurs ronds. Leur détermination est décrite ci-dessous.

Le choix des quartiles est adapté à une mesure expérimentale portant sur des échantillons comportant un nombre de valeurs petit ou moyen. En particulier, la médiane est plus robuste

que la moyenne par rapport aux valeurs extrêmes. En effet, la moyenne calculée sur une série de données comportant quelques valeurs aberrantes pourra être largement affectée par ces dernières si elles sont très différentes du reste des valeurs. Au contraire, la médiane calculée sur les mêmes données restera proche de la majorité des valeurs obtenues, et sera peu affectée par les singletons aberrants.

La médiane, qui constitue la mesure de tendance centrale, est représentée en couleur orange sur le graphe, et constitue la valeur qui “représente au mieux” l’échantillon. Cette valeur pourra donc être utilisée pour la comparaison avec d’autres séries de données. Le premier et le troisième quartile, $Q1$ et $Q3$, sont utilisés pour représenter la “boite”. La hauteur de la boite correspond à “l’écart interquartile”. Cette quantité est une mesure de dispersion statistique de l’échantillon. Par définition de $Q1$ et $Q3$, exactement 50% des valeurs de l’échantillon sont comprises à l’intérieur de la boite. L’autre moitié est représentée à l’extérieur par les “moustaches”. Celles-ci relient les extrémités de la boite aux valeurs minimales et maximales respectivement, et définissent les valeurs dites “adjacentes”. De façon générale, elles peuvent être considérées comme moins représentatives que les valeurs de la boite.

Notons que certaines valeurs, dites “atypiques”, peuvent être exclues des moustaches selon le critère suivant : des frontières hautes et basses, non représentées sur la figure, sont définies respectivement par $Q3 + 1.5 \times (Q3 - Q1)$ et $Q1 - 1.5 \times (Q3 - Q1)$. En d’autres termes, les moustaches ne peuvent pas être plus longues que 1.5 fois l’écart interquartile¹. Le choix du facteur 1.5 est conventionnel, une justification peut être trouvée dans la note de [Le Guen \(2002\)](#).

Nous représentons ces données dans un graphe dont l’ordonnée représente l’échelle des valeurs étudiées, et où l’abscisse n’a pas de signification particulière. Cette axe permet en revanche de juxtaposer plusieurs séries de données, décrivant la même quantité obtenue sur des échantillons différentes. Cela permet alors la comparaison visuelle des différentes séries de données.

Dans le cadre du présent travail, nous nous contenterons de comparer les valeurs médianes et les positions relatives des boites à moustaches : deux boites complètement disjointes, *i.e.* à des hauteurs clairement différentes sur le graphe, permettront de conclure à des valeurs médianes différentes entre les deux échantillons comparés. À l’inverse, une superposition horizontale des boites signifiera que les valeurs estimées sont proches, dans la précision de la mesure.

Pour plus d’informations concernant cet outil statistique, le lecteur pourra s’intéresser à la note de [Le Guen \(2002\)](#) citée plus haut.

Pour aller plus loin, des tests statistiques existent pour déterminer si les échantillons comparés sont confondus et proviennent d’une même population ou non. C’est-à-dire, dans notre cas, si l’on peut vraisemblablement considérer que les données expérimentales obtenues sur deux séries différentes fournissent la même valeur médiane pour une quantité donnée. Nous pouvons citer par exemple le test de Kruskal-Wallis qui s’applique à trois échantillons ou plus. Cependant, les résultats présentés sous forme de boites à moustaches sont suffisamment parlants dans notre étude pour pouvoir conclure directement.

1. Il faut noter que les valeurs atypiques sont exclues des moustaches, mais servent au calcul des quartiles. En outre, la définition de leurs limites d’exclusion dépend de l’écart interquartile $Q3 - Q1$.

Annexe B

Entailles réalisées par découpe laser

Dans cet annexe, nous présentons succinctement des résultats obtenus sur des échantillons SENT de SBR non chargé, dont les entailles ont été réalisées par une méthode alternative. Au lieu d'un découpe manuelle avec une lame de rasoir, comme pour les échantillons présentés dans l'étude, certaines éprouvettes ont été entaillées à l'aide d'une machine de découpe laser.

Le but initial de cette procédure était de pouvoir réaliser une entaille parfaitement reproductible, de longueur bien contrôlée. Cependant, les résultats obtenus nous ont permis de réaliser le rôle du rayon de fond de fissure. En effet, ce processus de découpe produit une entaille avec un fond de fissure de l'ordre de 150 à 200 μm . Cette mesure est relevée sur des images prises au microscope optique, dont un exemple est donné en Figure B.1. À titre de comparaison, le rayon de fond d'entaille pour une entaille au rasoir n'est pas mesurable à cette échelle, donc probablement inférieur à 10 μm .

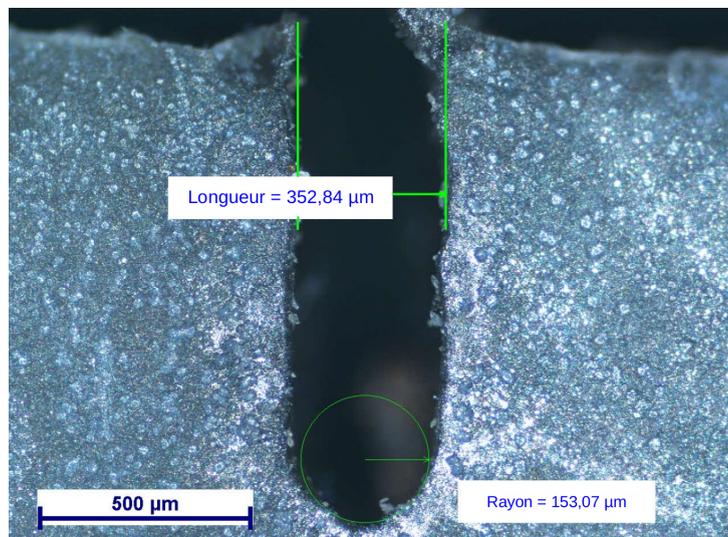


FIGURE B.1: Image prise au microscope optique, permettant la mesure du rayon de fond d'entaille.

Des entailles de longueurs comprises entre 0.8 mm et 15 mm sont réalisées par découpe laser, en vue de comparer les résultats à ceux obtenus pour des entailles faites au rasoir. La découpe est effectuée à l'aide d'une machine Gravograph Laser energy 8. La découpe des bords de l'éprouvette sont également réalisées par cette machine, assurant un angle de parfaitement 90 degrés entre l'entaille et le bord libre. Les éprouvettes sont de mêmes dimensions que celles présentées chapitre 2 : 80 mm \times 30 mm \times 2.4 mm (longueur L \times largeur w \times épaisseur t). La

découpe de ce matériau produit une sorte de résidu de matière fondue. Les éprouvettes sont alors conservées au réfrigérateur durant 24 heures, ce qui a pour effet de rendre le nettoyage du résidu plus facile par la suite. Une fois les éprouvettes nettoyées, on observe que les surfaces obtenues par la découpe sont parfaitement traversantes comme illustré en Figure B.1, et également très lisses. En particulier, aucun défaut n'est apparent dans le fond d'entaille circulaire.

Les essais SENT sont alors réalisées suivant le protocole indiqué dans la section 2.5.1.

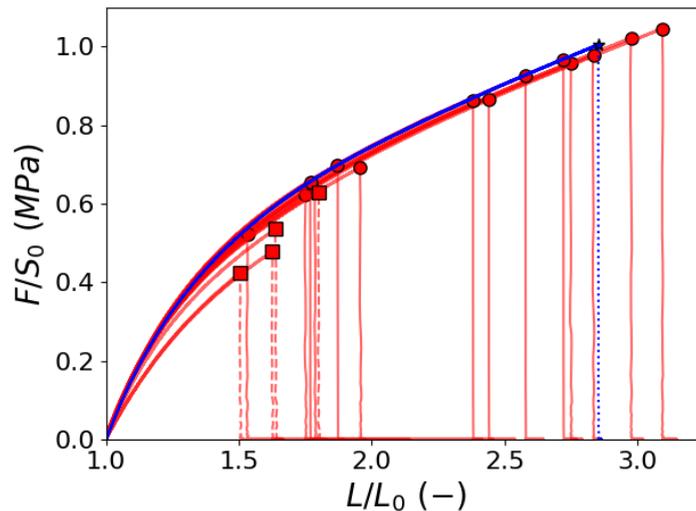


FIGURE B.2: Courbes de l'effort normalisé par la section initiale non entaillée S_0 en fonction de l'allongement, pour des essais SENT avec entaille réalisée par découpe laser. Les marqueurs ronds indiquent la rupture critique des échantillons avec une entaille plus petite que 20% de la largeur w , et les marqueurs carrés sont utilisés pour les entailles initiales plus grandes. La courbe bleue est la référence non entaillée.

Les courbes des efforts normalisés par la section initiale non entaillée S_0 , en fonction des allongements L/L_0 , sont représentées en Figure B.2. Ces résultats sont comparés à une référence non entaillée, tracée en bleu. Les courbes de chaque échantillon sont représentées sur la figure. Pour distinguer les éprouvettes avec des tailles d'entailles respectivement plus petites ou plus grandes que 20% de la largeur initiale w de l'éprouvette, les ruptures critiques des courbes correspondantes sont représentées par un symbole rond pour les premières, et carré pour les secondes. La rupture de l'échantillon sans entaille est également marqué, par une étoile.

Nous retrouvons le résultat obtenu sur des entailles classiques : lorsque l'entaille est petite, les courbes obtenus se superposent systématiquement, mais lorsque l'entaille est suffisamment grande, l'effort mesuré devient plus faible.

En revanche, le phénomène de fissuration obtenu dans ce cas est différent : seule une propagation critique est observée, caractérisée par des faciès de rupture entièrement lisses (Figure B.3). Ceci contraste avec les résultats présentés au chapitre 2 (Figure 2.16a), en particulier pour les grandes entailles initiales qui montrent un faciès essentiellement rugueux. D'autre part, ce comportement se rapproche de celui des éprouvettes non entaillées, qui elles aussi présentent un faciès de rupture entièrement lisse. De plus, les courbes correspondant aux grandes entailles initiales (Figure 2.14) montrent un léger décalage entre l'effort maximum et la rupture totale, *a priori* en lien avec une fissuration lente. À l'inverse, la rupture obtenue lors de ces essais (Figure B.2) est toujours très nette, y compris pour les courbes les plus basses, correspondant à des longueurs d'entailles de 15 mm de long, soit 50% de la largeur d'éprouvette.

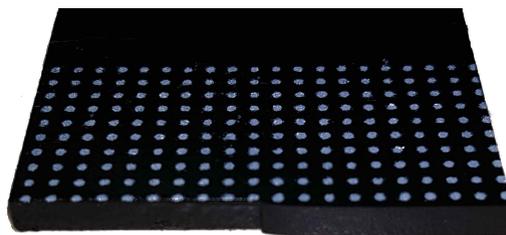


FIGURE B.3: Illustration du faciès de rupture obtenu sur une éprouvette SENT avec une grande entaille initiale, réalisée par découpe laser. L'entaille initiale, à gauche, mesure 15 mm de long (soit 50% de la largeur d'éprouvette). La seconde moitié, à droite, met en évidence un faciès parfaitement lisse.

De la même manière que pour les essais étudiés aux Chapitres 2 et 4, les valeurs des allongements à rupture critique λ_c sont relevés pour chaque essai. Les taux de restitution d'énergie critiques sont estimés, sur les échantillons avec petites entailles initiales, par la formule de Rivlin et Thomas (1953) appliquée au SENT. Les valeurs obtenues pour ces deux quantités sont représentées dans la Figure B.4, par des carrés rouges. Les valeurs correspondantes pour les éprouvettes entaillées au rasoir sont également représentées pour faciliter la comparaison. Les allongements à rupture (Figure B.4a) sont illustrés par des points bleus. Les valeurs de G_c , estimées à partir de da_1 et da_2 (voir section 4.1.4) sont respectivement représentées par des ronds bleus clairs et bleus foncés (Figure B.4b).

Les allongements à rupture obtenus pour les entailles au laser montrent toujours une dépendance par rapport à la taille de l'entaille, mais sont largement plus grands que pour les entailles classiques. Cela pourrait s'expliquer par le rayon de fond d'entaille bien plus grand, induisant une concentration de contraintes moins importante en pointe d'entaille.

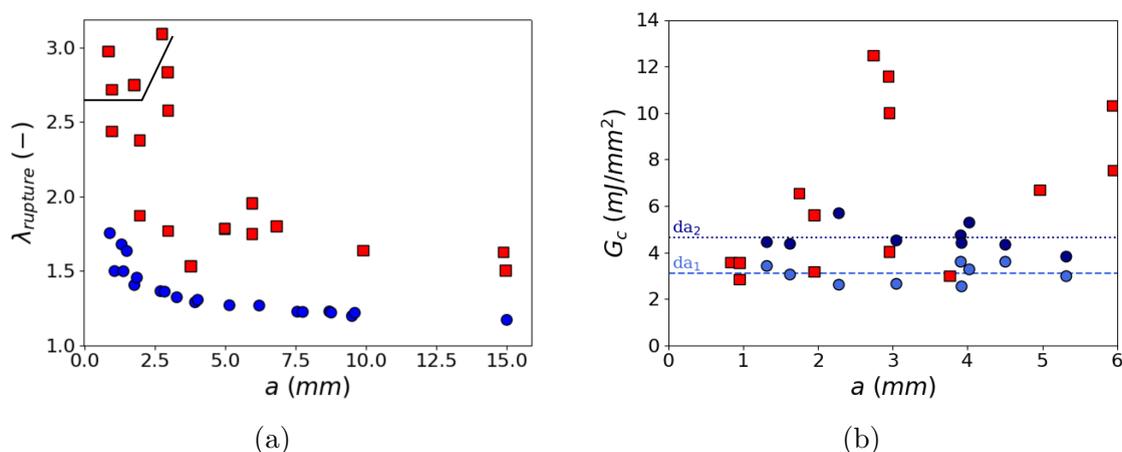


FIGURE B.4: Comparaison des paramètres de fissuration critique obtenus sur des essais SENT, pour des entailles réalisées au rasoir (rond bleus) et par découpe laser (carrés rouges). (a) Allongements à rupture critique. (b) Taux de restitution d'énergie critique.

En considérant les problématiques évoquées dans le Chapitre 4, sur les longueurs d'entailles considérées en SENT, les calculs utilisant la formule de Rivlin et Thomas (1953) ont été effectués

en prenant la longueur d’entaille initiale a . Ce choix est justifié par l’absence de faciès rugueux. Les valeurs obtenues sont comparées à celles estimées dans la section 4.1.4 (Figure 4.9). Une dispersion bien plus large est observée, la valeur moyenne et l’écart type obtenus sont de 6,5 et 3.3 mJ/mm² respectivement. Ces valeurs sont globalement supérieures à celles estimées avec la méthode d’entaille précédente, comme illustré en Figure B.4b.

En conclusion, le rayon de fond d’entaille paraît éliminer l’étape de fissuration lente, qui est observée sur ce matériau en présence de fissures au rasoir et produit des faciès de rupture rugueux. La fissuration des éprouvettes entaillées au laser est donc critique dès l’initiation. Cependant, étant donné que nous n’observons plus de transition rugueux-lisse sur les faciès post-mortem, il n’est pas évident que la valeur de G_c estimée soit nécessairement la même que celles estimées sur les entaille faites au rasoir. En particulier, il est concevable que lors de la fissuration nous ayons en fait $G > G_c$ ¹, menant à une estimation qui surestime le paramètre matériau associé à la transition critique. De plus, nos résultats semblent montrer que la valeur de “ G_c ” estimée qui peut dépendre du rayon de fond d’entaille, rappelant les résultats de [Thomas \(1955\)](#).

Enfin, pour les essais avec des entailles réalisées au laser, un comportement étonnant est parfois observé : parmi les échantillons présentant les longueurs d’entaille initiale les plus courtes, nous observons que la rupture ne se produit pas nécessairement au niveau de l’entaille, mais parfois à un endroit quelconque dans l’éprouvette. Ces essais sont indiqués dans la Figure B.4a, correspondant aux quatre valeurs séparées des autres par un trait noir. Ces essais ont en commun de présenter un allongement à rupture critique qui est proche de l’allongement à rupture des échantillons sans entaille (Figure B.2). Cette observation évoque les résultats de [Chen et al. \(2017\)](#), qui proposent une limite de “sensibilité à l’entaille”. Celle-ci correspond à une longueur minimale d’un défaut, en dessous de laquelle les échantillons se comportent comme si le défaut était absent.

1. Cela correspond au cas général de la fissuration “dynamique”, qui peut être observée en appliquant et en maintenant un étirement $\lambda > \lambda_c$ à un échantillon non entaillé. Une entaille est ensuite introduite (voir par exemple les travaux de [Corre, 2018](#), qui a réalisé de tels essais en cisaillement pur).

Caractérisation et modélisation du comportement à la déchirure de matériaux élastomères endommagés par chargements multiaxiaux

Les élastomères sont utilisés dans les systèmes mécaniques pour assumer des tâches de suspension ou de liaison, comme dans le cas des pneumatiques. Les élastomères d'intérêt sont renforcés par des particules de noir de carbone. L'ajout de charges améliore certaines propriétés mécaniques telles que la raideur ou la résistance à l'abrasion, mais induit aussi un fort adoucissement de ces matériaux, dit effet Mullins, lors de l'étirement initial. Certaines applications soumettent des élastomères à des sollicitations extrêmes, pouvant provoquer une fissuration critique.

Ce travail étudie l'impact de l'adoucissement par effet Mullins sur la propagation de fissures lors de chargements monotones.

Des résultats expérimentaux préliminaires font ressortir des difficultés à caractériser la fissuration dans les matériaux étudiés. Une méthode d'analyse locale est développée, estimant les champs de déformation fortement hétérogènes auxquelles sont soumises les éprouvettes pré-entallées. Ces observations valident des hypothèses permettant le calcul du taux de restitution d'énergie, qui caractérise la fissuration. Une campagne expérimentale est menée pour évaluer l'impact de précharges variées sur la propagation de fissures dans un élastomère chargé au noir de carbone. Afin d'expliquer certains résultats obtenus, l'équilibre énergétique théorique inhérent à la propagation de fissure est réévalué pour prendre en compte le caractère dissipatif de l'adoucissement. Enfin, les mesures expérimentales de la déformation locale sont ensuite exploitées pour compléter le bilan énergétique, en caractérisant la dissipation énergétique localisée due à l'effet Mullins.

Mots clés : Caoutchouc - Noir de carbone - Effet Mullins - Propagation de fissure - Anisotropie induite - Préchargement - Multiaxial - Taux de restitution d'énergie

Characterization and modeling of the tearing behavior of elastomers damaged by multiaxial loadings

Rubber-like materials are currently used in machine design for suspension or connection functions, such as pneumatic tyres. The elastomers of interest are reinforced by carbon-black particles. The addition of these particles improves mechanical properties such as stiffness and abrasion resistance. However, it also leads to undesired strong softening of these materials, commonly known as Mullins effect, when first stretched. Elastomers can be submitted to extreme loading conditions according to the applications, generating critical crack propagation.

This work studies the impact of softening caused by Mullins effect on crack propagation in filled rubbers submitted to monotonic loading.

Some early experimental results point out the difficulties to characterize a crack propagation criterion. A local analysis is developed, allowing to study the highly heterogeneous strain fields witnessed when loading notched specimens. These observations lead to the validation of assumptions, which enable to calculate the strain energy release rate that characterizes the crack propagation. An experimental campaign was then performed to evaluate the impact of various preloads on crack propagation in a carbon-black filled rubber. In order to explain some of the results obtained, the theoretical global energy balance when the crack propagation occurs was revisited in order to take into account the dissipation caused by the Mullins softening. Finally, the experimental measures of local strain were used to complete the energy balance and characterize the localized energy dissipation due to Mullins effect.

Key words : Rubber - Carbon-black - Mullins effect - Crack propagation - Induced anisotropy - Preloading - Multiaxial - Energy release rate