



HAL
open science

Endommagement de milieux hétérogènes : Le papier en tant que matériau modèle

François Villette

► **To cite this version:**

François Villette. Endommagement de milieux hétérogènes : Le papier en tant que matériau modèle. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2020. Français. NNT : 2020GRALI062 . tel-03135197

HAL Id: tel-03135197

<https://theses.hal.science/tel-03135197>

Submitted on 8 Feb 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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

François VILLETTE

Thèse dirigée par **Jean-Francis BLOCH, Maître de conférences, Grenoble-INP**

codirigée par **Frédéric DUFOUR, Professeur, Grenoble-INP**

préparée au sein du **Laboratoire 3SR**
dans l'**École Doctorale IMEP2**

Endommagement de milieux hétérogènes : le papier en tant que matériau modèle

Thèse soutenue publiquement le **6 novembre 2020**, devant le jury
composé de :

M. Laurent ORGEAS

Directeur de recherche, CNRS (Président du jury)

M. Gilles PIJAUDIER-CABOT

Professeur, Université de Pau et des Pays de l'Adour (Rapporteur)

M. William SAMPSON

Professeur, Université de Manchester (Rapporteur)

M^{me} Véronique LAZARUS

Professeur, Institut Polytechnique de Paris (Examinatrice)

M. Pierre DUMONT

Professeur, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (Examineur)

M. Jean-Francis BLOCH

Maître de conférences, Grenoble-INP (Directeur de thèse)

M. Frédéric DUFOUR

Professeur, Grenoble-INP (Co-directeur de thèse)

M^{me} Sabine ROLLAND DU ROSCOAT

Maître de conférences, Université Grenoble Alpes (Co-encadrante)

M. Julien BAROTH

Maître de conférences, Université Grenoble Alpes (Co-encadrant)



Remerciements

De belles rencontres, un sujet passionnant, un épanouissement scientifique et personnel... voilà ce qui pourrait résumer ces trois années de thèse ! Par ces quelques lignes, je souhaite exprimer ici toute ma reconnaissance aux personnes qui ont contribué, par leur présence, à faire de ce doctorat de très belles années pour moi. Vous vous en doutez, beaucoup de personnes sont concernées et je m'excuse si la liste n'est pas exhaustive.

Tout d'abord, je voudrais remercier chaleureusement mes encadrants de thèse, qui m'ont permis de mener à bien ce beau projet. Merci Jean-François, Frédéric, Sabine et Julien pour m'avoir fait découvrir le monde de la recherche, pour vos précieux conseils, pour le savoir que vous m'avez transmis et pour m'avoir guidé durant tout ce doctorat.

Je souhaite également remercier Gilles Pijaudier-Cabot et William Sampson d'avoir accepté de rapporter ma thèse, pour leur lecture minutieuse du manuscrit et pour leurs commentaires fins et constructifs. Je remercie aussi les autres membres du jury pour avoir examiné ce travail et pour avoir assisté à la soutenance : Pierre Dumont, Véronique Lazarus et Laurent Orgéas dont je suis reconnaissant d'avoir endossé le rôle de président du jury.

L'ensemble des résultats présents dans cette thèse n'aurait pas pu être obtenu sans des « aides précieuses » qui m'ont permis de mettre en place les dispositifs expérimentaux, de réaliser certaines expériences, ou de gérer les soucis informatiques en tout genre. À ce titre, je remercie particulièrement Fanta, Pascal, Jérôme, Josselin, Laurent et l'équipe du LGP2.

Merci enfin à l'ensemble du personnel du laboratoire 3SR pour m'avoir accueilli durant ces trois années et qui a fait en sorte que ma thèse se soit déroulée de la meilleure manière possible, malgré le contexte « historique » de cette fin de thèse, je nomme : l'incendie du laboratoire et la pandémie de COVID-19 !

Ces années de doctorat ont aussi été l'occasion pour moi de faire un certain nombre de belles rencontres et de partager de très bons moments avec les collègues doctorants, post-doctorants, stagiaires et permanents qui sont devenus surtout des amis. Pour les pauses café et leurs « fun facts », les débats sur divers sujets (beaucoup de sujets) pour refaire le monde, les tournois de fléchettes, les

soirées jeux, les soirées au bar, les sorties randòòò, et tout simplement pour votre bonne humeur et votre soutien... vous êtes trop mim's : Julia, Hamid, Josselin, Thibaud, Tanguy, Alberto, Maxime, Antoine, Théophile, Bart, Sébastien, Clara, Lisa, Emilie, Margaux, Quentin, Chiara, Niels, Floriana, Marielle, David...

Je n'oublie pas les personnes qui ont suivi d'un peu plus loin ces années de thèse. Lilian, merci mon ami pour le soutien, les soirées dans le Jura et les sorties lyonnaises au perroquet ! Marlène, pour tous ces bons moments que l'on a passés ensemble et *de øyeblikkene i lofoten*. Marie, pour les réflexions animées sur nos thèses et les soirées du CFM aux « fauvettes ». Cyril, pour les Martin's du vendredi, exceptionnel. Denis, pour m'avoir permis de concilier la thèse en même temps que mes études d'orgue au conservatoire. Et le groupe des grenoblois (ou presque) : Julie, Esteban, Hugo, Florian, Fabien, Suzanne, Alan...

Pour finir, je souhaite remercier ma famille à qui je dois beaucoup. En particulier à ma mère qui a toujours été présente pour moi et qui a fait en sorte que je trouve la voie qui me correspond. Et à mon père, qui m'a vu grandir mais qui est parti trop tôt pour me voir terminer mes études, je pense bien à lui.

« La beauté des choses existe dans l'esprit de celui qui les contemple »

David Hume

Résumé

La compréhension, la modélisation et la prévision de la rupture dans les matériaux hétérogènes sont des enjeux importants pour de nombreuses applications comme la résistance des structures de génie-civil ou les détachements de blocs rocheux par exemple. Actuellement, la modélisation de la fissuration dans les modèles d'endommagement fait intervenir une longueur interne qui n'est pas encore reliée explicitement aux longueurs caractéristiques du matériau. L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence des hétérogénéités du matériau sur les processus de fissuration en utilisant le papier comme matériau d'étude. Ce matériau a en effet la propriété de révéler sa structure (fibres et agrégats de fibres) par transmission optique et permet ainsi de suivre l'évolution de l'endommagement au cours de la rupture. Dans un premier temps, les propriétés structurales et mécaniques locales des agrégats de fibres ont été obtenues à partir d'images acquises par tomographie à rayons X et d'essais de tractions. Des essais de traction filmés ont ensuite permis de visualiser le développement de la zone d'endommagement et de relier ses dimensions au comportement post-pic de la courbe de traction. Sur la base de cette analyse, une méthode originale de calage de la longueur interne a été proposée sur un modèle d'endommagement continu non local. Le rôle des différentes longueurs caractéristiques du matériau a été mis en évidence par ces résultats qui ont été complétés par une étude de la statistique de propagation de fissure dans un matériau hétérogène en utilisant un Fiber Bundle Model (modèle à faisceaux de fibres), que nous avons étendu dans le cadre de cette thèse à des champs aléatoires de rupture corrélés dans l'espace.

Mots-clés : Matériaux hétérogènes, Papier, Tomographie à rayons X, Analyse d'images, Propagation de fissure, Modèles d'endommagement non locaux, Longueur interne, Zone d'endommagement, Physique statistique, Modèles à faisceaux de fibres, Champ aléatoire spatialement corrélé.

Abstract

The understanding, modeling and prediction of failure in heterogeneous materials are important issues for many applications such as the resistance of civil engineering structures or rock detachments for example. Currently, damage models involve an internal length that is not yet explicitly related to the characteristic lengths of the material. The objective of this work is to study the influence of material heterogeneities on cracking processes using paper as a model material. Indeed, this material has the property to reveal its structure (fibers and fiber aggregates) by optical transmission and thus allows following the evolution of the damage during the rupture. In a first step, the local structural and mechanical properties of the fiber aggregates were obtained from images acquired by X-ray tomography and tensile tests. Filmed tensile tests were then used to visualize the development of the fracture process zone and to relate its dimensions to the post-peak behaviour of the tensile curve. On the basis of this analysis, a new method of calibration of the internal length was proposed on a non-local continuous damage model. The role of the different characteristic lengths of the material was highlighted by these results which were complemented by the study of the crack propagation statistics in a heterogeneous material using a Fiber Bundle Model that we have extended to spatially correlated random fields of rupture.

Keywords: Heterogeneous materials, Floccs, X-ray tomography, Image analysis, Crack propagation, Non-local damage models, Internal length, Fracture Process Zone, Statistical physics, Fiber Bundle model, Spatially correlated random field.

Table des matières

Remerciements	3
Résumé	5
Abstract	6
Table des matières	7
Liste des figures	11
Liste des tableaux	23
Introduction générale	25
Chapitre 1 : Etat de l'art	
1.1. Introduction	32
1.2. Fissuration des matériaux quasi-fragiles	32
1.2.1. Généralités sur la fissuration des matériaux : la mécanique linéaire élastique de la rupture.....	32
1.2.2. Comportement à rupture des matériaux quasi-fragiles	35
1.2.3. Principales approches de modélisation des matériaux quasi-fragiles.....	37
1.3. Mécanismes de fissuration des matériaux quasi-fragiles à l'échelle de la microstructure : les apports de la physique statistique.....	47
1.3.1. Distributions spatiale et temporelle des évènements de rupture.....	49
1.3.2. Les Fiber Bundle Models (modèles à faisceaux de fibres).....	54
1.4. Le matériau papier.....	57
1.4.1. Le papier : un matériau multi-échelles.....	58

1.4.2.	Propriétés mécaniques du papier avant endommagement	67
1.4.3.	Comportement à la rupture du papier	71
1.5.	Conclusions	77

Chapitre 2 : Analyse multi-échelles de la structure locale et des propriétés mécaniques des flocs et des antiflocs dans le papier

2.1.	Introduction	81
2.2.	Matériaux et méthodes.....	82
2.2.1.	Elaboration d'un papier multi-échelles	82
2.2.2.	Microtomographie à rayons X.....	83
2.2.3.	Quantification structurale.....	86
2.2.4.	Représentativité de la variabilité spatiale des données	89
2.2.5.	Propriétés mécaniques : détermination de la variation locale du module d'Young à l'échelle de la mésostructure.....	94
2.3.	Analyse structurale à l'échelle macroscopique.....	96
2.4.	Analyse structurale à l'échelle mésoscopique d'un flocc et d'un antifloc	98
2.4.1.	Analyse du flocc	98
2.4.2.	Analyse de la transition flocc-antifloc	100
2.4.3.	Analyse de l'antifloc	101
2.4.4.	Comparaison des épaisseurs standard et des épaisseurs mesurées par la méthode de la rolling ball	103
2.5.	Analyse structurale à l'échelle microscopique d'un flocc et d'un antifloc	105
2.5.1.	Détermination du Volume Élémentaire Représentatif mésoscopique pour l'étude des propriétés structurales à l'échelle des fibres.....	105
2.5.2.	Profil de porosité	106
2.5.3.	Profil d'orthotropie et d'orientation des longues fibres.....	107
2.6.	Propriétés mécaniques des floccs et des antifloccs.....	110
2.7.	Conclusions	113

Chapitre 3 : Evolution de la zone d'endommagement : une étude expérimentale et numérique

3.1.	Introduction	116
3.2.	Evolution de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction.....	117
3.2.1.	Matériaux et méthodes	117
3.2.2.	Analyse macroscopique	123
3.2.3.	Observation de l'évolution de la FPZ au cours de la fissuration	125
3.2.4.	Essais de fissuration par pilotage en ouverture de fissure.....	127
3.3.	Modélisation de la propagation de fissure dans un milieu hétérogène en utilisant un modèle d'endommagement non local	129
3.3.1.	Géométrie des échantillons	129
3.3.2.	Modélisation du comportement mécanique du papier : du matériau réel au matériau modèle.....	130
3.3.3.	Etude de la propagation de fissure et du développement de la zone d'endommagement.....	135
3.4.	Vers une analyse statistique de la courbe de traction	146
3.4.1.	Méthode d'analyse par distribution de chutes de contraintes.....	146
3.4.2.	Distribution de chutes de contraintes du post-pic d'échantillons de papier.....	149
3.5.	Conclusions	154

Chapitre 4 : Influence des hétérogénéités des matériaux sur les statistiques de propagation de fissures en utilisant un Fiber Bundle Model

4.1.	Introduction	158
4.2.	Présentation du modèle ZIP.....	159
4.3.	Modélisation de la corrélation spatiale des seuils de ruptures de fibres en utilisant la décomposition de Karhunen-Loève.....	161
4.3.1.	Décomposition de Karhunen-Loève d'un processus gaussien stationnaire.....	161
4.3.2.	Fonction d'autocorrélation.....	162
4.4.	Effets de la corrélation spatiale des seuils de rupture des fibres sur la distribution d'avalanches.....	163

4.5.	Cas asymptotique de la non corrélation spatiale.....	166
4.6.	Influence de la taille des hétérogénéités sur le régime de transition.....	167
4.7.	Conclusions	170

Conclusions et perspectives	173
------------------------------------	------------

Annexes

1.	Annexe 1 : Distribution de chutes de contraintes des séries 1 et 2.....	179
2.	Annexe 2 : Etude de convergence numérique des statistiques d'avalanches.....	181

Nomenclature	184
---------------------	------------

Bibliographie	186
----------------------	------------

Liste des figures

- Figure 1 - 1 : Représentation des trois modes de rupture. D'après (Gustafsson and Niskanen 2012). 32
- Figure 1 - 2 : Système de coordonnées (r, ϕ) au voisinage de la pointe de fissure. Le profil typique de la contrainte $\sigma_{i,j}$ au voisinage de la pointe de fissure est représenté. L'échantillon est de largeur w et la fissure a une longueur a . D'après (Gustafsson and Niskanen 2012).
..... 33
- Figure 1 - 3 : Image de la microfissuration dans le béton. D'après (Dufour 2017) 35
- Figure 1 - 4 : Courbe de traction typique d'un matériau quasi-fragile avec une branche adoucissante. Les contraintes limites élastique σ_{el} et la contrainte au pic (contrainte à rupture) σ_f . Le profil typique de l'échantillon préalablement entaillé est montré à différents instants de l'essai. 36
- Figure 1 - 5 : Explication de l'effet d'échelle déterministe. (gauche) échantillons de petite et grande taille. Pour la création d'une fissure de longueur a , l'aire de la FPZ est proportionnelle à $a \times h$ tandis que l'aire de la zone qui décharge son énergie élastique est proportionnelle à $aD_{1,2}$ et dépend donc de la taille de l'échantillon. (droite) Courbes de traction associées. 36
- Figure 1 - 6 : Modèle de fissure fictive. Pour une ouverture de fissure w inférieur à w_t , les lèvres de la fissure transmettent des contraintes jusqu'à une valeur f_t . I correspond à la zone totalement fissurée, II correspond à la zone d'endommagement et III à la zone non-endommagée. 38
- Figure 1 - 7 : Représentation 3D d'une surface isovaleurs de $\rho(\mathbf{x}, \sigma)$ (Giry et al. 2011). 45
- Figure 1 - 8 : (a) Représentation de la fonction de poids dans le cas non local classique. (b) Isovaleurs de la fonction de poids pour un point proche d'une entaille. (c) Représentation typique de la fonction de poids pour le modèle non local basé sur l'état de contrainte. (d) Isovaleurs de la fonction de poids « stress-based » pour différents points (A, B, C). D'après (Giry et al. 2011). 46
- Figure 1 - 9 : (a) Activité sismique en Californie en Janvier 2012 (Barés 2013). (b) Distribution spatiale des évènements acoustiques selon leur énergie E dans un essai de flexion trois points d'une poutre en béton (Grégoire et al. 2015). (c) Courbe de réponse en flexion quatre points pour trois poutres similaires en béton (Delaplace et al. 2001). 48
- Figure 1 - 10 : Dispositif d'émission acoustique. 49
- Figure 1 - 11 : (a) (gauche) courbe de compression d'un bloc de granite. (droite) Activité acoustique à différents moments de la compression (indiquées par les lettres a, b, c, d, e et f sur la courbe de compression. (Lockner et al. 1991). (b) Détermination de la largeur de la FPZ par émission acoustique sur une poutre en béton. (gauche) Distribution spatiale

	des évènements de rupture selon leur énergie. (droite) Distribution spatiale des évènements de rupture selon l'axe-x (horizontale) des évènements de rupture. La largeur W_{FPZ} de la FPZ est définie comme la zone où la distribution est supérieure à 20% de l'activité maximale (pic de la courbe) (Grégoire et al. 2015).....	50
Figure 1 - 12 :	Rupture d'une rondelle de bois soumise à de la flexion. On impose une pression P sur un côté de la rondelle tandis que l'autre côté reste à la pression atmosphérique P_0 . (a) Activité acoustique E de l'endommagement d'une rondelle de bois. P_c correspond à la différence de pression à rupture (b) Energie cumulée E normalisée par l'énergie totale E_{tot} de l'activité acoustique en fonction de la distance à la pression critique P_c . (c) Distribution des évènements de rupture N en fonction de leur énergie E . (d) Distribution des évènements de rupture N en fonction des intervalles de temps τ entre les évènements (unités non précisées par les auteurs). (Guarino et al. 1998).....	51
Figure 1 - 13 :	Dispositif et résultats d'un essai de fissuration d'une roche reconstituée (en billes de polystyrène (Barés et al. 2014). (a) Dispositif expérimental. (b) Evolution au cours de l'essai de la vitesse c de la pointe de fissure et de l'énergie mécanique stockée E dans le matériau. (c) Distribution de la puissance dissipée dans les évènements de rupture.	53
Figure 1 - 14 :	(a) Représentation schématique du Fiber Bundle Model, une force F est appliquée aux fibres. Les fibres cassées à cette étape créent un déplacement u^* . (b) Courbe $F-U$ (force-déplacement). Le déplacement u^* lors d'un incrément ΔF est représenté. (c) Distribution des avalanches simulées : nombre d'avalanches enregistrées n_Δ en fonction de leur taille Δ . (d) Calcul de la taille d'une avalanche pour une traction contrôlée en force. (e) Calcul de la taille d'une avalanche pour une traction contrôlée en déplacement. La flèche en pointillée montre une avalanche de taille Δ' qui est incluse dans l'avalanche de taille Δ	54
Figure 1 - 15 :	Différences de géométrie entre le FBM classique et le modèle ZIP.....	56
Figure 1 - 16 :	Les constituants du bois et leur taille caractéristique (Hoffman and Jones 1989).....	58
Figure 1 - 17 :	(a) Morceaux de bois utilisés pour préparer la pâte. (b) fibres d'une pâte obtenue par traitement chimique. (c) fibres d'une pâte obtenue par traitement mécanique. (Gustafsson and Niskanen 2012)	59
Figure 1 - 18 :	Procédé industriel de fabrication du papier. La pâte à papier est injectée sur une toile sans fin et subie différentes opérations unitaires.....	60
Figure 1 - 19 :	Description du formeur de feuilles de type Rapid-Köthen.....	61
Figure 1 - 20 :	(a) Mesure de l'épaisseur apparente t_{app} . (b) Mesure de l'épaisseur effective t_{eff} (d'après la méthode SCAN P-88 :01)	62
Figure 1 - 21 :	Images de papiers éclairés par transmission (a) formation uniforme (b) formation hétérogène.	64
Figure 1 - 22 :	Illustration des différentes échelles présentes dans le matériau papier.....	66

<i>Figure 1 - 23 : Courbe de traction avec décharge en contrainte-déformation (σ vs. ϵ) typique du papier. Le régime élastique linéaire (I), élastique non linéaire (II) et plastique (III) sont représentés ainsi que les déformations élastiques ϵ_e et plastiques ϵ_p.....</i>	<i>68</i>
<i>Figure 1 - 24 : Courbes de traction en contrainte-déformation dans les sens marche (MD) et travers (CD) (Gustafsson and Niskanen 2012).....</i>	<i>69</i>
<i>Figure 1 - 25 : (a) Courbe de charge-décharge en traction avec d'un papier dans les directions MD et CD (Niskanen and Karenlampi 1998). La contrainte est normalisée par le module d'Young (b) Courbe de traction du papier pour différents taux de déformation. (Gustafsson and Niskanen 2012). F/w correspond à la force linéique avec w la largeur de l'échantillon.</i>	<i>69</i>
<i>Figure 1 - 26 : (a) Variabilité de grammage d'un papier éclairé par transmission. (b) Thermographie de l'échantillon à 6% de déformation globale. (c) Superposition à l'échelle de la thermographie et de la variabilité de grammage. (Hagman 2016).....</i>	<i>70</i>
<i>Figure 1 - 27 : Influence de la taille de l'échantillon sur la courbe de traction (Tryding 1996)</i>	<i>72</i>
<i>Figure 1 - 28 : FPZ d'échantillons de papier réalisés par un formeur de feuilles et imbibés de silicone (a) FPZ avant la propagation de la fissure (b)FPZ après rupture complète de l'échantillon (Gustafsson and Niskanen 2012)</i>	<i>72</i>
<i>Figure 1 - 29 : (1) échantillon avant la traction (2) répartition des flocs (en rouge) et des antiflocs (en bleu). (3) échantillons endommagés. (4) courbes de traction associées. (Krasnoshlyk et al. 2018a).....</i>	<i>74</i>
<i>Figure 1 - 30 : Prévisions de la LEFM (vert) et du modèle d'endommagement non local (bleu) de la force au pic (échelle normalisée) pour des échantillons de largeur b et de longueur d'entaille a. Les résultats expérimentaux sont représentés en rouge (Hägglund and Isaksson 2006).....</i>	<i>75</i>
<i>Figure 1 - 31 : (a) Courbes de traction et activités acoustiques associées dans deux essais de traction à taux de déformation différents (Salminen et al. 2002). (b) Énergie cumulée normalisée de l'activité acoustique en fonction de la distance à la contrainte critique σ_c. (c) Distribution en énergie E des évènements de rupture. (Rosti et al. 2010)</i>	<i>76</i>
<i>Figure 2 - 1 : Structure multi-échelles du papier. Echelle macroscopique : Images de papiers éclairés par transmission avec l'analyseur de formation Techpap®. (haut) papier avec formation uniforme (bas) papier avec formation hétérogène. Echelle mésoscopique : Image au microscope optique en transmission. Correspond à l'échelle de la formation. L'échelle microscopique : Tomographie à rayons X du papier. Correspond à l'échelle de la taille des fibres.</i>	<i>82</i>

- Figure 2 - 2 : Photographies des montages des échantillons sur différents tomographe. (a) microtomographe du Laboratoire 3SR : Les échantillons sont montés verticalement sur un porte-échantillon en carton collé directement sur la plateforme du tomographe. Une fenêtre a été découpée dans le porte-échantillon. (b) tomographe de l'ESRF : Les échantillons sont montés horizontalement et collés au porte-échantillon vertical à l'aide d'un adhésif double-face. 83
- Figure 2 - 3 : Illustration du processus de segmentation des images issues des scans par tomographie. (a) Images initiales en niveaux de gris dans l'épaisseur (en haut) et dans le plan de l'échantillon (en bas). (b) Histogramme de l'image en niveau de gris avec le seuil choisi pour la segmentation (en haut). Dans l'image en niveaux de gris, seuls les voxels dont le niveau de gris est supérieur au seuil sont coloriés en rouge (en bas). (c) Images binaires correspondantes après segmentation. Les zones blanches correspondent aux fibres, les zones noires correspondent aux pores. Le profil typique de porosité dans l'épaisseur est représenté à droite. 85
- Figure 2 - 4 : Etapes successives de la méthode par « rolling ball ». (a) Image originale segmentée où les fibres sont indiquées en rouge. La « rolling ball » est représentée schématiquement ainsi que la ligne délimitant l'enveloppe de l'échantillon. (b) Carte de distance sur la phase vide. (c) Carte de distance segmentée par un seuil R . La valeur du seuil (nombre de voxels) correspond au rayon de la « rolling ball ». (d) Carte de distance. (e) Carte de distance segmentée par le seuil R . (f) Résultat final montrant les fibres et l'enveloppe. 86
- Figure 2 - 5 : Description de l'algorithme utilisé pour déterminer l'orientation des fibres. L'algorithme suivant est appliqué à chaque tranche ($l \times l \times \Delta z$) dans l'épaisseur de l'échantillon. Δz est la taille d'un voxel et l la taille de la section du plan analysée. (1) $\forall \theta \in [0, 180^\circ]$, la tranche est filtrée par un élément structurant ligne de longueur L voxels et faisant un angle θ avec l'axe x . (2) Calcul de l'absorption $A_b(\theta)$ pour chaque tranche comme la fraction restante des voxels de la phase des fibres (3) Calcul de l'orthotropie $O_r(\theta)$ pour chaque tranche. (4) Les valeurs du maximum d'orthotropie $O_{r_{max}}$ et de l'angle correspondant θ_{max} sont déterminées. (5) Evolution selon z de $O_{r_{max}}$ et de θ_{max} . Ces deux évolutions sont respectivement appelées « profil d'orthotropie » et « profil d'orientation » de l'échantillon. 88
- Figure 2 - 6 : Courbe représentative d'un variogramme $\gamma(\mathbf{h})$ (forme arbitraire pour l'exemple) pour un champ aléatoire stationnaire et isotrope. Le « range\palier » et « still\portée » sont les paramètres du variogramme. L'hypothèse de stationnarité implique que le variogramme est borné et croit jusqu'à un palier, qui est égal à la variance du champ σ^2 dans le cas isotrope. 90
- Figure 2 - 7 : (a) Illustration du calcul de γ_x pour $h = 2$ et un domaine d'étude de taille 4×4 . Les paires de mesures distantes de h sont coloriées chacune avec une couleur différente. Dans ce cas, le nombre de paires de mesures distantes de h , $N(h) = 8$. Le début du

calcul de la somme est détaillé et chaque terme est colorié en fonction de la paire de mesures utilisée. (b) variogramme expérimental $\gamma(h)$ pour un champ aléatoire stationnaire et isotrope (en vert) et modèle calé au variogramme expérimental (en bleu). Le « range\palier », « still\portée » et « nugget effect\effet de pépite » sont les paramètres du variogramme. Le domaine d'étude D est de taille t_D . Au-delà de $h = t_D/2$ les points du variogramme ne sont plus assez représentatifs pour y déterminer les paramètres du modèle. 92

Figure 2 - 8 : Courbes représentatives des modèles exponentiel et Cauchy généralisé. Dans le cas présent, le modèle exponentiel est plus adapté pour approcher la courbe expérimentale. Les portées pratiques à 95% respectives sont représentées en pointillés. 93

Figure 2 - 9 : Préparation des échantillons et dispositif de traction. (a) Les floccs et les antifloccs sont repérés visuellement puis découpés sur une feuille du papier utilisé. (b) Géométrie des échantillons. La largeur w de l'échantillon n'est pas constante d'une éprouvette à une autre mais est de l'ordre de 8 mm. La partie utile de chaque échantillon a un rapport d'aspect égal à 1. (c) Montage des échantillons dans la machine de traction. 95

Figure 2 - 10 : (a) Image en niveaux de gris du papier éclairé en transmission. (b) Histogramme des niveaux de gris correspondant. (c) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe x est approximé par un modèle exponentiel. La portée pratique h_p à 95% du palier est obtenue. (d) Zoom sur la première partie du variogramme : $\gamma(0 < h < 10 \text{ mm})$ selon l'axe x . Une rupture de pente (en bleu) est observée. 96

Figure 2 - 11 : Analyse de la variabilité d'épaisseur du flocc F1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier (= 127 μm). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins 16 μm i.e. 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (c) Profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y . (d) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe y est approximé par un modèle de Cauchy généralisé. La portée pratique h_p à 95% de l'asymptote est obtenue (e) Variogramme $\gamma(0 < h < 1 \text{ mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire. 99

Figure 2 - 12 : Analyse de la variabilité d'épaisseur de la transition flocc-antiflocc T1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier (= 126 μm). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins 16 μm i.e. 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (c) Profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y . (d) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe y est approximé par un modèle de Cauchy généralisé. La portée pratique h_p à 95% de l'asymptote est obtenue (e) Zoom sur la

première partie du variogramme $\gamma(0 < h < 1\text{mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire.101

Figure 2 - 13 : Analyse de la variabilité d'épaisseur de l'antifloc AF1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier (= 127 μm). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins 16 μm i.e. 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (d) Variogrammes γ selon les axes x et y . (c) Profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y . (e) Variogramme $\gamma(0 < h < 1\text{mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire.102

Figure 2 - 14 : Epaisseurs issues de la mesure standard et de la méthode de la rolling ball. (a) Fonctions de répartitions de l'ensemble des mesures réalisées selon des mesures standards sur des échantillons de papier de grammage 60 g.m^{-2} pour un temps d'amortissement de la turbulence de 60 s i.e. papier avec formation hétérogène (courbe bleue continue) et pour un temps d'amortissement de la turbulence de 0s i.e. papier avec formation homogène (courbe bleue pointillée). Les valeurs moyennes $\mu_{60\text{s}}$ et $\mu_{0\text{s}}$ et les écart-types $\sigma_{60\text{s}}$ et $\sigma_{0\text{s}}$ de ces distributions, sont ajoutées. (b) Même graphique en rajoutant les mesures d'épaisseur (la ligne noire pour la moyenne et son enveloppe intérieure correspondant à plus ou moins un écart-type) réalisées avec la méthode de la rolling ball pour le floc F1 et l'antifloc AF1. L'enveloppe extérieure en jaune représente l'incertitude de mesure due à la taille de voxel des images (2 fois la taille d'un voxel).103

Figure 2 - 15 : (a, b) Représentation 3D des échantillons d'antifloc AF2 (a) et de floc F2 (b). Les tranches utilisées pour la détermination du VER sont représentées en couleurs. (c, d) Porosité en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse pour les échantillons AF2 (c) et F2 (d). Une tranche est représentée avec un exemple de fenêtre d'analyse (carré jaune) pour illustration.105

Figure 2 - 16 : Profils de porosité dans l'épaisseur (échelle normalisée par l'épaisseur e de l'échantillon). La zone $a < z/e < b$ est appelée le cœur de l'échantillon (porosité constante). L'insert représente les profils de porosité sans normalisation de l'épaisseur.106

Figure 2 - 17 : Analyse de l'absorption du filtre dans le cœur des échantillons AF2 et F2. (a) Profil d'absorption $A_b(\theta)$ pour la tranche $z/e=0.4$ avec une longueur de filtre $L = 45,5 \mu\text{m}$ et l'angle θ exprimé en degrés. Les images filtrées correspondantes aux points 1, 2, 3, et 4 sont affichées. Les flèches rouges montrent des portions de fibres entièrement conservées par le filtrage. (b, c) Influence de L sur les absorptions A_b moyenne,

maximale et minimale. Le contraste est défini comme la différence entre les valeurs maximales et minimales de l'absorption. (d) Profil des absorptions moyenne, maximale et minimale selon l'épaisseur (échelle normalisée par l'épaisseur e de l'échantillon). Le profil est tracé uniquement dans le cœur de l'échantillon.108

Figure 2 - 18 : (a) Profil d'orthotropie des éléments des plus longues fibres selon l'épaisseur. (c) Profil d'orientation des éléments des plus longues fibres selon l'épaisseur (pour le flocc). Les profils sont tracés en ne considérant que le cœur de l'échantillon.109

Figure 2 - 19 : Distribution des modules d'Young apparents des échantillons de floccs et d'antifloccs en fonction de leur grammage.....111

Figure 2 - 20 : Fonctions de répartitions cumulées des modules d'Young des floccs et des antifloccs. Les fonctions de répartitions sont approximées par une loi lognormale.....112

Figure 3 - 1 : Géométrie des échantillons et dispositifs de traction pour les séries 1, 2 et 3. (a) Géométrie des échantillons. La partie utile des échantillons mesure $h \times w$ (hauteur et largeur). Pour les échantillons entaillés, une entaille de longueur a est faite à mi-hauteur sur le côté droit. (b) Dispositif de traction (pour les séries 1 et 2). L'échantillon est maintenu par des mors pneumatiques. (c) Dispositif de traction synchronisé avec caméra (pour la série 3). L'échantillon est maintenu par des mors mécaniques. Une caméra enregistre les images de l'échantillon éclairé par transmission à l'aide d'un panneau LED.119

Figure 3 - 2 : Dispositif de traction pilotée en ouverture de fissure par extensomètre optique (pour la série 4) (a) Géométrie de l'échantillon. Une entaille de longueur a est faite à mi-hauteur. Des points de contrôle utilisés par l'extensomètre sont dessinés de part et d'autre de l'entaille. (b) L'échantillon est monté sur la machine de traction par des mors hydrauliques. Un panneau LED éclaire les points de contrôle. Un extensomètre optique (caméra et dispositif de traitement d'images) permet de contrôler la traction selon la distance d_t entre les points de contrôle.....120

Figure 3 - 3 : Illustration du traitement d'image pour visualiser la FPZ. (a) A et B sont deux images optiques de l'échantillon en niveaux de gris prises successivement au cours d'un essai de traction (i.e. pour deux déformations ϵ et $\epsilon + \Delta\epsilon$). La différence de ces images montre les zones qui s'assombrissent (en bleu) et qui s'éclaircissent (en rouge). (b) Zoom sur le voisinage de la pointe de fissure. La fissure correspond à une zone qui s'éclaircit. Une zone bleue s'étend à l'avant de la pointe de fissure. Cette zone est appelée FPZ active. Les artefacts sont dus à la déformation élastique du papier. (c) Courbe de traction de l'essai. Les instants correspondants aux images A et B sont rajoutés sur la courbe.....122

Figure 3 - 4 : Etapes successives du traitement d'image pour approximer la FPZ par une ellipse. (a) Différence d'images originale. (b) Filtre moyennneur. (c) La direction locale de la

fissure est obtenue à partir du chemin final de la fissure (image de l'échantillon entièrement fissuré). (d) Seuillage. (e) Calage de la zone seuillée par une ellipse. Le grand axe de l'ellipse est pris selon la direction locale de la fissure. (f) Image originale avec l'ellipse calée. L'aire de la FPZ correspond à l'aire de l'ellipse et la largeur de la FPZ correspond au petit axe de l'ellipse.123

Figure 3 - 5 : Courbes de traction pour : (a) des échantillons non entaillés (série 1). (b) des échantillons entaillés (série 2). Les imagettes montrent l'état des échantillons à différents instants de l'essai. Les QR codes permettent d'avoir accès aux liens YouTube pour les vidéos des essais.124

Figure 3 - 6 : (a) Courbe de traction. Les différences d'images permettant de voir l'évolution de la FPZ active sont affichées à différents instants de l'essai. Le QR code permet d'avoir accès au lien YouTube pour l'évolution de la FPZ au cours du post-pic. (b) Dimensions de la FPZ (aire et largeur) en fonction de la chute de contrainte normalisée $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points d'acquisition successifs sur le courbe de traction, où σ_0 est la résistance à la traction. L'aire est proportionnelle à la chute de contrainte et de coefficient $1/\varphi_s = 90 \text{ mm}^2$. La loi d'évolution de la largeur est exponentielle et bornée par sa valeur limite l_{FPZ} . L'insert montre le profil typique de la FPZ pour différentes chutes de contrainte. Le QR code permet d'avoir accès au lien YouTube pour l'évolution de la FPZ au cours du post-pic en se plaçant dans le référentiel de la pointe de fissure.125

Figure 3 - 7 : Comparaison des courbes de traction dans le sens machine (MD) pour un essai sur l'Instron et la machine de traction hydraulique MTS.127

Figure 3 - 8 : Courbe de traction pour un essai piloté en ouverture de fissure (échantillon de la série 4).128

Figure 3 - 9 : Représentation schématique d'un échantillon : (a) sans entaille. (b) avec entaille.130

Figure 3 - 10 : (a) Exemple de cartographie de module d'Young (échelle arbitraire) (b) Image en niveaux de gris du papier éclairé en transmission. (c) Fonction de répartition d'une population de 19 flocs et 19 antiflocs. La fonction de répartition est approximée par une loi lognormale. (d) Variogrammes normalisés γ_{norm} selon l'axe x des cartographies (a) et (b). La portée pratique u_{port} de la distribution expérimentale est indiquée.132

Figure 3 - 11 : a) Courbe de traction expérimentale du papier. L'énergie de fissuration w_f correspond à l'aire en gris. L'énergie élastique stockée au pic est représentée en hachurée et l'énergie de déformations plastiques w_p est représentée en blanc. b) Transformation de la courbe de traction initiale en lui retranchant les déformations plastiques égales à $\epsilon - \sigma/E$ (E est le module d'Young) sur la partie pré-pic.134

Figure 3 - 12 : a) Loi de comportement simplifiée en négligeant la partie plastique. b) Loi de comportement simplifiée en négligeant la partie élastique non linéaire. L'asymptote à

- l'origine (droite en pointillés) permet de déterminer l'évolution des déformations plastiques ϵ_p et des déformations élastiques ϵ_e135*
- Figure 3 - 13 : Réalisations de quatre champs de module d'Young, toutes choses égales par ailleurs, engendrées par la méthode des bandes tournantes.135*
- Figure 3 - 14 : Calage du paramètre B_{tra} pour les réalisations de champs de module d'Young n°1, 2, 3 et 4. Les courbes sont comparées à trois des essais expérimentaux (courbes équivalentes élasto-endommageable). Dans chaque cas, le trajet de fissure pour $B_{tra} = 40$ est tracé sur les réalisations de champs de module d'Young.136*
- Figure 3 - 15 : Ligne du haut, Réalisations de champs de modules d'Young. Ligne du bas, endommagement local au pic.138*
- Figure 3 - 16 : Trajets de fissure sur les réalisations de module d'Young engendrées. La cartographie d'endommagement local pour $0,6 < D < 1$ est superposée à la cartographie de module d'Young (le chemin de fissure correspond aux zones où l'endommagement local est égal à 1). Les distributions 1, 2 et 4 ont des branches de fissures qui n'ont pas encore totalement fusionnées (flèches rouges).138*
- Figure 3 - 17 : Influence du raffinement du maillage sur les résultats. (a) Courbes de l'essai de traction sur la génération n°3 avec des maillages de 50×20 et 75×30 éléments. (b) Ligne du haut, réalisations de champs de module d'Young. Ligne du bas, Endommagement local au pic de traction.139*
- Figure 3 - 18 : Evolution de l'endommagement local sur un échantillon entaillé pour différentes longueurs internes l_c . La cartographie d'endommagement local pour $0,6 < D < 1$ est superposée à la cartographie de module d'Young. Le chemin de fissure correspond aux zones où l'endommagement local est égal à 1. Les flèches rouges montre la partie de la trajectoire de la fissure qui est modifiée suivant la valeur de la longueur interne. Les courbes de traction associées à ces cartographies ($a_{2,4,6}/b_{2,4,6}/c_{2,4,6}/d_{2,4,6}$) sont tracées sur la Figure 3-19.140*
- Figure 3 - 19 : (a) Courbe de traction de l'échantillon entaillé pour différentes longueurs internes l_c . Pour chaque courbe, les points de mesures servant à calculer l'évolution de la FPZ active sont repérés par les points rouges ($a_{2,4,6}/b_{2,4,6}/c_{2,4,6}/d_{2,4,6}$). Les imageries montrent quelques exemples de différences d'images pour $l_c = 6$ mm. (b) Aire de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points de mesure (en rouge). σ_0 est la résistance à la traction. La pente trouvée expérimentalement est tracée ici pour comparaison. Les coefficients de corrélation R^2 pour chaque régression linéaire sont affichés.141*
- Figure 3 - 20 : Etude de l'influence de la longueur interne l_c sur la largeur de la FPZ active. (a) Coefficient $1/\varphi_s$ de la pente reliant chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ à l'aire de la FPZ active vs. longueur interne l_c . (b) représentation schématique d'une avancée de fissure de largeur de FPZ l_{FPZ} sur une longueur Δl . (c) Largeur de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points de mesure pour différentes*

longueurs internes. σ_0 est la résistance à la traction. Les asymptotes horizontales représentent pour chaque courbe la largeur de la FPZ $l_{FPZ} = 1,24l_c$. Pour $l_c = 4$ et 6 mm , les distributions de points sont approximées par une loi exponentielle.142

Figure 3 - 21 : Méthodologie d'obtention de la distribution de chute de contrainte. (a) Définition d'une chute de contrainte de taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ normalisées par la valeur au pic entre deux points de mesure consécutifs (i.e. pour un incrément de déformation $\Delta\epsilon$ donné). (b) Exemple de distribution des chutes de contraintes du post-pic pour illustration. Avec $N\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)$ le nombre de chutes de contraintes d'amplitude $\Delta\sigma/\sigma_0$147

Figure 3 - 22 : Courbe de traction expérimentale. L'insert montre un zoom sur la queue de la courbe de traction.148

Figure 3 - 23 : Etude de la distribution de chute de contrainte du bruit de mesure du capteur de force (a) Bruit du capteur de force obtenu en faisant une traction à vide. (b) Illustration de la définition des chutes de contraintes. Ici σ_0 a une valeur arbitraire. (c) Profil typique de la distribution de chutes de contraintes du bruit. $\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$ correspond à la plus grande amplitude calculée pour le bruit.149

Figure 3 - 24 : Distributions du nombre $N\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)$ de chute de contrainte en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour des échantillons de $3,5 \times 2 \text{ cm}^2$ sans entaille dont : la fissuration se fait sans propagation de fissure (a), avec propagation de fissure (b). Le critère $A_{max \text{ bruit}}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II) (C) Images des échantillons correspondants à différents instants de la fissuration. La flèche rouge montre l'endroit où s'amorce la fissure. Les QR codes permettent l'accès aux vidéos de l'essai.150

Figure 3 - 25 : Distributions du nombre $N\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)$ de chutes de contraintes en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour des échantillons de $3,5 \times 2 \text{ cm}^2$ avec entaille dont : la fissuration se fait sans propagation de fissure (a), avec propagation de fissure (b). Le critère $A_{max \text{ bruit}}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II) (C) Images des échantillons correspondants à différents instants de la fissuration. Les QR codes permettent l'accès aux vidéos de l'essai.151

Figure 3 - 26 : Références bibliographiques montrant les différents profils des distributions d'avalanches. En fonction du type d'endommagement (a) Distribution d'avalanches comptées comme la puissance dissipée P dans la rupture d'une roche reconstituée avec propagation de fissure (Barés et al. 2014). (b) Distribution d'avalanches d'un Fiber

Bundle Model classique (Pradhan et al. 2010). (c) Distribution d'avalanches dans le modèle ZIP (Delaplace et al. 2001).....152

Figure 4 - 1 : Représentation schématique du modèle ZIP avec N fibres. L'unité de distance est prise égale à la distance inter-fibres δ_f . La position du coin est $u(t)$ et déforme progressivement la poutre suivant une loi exponentielle de taille caractéristique ξ ...159

Figure 4 - 2 : Fonction de répartition CDF(Δ) des avalanches simulées de taille Δ comptées sur un nombre total de fibres $N = 5 \times 10^5$ fibres avec $M = 10^6$ termes dans la décomposition de Karhunen-Loève : (a) Pour la plus grande valeur simulée de longueur d'autocorrélation b ($= 10^2$). (b) Pour la plus grande valeur simulée de ξ ($= 10^4$). (c) Pour la plus petite valeur simulée de longueur d'autocorrélation b ($= 10$). (d) Pour la plus petite valeur simulée de ξ ($= 10^2$). (e) Représentation schématique de l'importance des effets de la corrélation spatiale selon b et ξ . Les lignes pleines représentent les tendances mises en évidence par les graphiques. La ligne pointillée représente la tendance globale. Les inserts à droite représentent l'apparence du matériau simulé.....164

Figure 4 - 3 : Résultats des avalanches simulées sur $N = 5 \times 10^5$ fibres. (a) Fonction de répartition des avalanches pour $b = 1$, valeur considérée comme étant une corrélation négligeable. (b) Distribution d'avalanches associée à la fonction de répartition comparée aux résultats de Delaplace (Delaplace et al. 2001). $p(\Delta)$ est la probabilité d'une avalanche de taille Δ166

Figure 4 - 4 : Résultats des avalanches simulées sur $N = 5 \times 10^5$ fibres avec $M = 10^6$ termes dans la décomposition de Karhunen-Loève. Distribution d'avalanches : (a) à une faible valeur de corrélation spatiale b ($= 10$) (gauche) et un zoom sur le régime transitoire (droite). (b) à une grande valeur de corrélation spatiale b ($= 10$) (gauche) et un zoom sur le régime transitoire (droite). Les points de décollement D et de rattachement A sont ajoutés aux courbes (c) Points de détachement et de rattachement en fonction de la taille caractéristique de la zone active ξ pour $b = 10$ et $b = 100$. $p(\Delta)$ est la probabilité d'une avalanche de taille Δ168

Figure An - 1 : Distributions du nombre $N\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)$ de chutes de contraintes en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour les 6 échantillons de la série 1 (sans entaille). Le critère A_{\max} bruit sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est donc moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II).179

<i>Figure An - 2 : Distributions du nombre $N\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)$ de chutes de contraintes en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour les 6 échantillons de la série 2 (avec entaille). Le critère $A_{\max\text{bruit}}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est donc moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II).</i>180
<i>Figure An - 3 : Résidu $Res_M(\Delta)$ pour la distribution d'avalanches avec $N = 5 \times 105$, $\xi = 10000$ et $b = 10$ tracée pour différents nombres de termes M dans la décomposition de Karhunen-Loève.</i>181
<i>Figure An - 4 : Résidu $Res_N(\Delta)$ pour la distribution d'avalanches avec $N = 5 \times 105$, $\xi = 10000$ et $b = 10$.</i>182

Liste des tableaux

Tableau 2 - 1 : Paramètres d'acquisition des tomographies. e est l'épaisseur de l'échantillon scanné. 84

Tableau 3 - 1 : Propriétés et dimensions des différents échantillons utilisés. h et w représentent respectivement la hauteur et la largeur des échantillons. Le temps d'amortissement de la turbulence est donné lorsque les échantillons sont générés par le procédé Rapid-Köthen.118

Introduction générale

Les phénomènes de rupture se retrouvent tout autour de nous. Ils sont parfois recherchés mais le plus souvent, on cherche à les éviter. La rupture de barrages, l'effondrement de ponts, les détachements de blocs rocheux et la prévision de séismes sont autant d'exemples montrant l'importance de pouvoir répondre à ces problématiques dans un monde où l'homme agit de plus en plus sur son environnement.

Ces questions sont étudiées depuis plusieurs centaines d'années. Déjà Léonard De Vinci s'intéressa aux phénomènes de rupture en étudiant la force à rupture pour des cordes de même section mais de différentes longueurs. Il trouva un résultat qui va à l'encontre de notre intuition : la force à rupture décroît avec la longueur de la corde. En considérant le matériau comme homogène et les cordes de sections égales, la force à rupture devrait être la même. Ce n'est qu'en 1920 que Griffith comprit que l'endommagement était déclenché par les défauts du matériau. Cette observation est à la base de la mécanique linéaire élastique de la rupture. Dans le cas de l'expérience de De Vinci, plus la corde est longue, plus la probabilité de trouver un défaut est importante. Ce qui sera plus tard appelé « effet d'échelle statistique » met en avant un résultat fondamental : les hétérogénéités jouent un rôle essentiel dans le phénomène de rupture.

Tous les matériaux possèdent une (ou des) échelle(s) où leurs propriétés ne peuvent pas être considérées comme homogènes. Par conséquent, tous les matériaux sont hétérogènes à une certaine échelle d'observation. Cette hétérogénéité est à l'origine de points faibles dans le matériau où s'amorcera préférentiellement l'endommagement.

En fonction de leurs constituants, on distingue trois comportements à rupture. Le comportement *fragile*, que l'on retrouve pour la rupture du verre par exemple, est une rupture brutale dès que le matériau sort de sa limite élastique. Le comportement *ductile* correspond à une rupture à la suite de déformations plastiques, c'est notamment le cas pour les alliages métalliques. La rupture dite *quasi-fragile* qui s'observe pour des matériaux possédant de nombreuses échelles d'hétérogénéités. Dans cette thèse, nous ne nous intéresserons qu'au troisième de ces comportements. Pour ces matériaux, l'endommagement se fait de manière progressive. La fissuration à l'échelle macroscopique (échelle de la structure) se manifeste par des apparitions, des arrêts et des coalescences de microfissures localisées dans une zone d'endommagement autour de la fissure principale.

La rupture quasi-fragile se retrouve dans de nombreuses applications comme les détachements de blocs rocheux, la rupture du bois ou la problématique de la résistance des ouvrages de génie civil par exemple. Comprendre la formation de la zone d'endommagement est donc un enjeu majeur pour la compréhension, la modélisation et la prévision de l'évolution de l'endommagement aux différentes échelles du matériau.

Le cœur de la mécanique linéaire élastique de la rupture est de considérer que la zone où l'endommagement se produit est réduit à la pointe de fissure. Bien qu'acceptable pour la rupture fragile, cette hypothèse est particulièrement fautive dans le cas de la rupture quasi-fragile car la zone d'endommagement ne peut pas être négligée. Il est donc nécessaire d'utiliser d'autres théories pour modéliser cet endommagement.

On peut distinguer deux classes de modélisations de la rupture quasi-fragile. D'une part, les approches mésoscopiques représentent explicitement les hétérogénéités du matériau. Malgré la reproduction fidèle du matériau, cette approche ne peut pas être appliquée à la modélisation de grandes structures, nécessitant des puissances de calcul qui ne sont actuellement pas accessibles. Par exemple en génie civil, il faudrait représenter chaque granulats ($\sim 1\text{cm}$) présent dans le béton sur toute une structure de l'ordre de plusieurs centaines de mètres. D'autre part, on trouve les modèles d'endommagement continus non locaux. Dans ces modèles, les propriétés du matériau sont homogénéisées : un matériau équivalent homogène est alors considéré. Les hétérogénéités n'y sont pas représentées explicitement mais la zone d'endommagement est déterminée par la longueur interne du modèle. On touche ici le cœur du problème de la modélisation non locale. En effet, si la longueur interne permet de représenter l'endommagement à l'échelle microscopique, à ce jour on ne sait pas relier directement cette valeur aux caractéristiques du matériau.

La plupart des matériaux quasi-fragiles (béton, roches,...) sont totalement opaques à la lumière visible. À défaut de pouvoir observer directement la zone d'endommagement au cours de la rupture, la longueur interne est actuellement calibrée par problème inverse sur des courbes expérimentales. En d'autres termes la longueur interne, paramètre essentiel de la microfissuration, est déterminée par ses effets à l'échelle macroscopique plutôt que par la physique présente à l'échelle de la zone d'endommagement.

Afin de faire le lien entre la longueur interne et les longueurs caractéristiques d'un matériau, on a souhaité travailler sur un matériau permettant de visualiser à la fois sa microstructure et le développement de la zone d'endommagement. Le papier, matériau quasi-fragile, est un bon candidat. À l'échelle microscopique, ce matériau est constitué d'un réseau complexe de fibres de cellulose liées entre elles par des liaisons hydrogène. En fonction du procédé de fabrication, les fibres peuvent être réparties de manière plus ou moins homogène. Des agrégats de fibres, appelés « floes » (et leurs compléments, les « antifloes »), apparaissent. Une des particularités du papier est qu'il laisse passer la lumière. On peut ainsi voir la projection de ces agrégats de fibres en éclairant par transmission une feuille de papier.

Objectifs de la thèse

L'objectif de cette thèse est d'utiliser le papier comme un matériau modèle afin d'étudier l'influence des hétérogénéités (flocs et antiflocs) sur les processus de fissuration.

Comme le papier est le matériau d'étude de cette thèse, le premier objectif est de pouvoir caractériser ses comportements mécaniques et les propriétés structurales aux échelles macroscopiques et mésoscopiques (flocs et antiflocs). L'intérêt de cet objectif est multiple : il permettra une meilleure compréhension du rôle des flocs et des antiflocs dans l'endommagement mais aussi d'avoir accès aux propriétés mécaniques et structurales locales (modules d'Young locaux et tailles caractéristiques) afin d'introduire une modélisation numérique de la mésostructure du papier.

Le deuxième objectif est de visualiser la propagation de fissures au sein du papier. Il s'agit là d'avoir accès à une observation directe de la zone d'endommagement qui reste inaccessible en utilisant d'autres matériaux comme le béton. Cette observation permettra de déterminer les caractéristiques géométriques de la zone d'endommagement au cours de la rupture.

Le troisième objectif est d'identifier les longueurs caractéristiques pertinentes dans un matériau hétérogène qui influent sur le développement de l'endommagement.

Enfin, le quatrième objectif est de proposer une méthode pour calibrer la longueur interne des modèles non locaux à partir des observations directes de la zone d'endommagement.

Organisation du manuscrit

Pour répondre à ces objectifs, le manuscrit est articulé en quatre parties présentées ci-dessous.

Le chapitre 1 présente l'état de l'art sur les phénomènes de rupture et sur le matériau papier. Dans un premier temps, la mécanique linéaire élastique de la rupture, première des théories de l'endommagement, est d'abord présentée. Les caractéristiques des matériaux quasi-fragiles sont ensuite décrites et permettent de comprendre pourquoi la théorie précédente ne peut pas être applicable pour ces matériaux. Les différentes modélisations existantes pour les matériaux quasi-fragiles sont alors présentées en pointant leurs limites et les verrous scientifiques associés. La seconde partie traite des apports de la physique statistique sur les phénomènes de rupture. L'exemple de l'émission acoustique sert à mettre en évidence des lois puissances présentes lors de la rupture mais qui peuvent également être retrouvées en étudiant les fluctuations dans les courbes de traction expérimentalement ou théoriquement en utilisant les Fiber Bundle Models (modèles pour une étude statistique de l'endommagement). La troisième partie présente le matériau papier en décrivant ses constituants, ses propriétés mécaniques et son comportement à l'endommagement.

Dans le chapitre 2, une étude multi-échelles de la structure et des propriétés mécaniques des flocs et des antiflocs est exposée. La caractérisation structurale se base sur des microtomographies à rayons X de flocs et d'antiflocs. Une méthode originale pour déterminer l'orientation des fibres dans l'épaisseur est en particulier présentée à l'échelle microscopique. Les distributions de module d'Young des flocs et des antiflocs sont également obtenues. Les contributions de ce chapitre permettent de mieux comprendre le rôle de la mésostructure et d'avoir accès aux propriétés mécaniques locales qui serviront dans le modèle numérique utilisé dans le chapitre suivant.

Le chapitre 3 s'intéresse au développement de la zone d'endommagement lors de la rupture macroscopique du papier. Une étude expérimentale est d'abord menée pour des essais de traction filmés sur des échantillons avec ou sans entaille. Une méthode de reconnaissance de la zone d'endommagement est développée. L'analyse conjointe des courbes de traction et de l'observation directe de la zone d'endommagement permet de mettre en évidence deux régimes dans son développement. Un modèle numérique est ensuite implémenté en utilisant un modèle d'endommagement continu non local. La mésostructure du papier est introduite par un champ aléatoire corrélé spatialement sur la base des propriétés mécaniques trouvées dans le chapitre 2. Les outils développés pour l'étude expérimentale de la zone d'endommagement y sont adaptés et appliqués afin de permettre une calibration de la longueur interne à partir d'observations directes. Enfin, l'analyse des essais expérimentaux s'est concentrée sur le régime post-pic des courbes de traction. Une méthode d'analyse statistique provenant des Fiber Bundle Models est adaptée à ces courbes de traction et permettent également de mettre en évidence deux régimes.

Dans le dernier chapitre, l'endommagement est étudié statistiquement en utilisant le « modèle ZIP », un Fiber Bundle Model mimant une propagation de fissure dans un milieu hétérogène. Etudier de telles statistiques par une approche expérimentale demanderait des tailles d'échantillons trop importantes, c'est donc une approche théorique qui est menée dans ce chapitre. L'objectif est d'étudier l'influence des hétérogénéités sur la distribution statistique des événements de ruptures. Dans de précédentes études, ce modèle a montré son intérêt afin d'étudier la propagation de fissure dans le cas d'un matériau sans corrélation spatiale des propriétés mécaniques. Dans cette thèse, ce modèle est complété par une corrélation spatiale sur ses propriétés mécaniques afin de générer des hétérogénéités de différentes tailles.

Les conclusions et perspectives terminent ce manuscrit.

Chapitre 1

Etat de l'art

Table des matières

1.1.	Introduction	32
1.2.	Fissuration des matériaux quasi-fragiles	32
1.2.1.	Généralités sur la fissuration des matériaux : la Mécanique linéaire élastique de la rupture.....	32
1.2.2.	Comportement à rupture des matériaux quasi-fragiles	35
1.2.3.	Principales approches de modélisation des matériaux quasi-fragiles.....	37
1.3.	Mécanismes de fissuration des matériaux quasi-fragiles à l'échelle de la microstructure : les apports de la physique statistique.....	47
1.3.1.	Distributions spatiale et temporelle des évènements de rupture.....	49
1.3.2.	Les Fiber Bundle Models (modèles à faisceaux de fibres).....	54
1.4.	Le matériau papier	57
1.4.1.	Le papier : un matériau multi-échelles.....	58
1.4.2.	Propriétés mécaniques du papier avant endommagement	67
1.4.3.	Comportement à la rupture du papier.....	71
1.5.	Conclusions	77

1.1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif de présenter le cadre général et les outils utilisés dans cette thèse. Dans un premier temps, les principaux aspects de la fissuration sont présentés, en particulier pour les matériaux quasi-fragiles, ainsi que les principales approches et leurs limites pour modéliser l'endommagement. Une seconde partie s'intéresse aux apports de la physique statistique dans la compréhension de la rupture. Une troisième partie présente le matériau papier choisi comme matériau d'étude de cette thèse.

1.2. Fissuration des matériaux quasi-fragiles

Cette partie commence par un rappel des notions générales de la mécanique linéaire élastique de la rupture. Dans un deuxième temps, le comportement à rupture des matériaux quasi-fragiles est décrit pour terminer par une présentation des principales modélisations de la rupture pour ces matériaux.

1.2.1. Généralités sur la fissuration des matériaux : la Mécanique linéaire élastique de la rupture

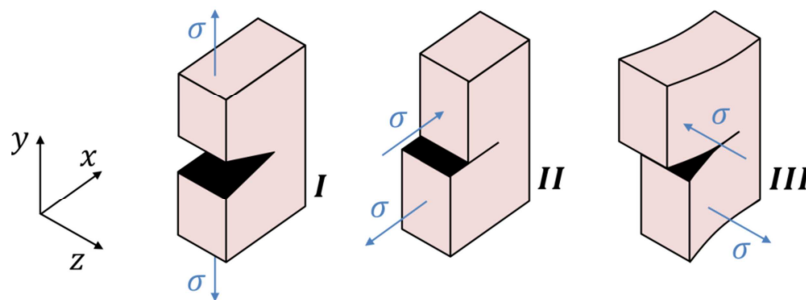


Figure 1 - 1 : Représentation des trois modes de rupture. D'après (Gustafsson and Niskanen 2012).

En 1920, Griffith (Griffith 1920) pose les bases de la mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM : Linear Elastic Fracture Mechanic). Cette théorie traite de la propagation d'une fissure préexistante dans un solide considéré comme homogène. La fissure y est localement plane, avec un front droit et correspond à une discontinuité franche dans le matériau. Le déplacement relatif des deux surfaces de la fissure peut être décomposé selon les trois modes principaux de rupture (Figure 1-1) :

- Mode *I*, appelé « ouverture »
- Mode *II*, appelé « cisaillement plan »
- Mode *III*, appelé « cisaillement hors-plan »

Dans cette thèse, seule la rupture selon le mode *I* sera étudiée.

L'intérêt de la mécanique linéaire élastique de la rupture réside dans le fait qu'elle réduit en un point la zone où l'endommagement se produit. Les champs de contrainte et de déformation peuvent donc être déterminés par les modèles de mécanique élastique linéaire. La fissure est en revanche à l'origine d'une singularité dans les champs de déformation et de contrainte qui tendent vers l'infini à mesure que la distance à la pointe de fissure tend vers 0 (Figure 1-2).

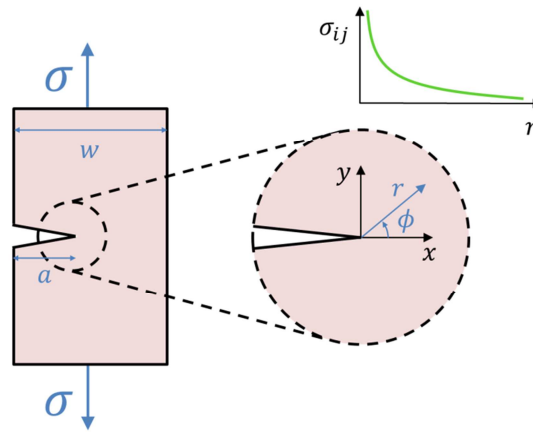


Figure 1 - 2 : Système de coordonnées (r, ϕ) au voisinage de la pointe de fissure. Le profil typique de la contrainte σ_{ij} au voisinage de la pointe de fissure est représenté. L'échantillon est de largeur w et la fissure a une longueur a . D'après (Gustafsson and Niskanen 2012).

Irwin (1957) montre que le champ de contrainte $\sigma_{i,j}$ au voisinage de la pointe de fissure pour le mode *I* a la forme générique suivante :

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\phi) \quad (1.1)$$

où les coordonnées r et ϕ sont définies sur la Figure 1-2, f_{ij} une fonction de forme dépendant de la forme de la pointe de fissure et $K = \sigma\sqrt{\pi a}f\left(\frac{a}{w}\right)$ le facteur d'intensité de contrainte (σ la contrainte imposée, a la longueur de la fissure et $f\left(\frac{a}{w}\right)$ un facteur de correction pour une éprouvette de largeur w). L'évolution du champ de contrainte au cours de l'endommagement est donc entièrement déterminée par le facteur d'intensité de contrainte K .

L'équation (1.1) met en avant la singularité du champ de contrainte en pointe de fissure quel que soit le chargement. En réalité, aucun matériau ne peut supporter des contraintes infinies et Irwin a alors l'idée de faire porter un critère de propagation de fissure sur le facteur d'intensité de contrainte K qui est comparé à une valeur critique K_c appelée ténacité : La propagation n'est possible que lorsque $K = K_c$. En dessous de cette valeur, la fissure ne se propage pas.

L'avantage d'un tel critère est que le facteur d'intensité de contrainte, et par extension la ténacité, peuvent être déterminés directement à partir de mesures faites sur des échantillons préalablement entaillés.

Critère de Griffith

Griffith avait également proposé dès 1920 un critère basé sur un bilan d'énergies mises en jeu au cours du développement de la fissure. Considérons un milieu d'épaisseur e . Lorsqu'une fissure se propage sur une distance Δa , la quantité d'énergie dissipée dans la décohésion du matériau qui aboutit à la création des deux nouvelles surfaces du front de fissure est égale à $2\gamma e \Delta a$ avec γ constante dépendante du matériau. Cette énergie provient d'une partie de l'énergie stockée initialement dans le matériau qui est déchargée lors de la propagation de la fissure. Cette énergie est appelée le taux de restitution d'énergie G et se compare au taux d'énergie critique $G_c = 2\gamma$ mesurant l'énergie nécessaire pour propager la fissure par unité de longueur. Ainsi, le critère de Griffith se résume de la manière suivante :

- Lorsque $G < G_c$, il n'y a pas de propagation de la fissure.
- Lorsque $G = G_c$, la fissure se propage de manière quasi-statique, c'est-à-dire que toute l'énergie relâchée par le matériau est utilisée pour la création de la fissure. Dans ce cas la propagation de la fissure est stable.
- Lorsque $G > G_c$, la fissure se propage de manière dynamique : le matériau relâche trop d'énergie, le surplus se dissipe sous forme d'énergie cinétique. Dans ce cas, la propagation de la fissure est instable.

On peut également relier le taux de restitution d'énergie critique G_c avec la ténacité K_c du matériau : $G = \frac{K_c^2}{E'}$ ($E' = E$ en contraintes planes et $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$ en déformations planes, avec E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson du matériau). Dans certaines études, le terme « ténacité » peut désigner G_c .

1.2.2. Comportement à rupture des matériaux quasi-fragiles

La mécanique linéaire élastique de la rupture fait deux hypothèses qui ne se vérifient généralement pas pour la plupart des matériaux :

- *Le matériau doit être homogène.* Or aucun matériau n'est homogène à toutes les échelles. Cette hypothèse n'est donc valable que lorsque l'on se place à une échelle suffisamment grande devant les hétérogénéités du matériau.
- *La zone où l'endommagement se produit est réduite en un point (au niveau de la pointe de fissure).* Cette hypothèse est particulièrement fautive pour les matériaux dits *quasi-fragiles* qui présentent une zone d'endommagement autour de la pointe de fissure qui est le siège d'une dissipation volumique d'énergie par microfissuration dont on reparlera au paragraphe suivant.

1.2.2.1. Généralités

Un matériau est dit *quasi-fragile* lorsque son endommagement se fait de manière progressive, par opposition aux matériaux à rupture fragile, où l'endommagement se fait brutalement (comme pour le verre par exemple). Ce comportement se retrouve dans de nombreux matériaux comme le béton, les céramiques ou le papier. Ces matériaux quasi-fragiles possèdent généralement de nombreuses échelles de structures (par exemple pour le béton : gravier, sable...) pouvant être proches de la taille de la structure rendant le comportement à la rupture particulièrement complexe à décrire. En effet, la fissuration à l'échelle macroscopique étant une propagation d'une surface dans un volume, elle va activer des phénomènes à toutes les échelles et en particulier interagir avec les hétérogénéités du matériau. Dans le cas des matériaux quasi-fragiles, la présence de ces échelles induit un endommagement diffus dans une zone appelée la *zone d'endommagement* ou « *Fracture Process Zone* » (FPZ) où se produisent les microfissures (Figure 1-3). La propagation de la fissure à l'échelle macroscopique est le résultat d'une succession de propagations, d'arrêts, de nucléations et de fusions de microfissures (Bažant 1994).

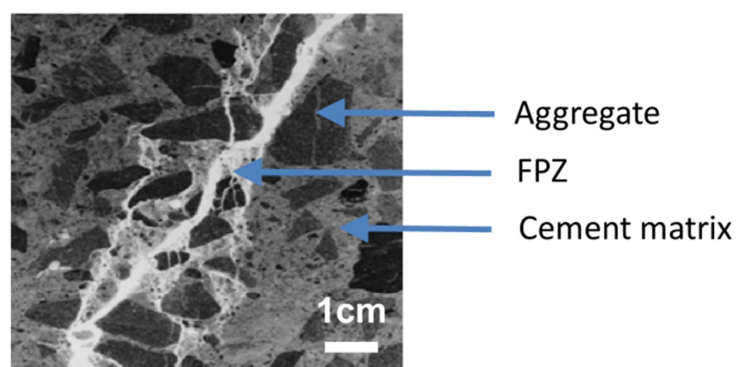


Figure 1 - 3 : Image de la microfissuration dans le béton. D'après (Dufour 2017)

La microfissuration des matériaux quasi-fragiles engendre au niveau macroscopique une diminution progressive de la résistance à la traction. On dit que les matériaux quasi-fragiles possèdent un *caractère adoucissant* (Figure 1-4).

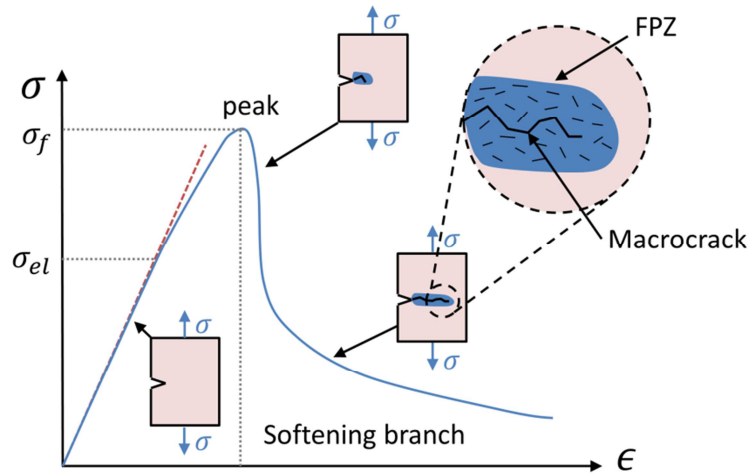


Figure 1 - 4 : Courbe de traction typique d'un matériau quasi-fragile avec une branche adoucissante. Les contraintes limites élastique σ_{el} et la contrainte au pic (contrainte à rupture) σ_f . Le profil typique de l'échantillon préalablement entaillé est montré à différents instants de l'essai.

1.2.2.2. Effet d'échelle

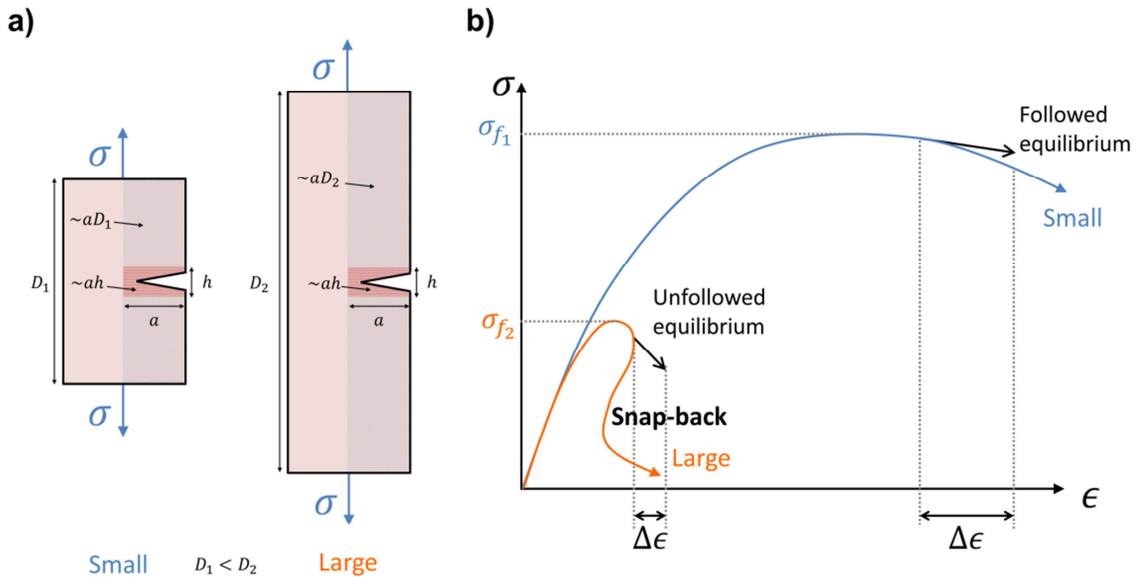


Figure 1 - 5 : Explication de l'effet d'échelle déterministe. (gauche) échantillons de petite et grande taille. Pour la création d'une fissure de longueur a , l'aire de la FPZ est proportionnelle à $a \times h$ tandis que l'aire de la zone qui décharge son énergie élastique est proportionnelle à $aD_{1,2}$ et dépend donc de la taille de l'échantillon. (droite) Courbes de traction associées.

Une des particularités de la rupture quasi-fragile est que le comportement à rupture, et en particulier la résistance à la traction, dépend de la taille de la structure, phénomène appelé *effet d'échelle*. Ces effets d'échelles peuvent être distingués en un effet d'échelle statistique, dû à la présence de défauts dans le matériau, et en un effet d'échelle déterministe, dû au fait que la zone de dissipation d'énergie dépend de la microstructure du matériau, indépendamment de sa taille (Bažant 1984).

La notion d'effet d'échelle déterministe est illustrée sur la Figure 1-5. Considérons deux structures en traction au moment où une fissure se propage sur une longueur a (Figure 1-5-a). La diminution de la contrainte dans la phase post-pic correspond à une énergie élastique dissipée lors de l'endommagement progressif du matériau dans la zone d'endommagement. Pour la traction, la propagation de la fissure entraîne une dissipation de l'énergie stockée dans les zones de part et d'autre de la fissure (*i.e.* proportionnelles à $2 \times a \times D$) à travers la zone d'endommagement créée (proportionnelle à $a \times h$). L'énergie relâchée dépend donc de la taille de la structure contrairement à l'énergie nécessaire à l'endommagement. Pour plus de détails, le lecteur intéressé pourra se référer à (Bažant and Planas 1998)

L'effet d'échelle déterministe a également pour conséquence de modifier le comportement adoucissant. La Figure 1-5-b montre les courbes de réponse associées. Pour les petites structures, le post-pic diminue progressivement tandis que pour les grandes structures, un phénomène de snap-back peut être observé. En effet, la quantité d'énergie relâchée peut devenir plus importante que l'énergie dissipée. Il y a donc un surplus d'énergie qui se transforme soit en énergie cinétique (comme cela apparaît en cas de pilotage en déplacement) entraînant une rupture dynamique, soit est évacué vers l'extérieur en diminuant les déplacements imposés (c'est le cas d'un pilotage indirect, par ouverture de fissure). Dans ce dernier cas, la rupture quasi-statique est assurée tout au long de l'essai et se traduit sur la courbe de traction par ce phénomène de snap-back.

1.2.3. *Principales approches de modélisation des matériaux quasi-fragiles*

L'explication et la prévision de la rupture dans des problématiques diverses faisant intervenir des matériaux quasi-fragiles, notamment dans les ouvrages de génie-civil, est d'une importance cruciale et c'est pourquoi des modèles ont été développés. L'enjeu est de développer des modèles aptes à décrire les mécanismes de l'échelle microscopique à l'échelle macroscopique dans le but de pouvoir prévoir la direction de la fissure, l'énergie dissipée, la capacité portante des structures, etc... Les matériaux quasi-fragiles sont par nature des matériaux hétérogènes qui ont une taille de microstructure proche de la structure et il est donc important de prendre en compte ces hétérogénéités dans la modélisation.

Cependant, les moyens de calculs ne sont encore actuellement pas assez puissants pour décrire le matériau depuis des échelles les plus basses ($\sim 1\text{ cm}$ pour le béton) sur toute une structure ($\sim 300\text{ m}$ sur un ouvrage de génie civil). Il convient donc de modéliser la rupture en se plaçant à une échelle d'étude mésoscopique ou macroscopique.

L'approche continue dite mésoscopique développée entre autres par La Borderie (La Borderie et al. 2007) pour le béton, a pour but de décrire la microfissuration en représentant explicitement les plus gros agrégats dans la matrice cimentaire. Cependant, si cette approche est pertinente pour la compréhension des mécanismes en jeu à l'échelle mésoscopique, cette approche ne peut pas être appliquée sur des structures de génie civil, trop grandes pour représenter toutes les hétérogénéités.

Afin d'étudier le comportement à rupture des matériaux quasi-fragiles à l'échelle structurale, des modèles intégrant des caractéristiques de la mésostructure ont été développés pour une utilisation à l'échelle macroscopique. Les principaux modèles à l'échelle macroscopique sont présentés ici. Nous ne présenterons pas les modèles discrets, n'étant pas l'objet de cette thèse (ces modèles, tout comme l'approche mésoscopique, ne sont pas applicables pour des grandes échelles, en raison du nombre trop important d'éléments à prendre en compte pour une modélisation réaliste).

1.2.3.1. Approche discontinue : le modèle de fissure fictive

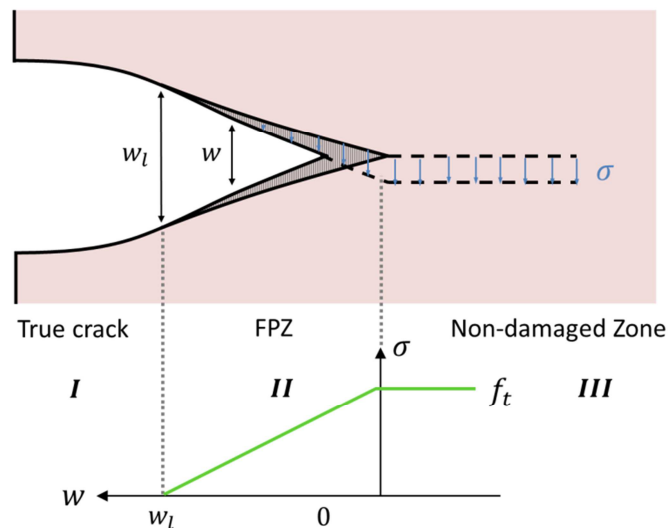


Figure 1 - 6 : Modèle de fissure fictive. Pour une ouverture de fissure w inférieur à w_l , les lèvres de la fissure transmettent des contraintes jusqu'à une valeur f_t . **I** correspond à la zone totalement fissurée, **II** correspond à la zone d'endommagement et **III** à la zone non-endommagée.

En reprenant les travaux de Barenblatt (Barenblatt 1962), Hillerborg (1976) considère une fissure fictive cohésive mimant la zone microfissurée en pointe de fissure (Figure 1-6). Le modèle de fissure fictive fait intervenir trois zones. La première correspond à la fissure réelle où son ouverture augmente à contrainte nulle. La seconde zone correspond à la zone microfissurée (FPZ) représentée sous la forme d'une zone cohésive où la contrainte évolue avec l'ouverture selon une loi d'évolution donnée (ici linéaire pour l'exemple). La contrainte augmente avec la diminution de l'ouverture jusqu'à une contrainte limite f_t délimitant la frontière avec une zone élastique, non-endommagée. La fissure se propage donc dans un milieu élastique et en ce sens, le modèle de fissure fictive est très proche de l'approche de la mécanique linéaire élastique de la rupture mis à part que les mécanismes non linéaires ne sont pas réduits en un point mais sur la ligne qui est la trajectoire de la fissure et que le critère de propagation porte cette fois-ci sur la contrainte limite à la traction f_t .

L'avantage d'une telle approche est qu'elle permet de représenter réellement la fissure comme une discontinuité et de calculer son ouverture, qu'il peut être nécessaire de connaître dans certains problèmes par exemple pour un calcul de propriétés de transfert du matériau au cours de son endommagement. Cependant, elle ne décrit pas réellement la microfissuration comme étant un volume où se dissipe l'énergie (*i.e.* une surface pour une modélisation en 2D).

1.2.3.2. Modèles d'endommagement continus

Contrairement aux modèles de fissure fictive qui représentent explicitement la macrofissure, les modèles d'endommagement décrivent le développement de l'endommagement microscopique en homogénéisant à travers une dégradation de la rigidité du matériau. Cette approche est davantage en lien avec ce qui se passe effectivement dans le matériau, à savoir que la macrofissure est le résultat d'une microfissuration.

Dans les modèles d'endommagement continus, la dégradation du matériau est représentée par une variable d'endommagement D (Lemaitre 1971). La loi de comportement s'écrit alors de la manière suivante :

$$\sigma_{ij} = (1 - D)\hat{\sigma}_{ij} = (1 - D)C_{ijkl}\epsilon_{kl} \quad (1.2)$$

où σ_{ij} et ϵ_{kl} sont respectivement les composantes des tenseurs de contraintes et de déformation. C_{ijkl} sont les composantes du tenseur de rigidité élastique. $\hat{\sigma}_{ij} = C_{ijkl}\epsilon_{kl}$ correspond à la contrainte effective, représentant le comportement du matériau non-endommagé. La valeur de la variable d'endommagement varie au cours du chargement, de 0 (pour un matériau sain) à 1 (pour un matériau complètement endommagé).

- Modèle d'endommagement isotrope avec critère de Mazars

A partir des travaux de Lemaitre (1971) sur les métaux, Mazars propose un modèle d'endommagement isotrope avec un critère élastique appliqué au béton (Mazars 1986).

La variable d'endommagement se calcule à partir du tenseur de déformation. Pour cela, une norme de ce tenseur est déterminée. Pour son modèle d'endommagement, Mazars propose une déformation équivalente ϵ_{eq} basée sur les déformations d'extension, calculée à l'aide du deuxième invariant de la partie positive du tenseur de déformation, qui représente les ouvertures des microfissures entraînant l'endommagement du matériau :

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\langle \epsilon_{11} \rangle_+^2 + \langle \epsilon_{22} \rangle_+^2 + \langle \epsilon_{33} \rangle_+^2} \quad (1.3)$$

Où les ϵ_{ii} correspondent aux déformations dans les directions principales et $\langle x \rangle_+$ la partie positive de x ($\langle x \rangle_+ = x$ si $x > 0$ et $\langle x \rangle_+ = 0$ sinon). Notons que la déformation équivalente ne se calcule ici qu'à partir des déformations locales. On dit ainsi que le modèle de Mazars est écrit en formulation locale.

Comme le modèle de Mazars a été développé initialement pour le béton et que ce matériau admet un comportement dissymétrique en traction et en compression, Mazars fait intervenir deux variables scalaires d'endommagement D_{tra} et D_{com} décrivant respectivement la dégradation liée à la traction et à la compression. Les lois d'évolution de ces variables scalaires d'endommagement sont similaires et s'expriment comme étant :

$$D_{tra,com} = 1 - \frac{\epsilon_{d0}(1 - A_{tra,com})}{\epsilon_{eq}} - \frac{A_{tra,com}}{e^{B_{tra,com}(\epsilon_{eq} - \epsilon_{d0})}} \quad (1.4)$$

Le modèle d'endommagement fait intervenir cinq paramètres $\epsilon_{d0}, A_{tra}, B_{tra}, A_{com}, B_{com}$ à identifier sur des essais matériaux. Le paramètre ϵ_{d0} correspond à la déformation équivalente au seuil de l'endommagement. Les paramètres A_{tra} et A_{com} contrôlent la fraction de contraintes résiduelles à la fin de l'endommagement et B_{tra} et B_{com} contrôlent la forme de la branche post-pic de la courbe de traction/compression.

La variable d'endommagement D s'exprime comme la combinaison linéaire de D_{tra} et D_{com} :

$$D = \alpha_{tra}^\beta D_{tra} + \alpha_{com}^\beta D_{com} \quad (1.5)$$

Avec β un paramètre introduit par la suite (Pijaudier-Cabot et al. 1991) afin de limiter l'endommagement en cisaillement. Les coefficients α_{tra} et α_{com} sont fonction des déformations du matériau :

$$\alpha_{tra} = \sum_{i=1}^3 \frac{\epsilon_{ti} \langle \epsilon_i \rangle_+}{\tilde{\epsilon}} \quad (1.6)$$

Où ϵ_{ti} correspond à la déformation liée aux contraintes de traction dans la direction principale i et $\alpha_{com} = 1 - \alpha_{tra}$.

Dans le cadre de la thèse, nous nous limiterons à une sollicitation en traction uniaxiale ($\alpha_{tra} = 1$ et $\alpha_{com} = 0$), donc $D = D_{tra}$.

D'autres modèles d'endommagement (Desmorat et al. 2007) tiennent compte de l'anisotropie de la microfissuration qui est principalement orientée perpendiculairement à la direction de la traction. Dans cette thèse, nous nous limiterons au modèle d'endommagement isotrope de Mazars qui vient d'être décrit.

- Localisation des déformations : limitations des modèles d'endommagement locaux

Lors de la rupture des matériaux, l'endommagement se localise dans une zone finie de taille inférieure à la taille de la structure étudiée. Les phénomènes de localisation sont dus notamment aux hétérogénéités du matériau qui génèrent des points faibles dans sa structure où va préférentiellement se développer l'endommagement. Dans le cas des matériaux quasi-fragiles, cette localisation correspond à la macrofissuration qui fait suite à la microfissuration diffuse.

D'un point de vue numérique, l'utilisation des modèles d'endommagement pour matériaux adoucissants avec des méthodes éléments finis en formulation locale peut induire dans certains cas une localisation de l'endommagement à l'échelle de l'élément discrétisant et qui dépend de l'orientation du maillage (Crisfield 1982; De Borst 1987). Il y a donc dépendance au maillage des résultats numériques et peut, lorsque le maillage est infiniment fin, aboutir à une rupture sans dissipation d'énergie, ce qui n'est pas acceptable d'un point de vue physique. Une description locale de l'endommagement est donc un problème mathématique mal posé. Une solution est alors de décrire l'endommagement non pas de manière locale, mais de prendre également en compte les interactions avec le milieu proche.

1.2.3.3. Vers une description non locale de l'endommagement

La régularisation non locale consiste à calculer les variables d'endommagement à partir de quantités dépendant d'un voisinage plutôt qu'à partir de quantités locales en introduisant une longueur interne. L'intérêt de la régularisation non locale est double : premièrement, l'introduction de non-localités permet d'éviter la localisation de l'endommagement au niveau de l'élément discrétisant et d'éviter la dépendance au maillage. Ces non-localités induisent une diffusion de l'endommagement sur une zone proportionnelle à la longueur interne, décrivant ainsi à l'échelle macroscopique le phénomène de

microfissuration. Ci-dessous sont décrits les deux types de modèles non locaux les plus courants, à savoir le modèle non locale intégrale (qui est utilisé dans cette thèse) et le modèle gradient.

- Modèle non local intégrale

La régularisation non locale intégrale remplace la quantité locale par sa valeur non locale définie comme une moyenne pondérée sur un voisinage. Dans le cas du modèle de Mazars présenté plus haut, la formulation non locale est portée par une régularisation non locale de la déformation (Pijaudier-Cabot and Bažant 1987)(Bažant and Pijaudier-Cabot 1988). La déformation équivalente non locale $\overline{\epsilon_{eq}}$ est donc obtenue en moyennant la quantité locale ϵ_{eq} via une convolution de fonction de poids ϕ :

$$\overline{\epsilon_{eq}}(\mathbf{x}) = \int_{\Omega} \phi(\mathbf{x}, \mathbf{s}) \cdot \epsilon_{eq}(\mathbf{s}) d\mathbf{s} \quad (1.7)$$

La fonction de poids décrit la pondération non locale utilisée dans le calcul de la moyenne et est fonction de la distance entre le point \mathbf{x} considéré et chaque point \mathbf{s} (appelé point émetteur) du voisinage. La forme gaussienne est la plus utilisée pour décrire la pondération. La fonction de poids est également normée pour assurer la consistance de la relation dans le cas d'un champ uniforme :

$$\begin{cases} \phi_0(\mathbf{x}, \mathbf{s}) = \exp\left(-\left(\frac{4\|\mathbf{x} - \mathbf{s}\|^2}{l_c^2}\right)\right) \\ \phi(\mathbf{x}, \mathbf{s}) = \frac{\phi_0(\mathbf{x}, \mathbf{s})}{\int_{\Omega} \phi_0(\mathbf{x}, \mathbf{s}) d\mathbf{s}} \end{cases} \quad (1.8)$$

avec l_c la longueur interne du modèle.

Cette longueur est au centre de la problématique de cette thèse. En effet, elle définit le voisinage sur lequel les interactions entre les points doivent être prises en compte, et donc la distance sur laquelle se diffuse l'endommagement. Autrement dit, cette longueur pilote la taille de la zone d'endommagement, caractéristique de la rupture des matériaux quasi-fragiles. Des travaux ont montré pour le béton un lien entre l_c et la taille du plus gros agrégat $l_{a,max}$ comme étant $l_c = 2.7 \times l_{a,max}$ (Bažant and Pijaudier-Cabot 1989). Cependant, ce lien a été identifié pour une configuration et une géométrie donnée et si la longueur interne est intimement liée aux longueurs caractéristiques du matériau, il n'existe à l'heure actuelle pas de relation explicite entre longueur interne et longueur caractéristique. Tout l'enjeu est donc de définir une telle relation afin d'aider les ingénieurs dans leur identification des paramètres de rupture pour le calcul de structure.

- Modèle gradient

Le modèle gradient est un modèle de régularisation non locale introduit par Mühlhaus et Aifantis (1991) puis développé par De Borst et Mühlhaus (1992) pour les modèles avec plasticité. Dans ce modèle, la régularisation non locale d'une quantité est obtenue en considérant la quantité locale et son Laplacien. Peerlings appliqua la régularisation non locale de type gradient à la déformation équivalente (Peerlings et al. 1996). La formulation explicite du modèle gradient s'écrit ainsi :

$$\overline{\epsilon}_{eq}(\mathbf{x}) = \epsilon_{eq}(\mathbf{x}) + c^2 \nabla^2 \epsilon_{eq}(\mathbf{x}) \quad (1.9)$$

Dans cette formulation, la quantité non locale $\overline{\epsilon}_{eq}$ se déduit directement de son homologue local ϵ_{eq} . Tout comme la régularisation non locale intégrale, le modèle gradient fait intervenir une longueur interne c . Cependant, comme l'explique Peerlings (Peerlings et al. 2001), cette formulation reste locale au sens mathématique du terme, car elle ne dépend que de la déformation locale ϵ_{eq} et de son gradient au même point. On préfère ainsi formuler le modèle gradient de manière implicite par l'équation différentielle :

$$\begin{cases} \overline{\epsilon}_{eq}(\mathbf{x}) - c^2 \nabla^2 \overline{\epsilon}_{eq}(\mathbf{x}) = \epsilon_{eq}(\mathbf{x}) \\ \nabla \overline{\epsilon}_{eq} \cdot \mathbf{n} = 0 \end{cases} \quad (1.10)$$

Avec \mathbf{n} le vecteur normal aux bords où est imposé un flux nul comme condition limite. Cette formulation implicite est équivalente à la régularisation non locale intégrale si une fonction de Green est prise comme fonction de poids (Peerlings et al. 2001).

La relation entre les longueurs internes des modèles gradients et non local intégrale ont fait l'objet de plusieurs recherches (Jason 2004) (Dufour et al. 2008). Par exemple, dans le cas d'une flexion trois points (Jason 2004), la comparaison des résultats numériques entre le modèle gradient et le modèle non local intégrale a abouti à la relation suivante entre c et l_c :

$$c \approx \frac{l_c}{4} \quad (1.11)$$

- Pathologie des modèles d'endommagement non locaux

Les modèles non locaux permettent de régulariser le calcul de l'endommagement et ainsi de pallier le problème de la localisation de l'endommagement au niveau de l'élément discrétisant. Cependant, l'introduction d'interactions entre points d'un milieu continu fait souffrir les modèles non locaux de plusieurs pathologies :

- **Amorçage de l'endommagement au niveau d'une singularité géométrique :** Les travaux d'Eringen (1977) sur l'expression non locale du champ de contrainte au voisinage d'une entaille ont montré que le maximum du champ de contrainte n'est pas atteint au niveau de la pointe d'entaille. Les travaux de Simone (2004) ont également confirmé ces observations.

L'endommagement n'est ainsi pas activé au niveau de la pointe d'entaille mais décalé à l'avant de la pointe d'entaille dû au moyennage non local du champ de déformation. Le décalage dépend de la longueur interne, plus la longueur interne est grande, plus le décalage est important.

- **Influence des bords :** Pour le modèle non local intégrale, le domaine d'intégration utilisé pour calculer les variables non locales est tronqué au niveau des bords et chaque point du voisinage a donc plus d'importance sur un point proche du bord (Krayani et al. 2009). Cet effet peut notamment influencer la propagation de la rupture lors d'une modélisation d'écaillage aux barres d'Hopkinson. Lorsque l'on souhaite enclencher l'endommagement à une distance inférieure à la longueur interne, on constate que celui-ci est attiré par les bords (Giry et al. 2011).
- **Interactions non locales après rupture :** Dans les modèles non locaux classiques, les interactions non locales ne sont fonction que de la distance entre les points. Ces interactions ne dépendent pas de l'histoire du matériau et restent fixes au cours de l'endommagement. En particulier, deux points peuvent continuer de s'influencer mutuellement même si une fissure ouverte passe entre ces points, ce qui n'est pas acceptable physiquement. La pathologie résultante est que la zone d'endommagement continue à s'étaler même lorsque la contrainte s'est annulée.

1.2.3.4. Modèle non local intégrale basé sur l'état de contrainte

Le précédent paragraphe a présenté les principales pathologies causées par l'introduction d'une longueur interne constante et qui ne dépend ni de la géométrie, ni de l'histoire du chargement. Différentes améliorations ont été apportées aux modèles non locaux pour pallier ces problèmes par exemple en définissant la distance entre les points de la fonction de poids à partir du temps de propagation d'une onde acoustique dans le milieu (Desmorat and Gatuingt 2007) ou encore en prenant une longueur interne qui augmente au fur et à mesure de l'endommagement (Pijaudier-cabot et al. 2004). Cependant, dans ces deux approches, les interactions entre les points du milieu ne sont pas modifiées tant que l'endommagement n'a pas commencé. Les problèmes de mauvais enclenchement de l'endommagement persistent donc.

L'idée est alors de faire dépendre la longueur interne du champ de contrainte. En effet, les non-localités peuvent être considérées comme une redistribution de contraintes lors de l'endommagement (Bažant 1991). Giry et al. proposent donc un modèle non local basé sur l'état de contrainte, aussi appelé « stress-based » (Giry et al. 2011). La fonction de poids fait désormais intervenir une longueur interne l_c correspondant à une longueur caractéristique l_{c0} , supposée uniquement fonction du matériau, modulée par un facteur d'influence ρ fonction de l'état de contrainte $\sigma(\mathbf{s})$:

$$\phi_0(\mathbf{x}, \mathbf{s}) = \exp\left(-\left(\frac{4\|\mathbf{x} - \mathbf{s}\|^2}{l_c^2(\mathbf{x}, \sigma(\mathbf{s}))}\right)\right) \quad (1.12)$$

$$l_c(\mathbf{x}, \sigma(\mathbf{s})) = \rho(\mathbf{x}, \sigma(\mathbf{s}))l_{c0} \quad (1.13)$$

Le facteur d'influence ρ est défini dans toutes les directions de l'espace par un ellipsoïde centré en \mathbf{s} , de rayon $\rho(\mathbf{x}, \sigma(\mathbf{s}))$ dans la direction $\mathbf{u} = \mathbf{x} - \mathbf{s}$ et orienté selon les directions principales de contraintes au point \mathbf{s} (Figure 1-7) :

$$\rho(\mathbf{x}, \sigma_{prin}(\mathbf{s}))^2 = \frac{1}{f_t^2 \left(\frac{\sin^2(\phi)\cos^2(\theta)}{\sigma_1^2} + \frac{\sin^2(\phi)\sin^2(\theta)}{\sigma_2^2} + \frac{\cos^2(\phi)}{\sigma_3^2} \right)} \quad (1.14)$$

Où θ correspond à l'angle entre \mathbf{U}_1 et la projection de \mathbf{u} dans le plan $(\mathbf{U}_1, \mathbf{U}_2)$ et ϕ à l'angle entre \mathbf{U}_3 et \mathbf{u} . La contrainte limite en traction f_t est considérée pour que le facteur d'influence soit égale à $\frac{|\sigma_i(\mathbf{s})|}{f_t}$ dans les directions principales et que la valeur de l_c soit égale à l_{c0} au pic de traction pour un chargement uniaxial.

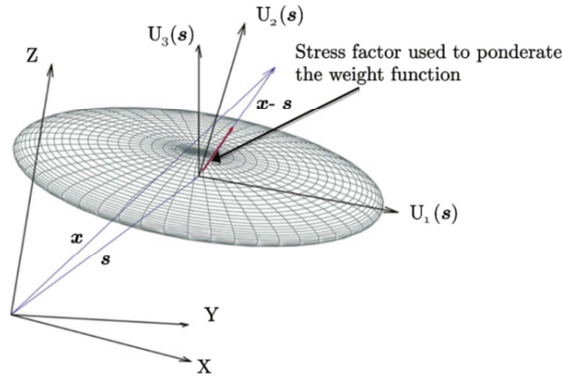


Figure 1 - 7 : Représentation 3D d'une surface isovaleurs de $\rho(\mathbf{x}, \sigma(\mathbf{s}))$ (Giry et al. 2011).

La Figure 1-8 montre la comparaison des fonctions de poids pour le modèle non local classique et le modèle non local stress-based dans le cas d'une plaque entaillée en bi-traction. Dans le modèle non local classique (Figure 1-8-a et b), la fonction de poids permet à un point d'interagir directement avec un point de l'autre côté de l'entaille, ce qui physiquement n'est pas acceptable. Avec le modèle non local stress-based (Figure 1-8-c et d), la fonction de poids adapte sa forme à l'état de contrainte. Ainsi, le point C n'est pas influencé par l'entaille. Le point B est proche de l'entaille et la fonction de poids est orientée pour ne pas créer d'interactions avec des points en direction de l'entaille. Le point A est dans une zone où les contraintes sont faibles, où il n'y a pas d'influence non local.

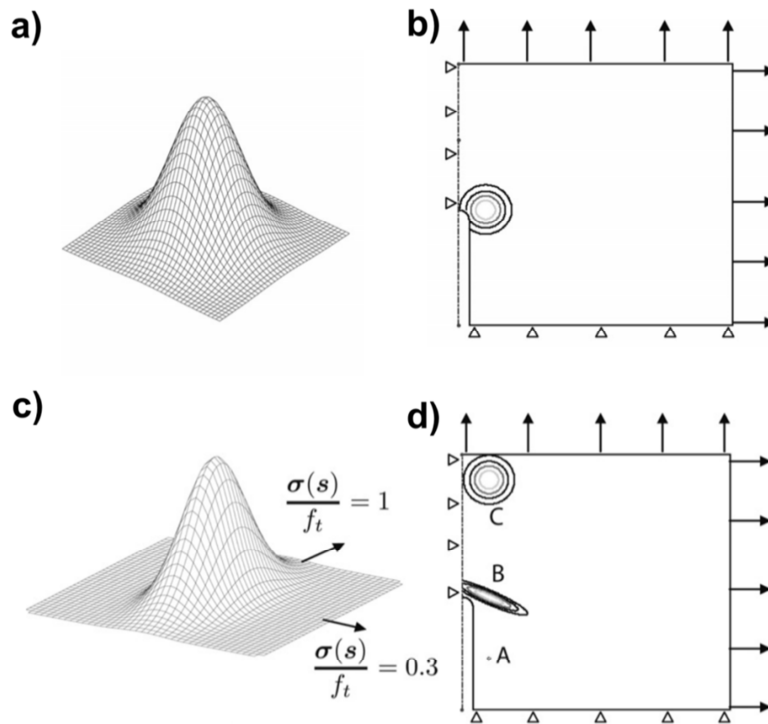


Figure 1 - 8 : (a) Représentation de la fonction de poids dans le cas non local classique. (b) Isovaleurs de la fonction de poids pour un point proche d'une entaille. (c) Représentation typique de la fonction de poids pour le modèle non local basé sur l'état de contrainte. (d) Isovaleurs de la fonction de poids « stress-based » pour différents points (A, B, C). D'après (Giry et al. 2011).

Le stress-based a permis d'améliorer les résultats quant à l'amorçage de l'endommagement en pointe de fissure et sa propagation près des bords (Giry et al. 2011). Cependant, la longueur caractéristique l_{c0} doit encore être identifiée à partir de(s) longueur(s) caractéristique(s) du matériau. Dans le cadre des travaux de cette thèse, nous allons nous atteler à avancer dans la direction d'identifier l_{c0} en fonction de la microstructure du matériau.

1.3. Mécanismes de fissuration des matériaux quasi-fragiles à l'échelle de la microstructure : les apports de la physique statistique

Le choix de la longueur interne est au cœur de la problématique des modèles d'endommagement non locaux. Il se pose alors la question suivante : comment peut-on la mesurer ? Dans le béton, comme beaucoup d'autres matériaux opaques, le développement de la zone d'endommagement au cours de la rupture ne se voit pas et il faut alors trouver des méthodes permettant de se passer de mesures visuelles directes. Actuellement, la longueur interne se calibre par problème inverse. Comme tout paramètre du modèle, cette valeur nécessite un calage par rapport au comportement moyen, à partir de plusieurs essais identiques (en pratique, au moins trois). Comme la longueur interne permet de décrire les effets d'échelles, il est donc nécessaire de la calibrer à partir d'échantillons de plusieurs tailles (Le Bellégo et al. 2003). Cette méthode ne permet donc pas de déterminer la longueur interne à partir d'arguments physiques et est relativement coûteuse en expériences.

L'approche de la physique statistique s'intéresse non pas au comportement moyen, mais à la distribution des événements de rupture en intensité et dans le temps. Les principaux apports de la physique statistique sur la compréhension de l'endommagement sont présentés dans les paragraphes suivants. En particulier, la physique statistique permet de déterminer la distribution des événements de rupture à toutes les échelles, notamment à l'échelle de la zone d'endommagement.

La mécanique des milieux continus considère que la fissure se propage de manière continue. Or, ce n'est pas ce qui est observé expérimentalement. Par la présence des hétérogénéités, l'endommagement dans les matériaux quasi-fragiles se fait par l'apparition de microfissures où l'énergie élastique est subitement relâchée. La manifestation la plus parlante de cette dynamique par à coup est l'activité sismique qui, bien que de mode *II*, traduit l'endommagement progressif de la croûte terrestre à cause de la tectonique des plaques (Figure 1-9-a). L'activité sismique a fait l'objet de nombreuses études qui ont mis en évidence que les événements de rupture étaient distribués selon des lois puissances, en énergie et en répartition temporelle.

Ces propriétés statistiques de la rupture ont été retrouvées pour de nombreux matériaux comme les roches (Grasso and Sornette 1998), le bois (Guarino et al. 1998), le papier (Rosti et al. 2010) (Corte and Kallmes 1962) ou le béton (Landis 1999; Grégoire et al. 2015) (Figure 1-9-b) en utilisant des techniques d'émissions acoustiques, qui seront détaillées dans le paragraphe suivant.

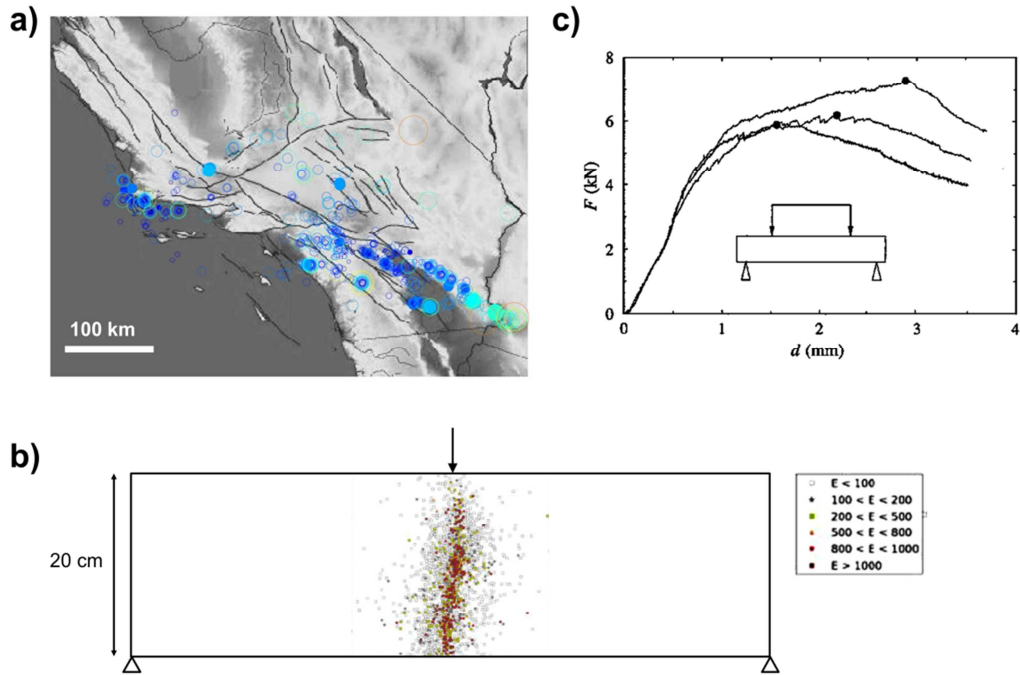


Figure 1 - 9 : (a) Activité sismique en Californie en Janvier 2012 (Barés 2013). (b) Distribution spatiale des évènements acoustiques selon leur énergie E dans un essai de flexion trois points d'une poutre en béton (Grégoire et al. 2015). (c) Courbe de réponse en flexion quatre points pour trois poutres similaires en béton (Delaplace et al. 2001).

Dans les modèles d'endommagement continu, l'effet des hétérogénéités intervient dans la modélisation de la zone d'endommagement. Cependant, les propriétés du matériau restent homogénéisées. Une modélisation aboutie ainsi à une solution unique. Pourtant, les hétérogénéités jouent un rôle dans la réponse macroscopique qui peut varier sensiblement entre deux essais, toutes choses égales par ailleurs. La Figure 1-9-c montre la réponse à une flexion 4 points pour trois poutres identiques en béton (Delaplace et al. 2001). On observe :

- Des fluctuations sur chacune des courbes de réponses. Ce ne sont pas des artefacts de mesure, mais la manifestation *d'évènements de rupture* à l'échelle microscopique (ouverture/arrêt de microfissures).
- Une grande variabilité de la réponse macroscopique entre des échantillons similaires.

Partant de ce constat, on explore dans cette thèse la possibilité d'identifier la longueur interne à partir de ces fluctuations en utilisant des outils de la physique statistique.

1.3.1. Distributions spatiale et temporelle des évènements de rupture

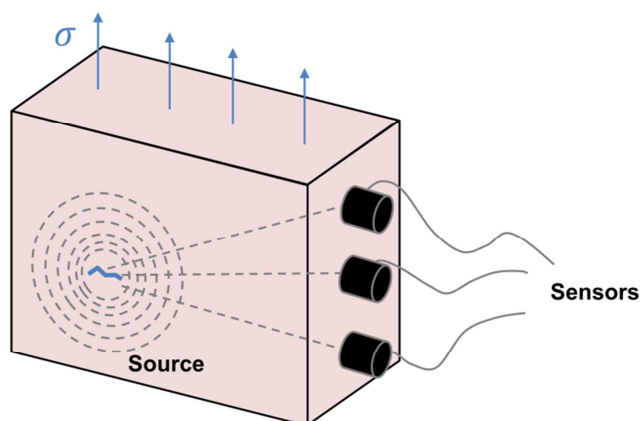


Figure 1 - 10 : Dispositif d'émission acoustique

L'émission acoustique est une technique développée au début des années 1940 dans l'industrie minière (Obert 1941) associant le bruit émis par un matériau à une libération d'énergie dans le matériau liée à des évènements de rupture.

L'émission acoustique repose sur des techniques utilisées dans les études sismiques (Grosse and Ohtsu 2008). Des capteurs piézo-électriques placés à différents endroits du matériau relèvent les ondes acoustiques générées par les évènements de rupture et les convertissent en signal électrique. Le lieu d'émission est ensuite déterminé par triangulation. Cette technique permet à la fois de déterminer la répartition spatiale et temporelle des évènements de rupture mais également de suivre l'évolution de l'énergie dissipée lors de l'endommagement.

C'est le caractère non « intrusif » de cette technique de mesure qui a fait le succès de l'émission acoustique. Dans le domaine du génie civil, cette technique est utilisée depuis plus de 50 ans (Ruesch 1959) (Ohtsu 1987). L'émission acoustique a notamment permis de déterminer la localisation de la microfissuration lors de l'endommagement du béton et de mettre en évidence la zone d'endommagement (Ohtsu 1996). Il a été montré que la taille de la zone d'endommagement augmentait avec la taille des agrégats présents dans le béton (Otsuka et al. 1998). Cependant, cette relation n'a été mise en évidence que pour une FPZ en pointe d'entaille et non au cours d'une propagation de fissure.

L'émission acoustique est également très utilisée dans la géomécanique (Lockner 1993)(Davidsen et al. 2007), dans l'étude de la fissuration du bois (Landis and Whittaker 2000) ou de composites (De Groot et al. 1995).

1.3.1.1. Localisation des événements de rupture

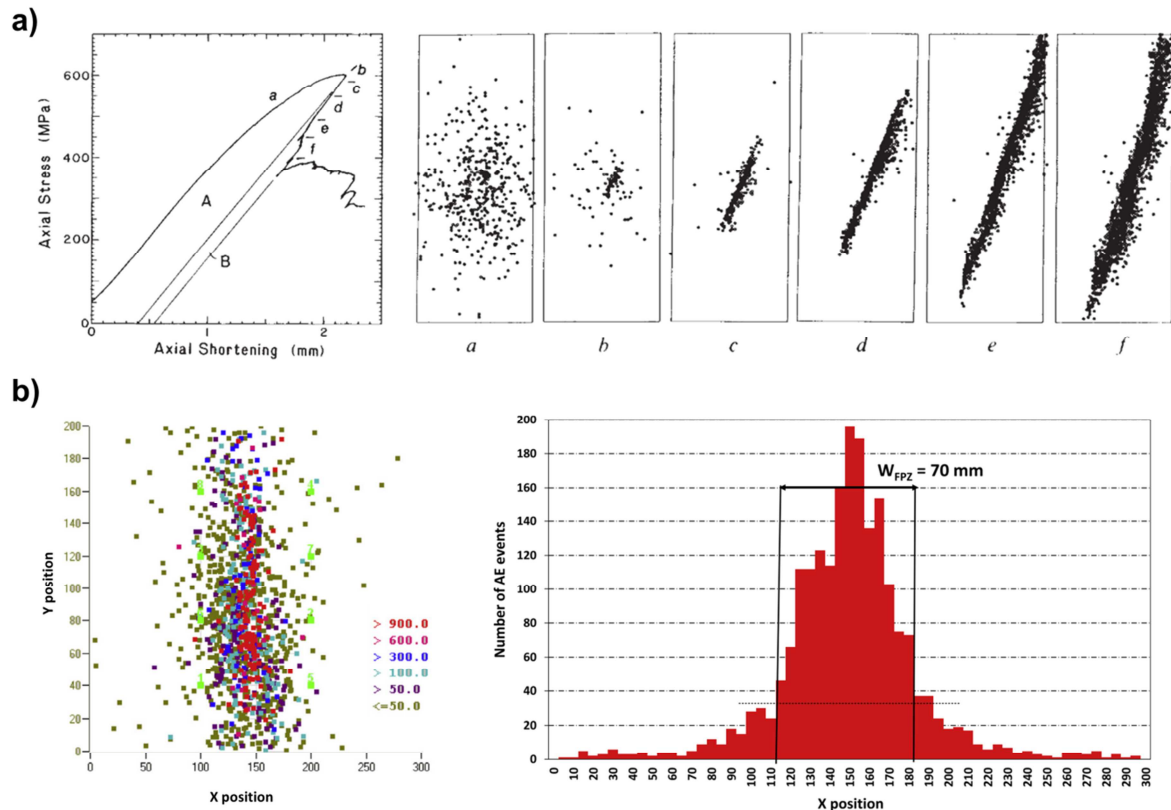


Figure 1 - 11 : (a) (gauche) courbe de compression d'un bloc de granite. (droite) Activité acoustique à différents moments de la compression (indiquées par les lettres a, b, c, d, e et f sur la courbe de compression. (Lockner et al. 1991). (b) Détermination de la largeur de la FPZ par émission acoustique sur une poutre en béton. (gauche) Distribution spatiale des événements de rupture selon leur énergie. (droite) Distribution spatiale des événements de rupture selon l'axe-x (horizontale) des événements de rupture. La largeur W_{FPZ} de la FPZ est définie comme la zone où la distribution est supérieure à 20% de l'activité maximale (pic de la courbe) (Grégoire et al. 2015)

Des travaux sur des matériaux comme le granite (Lockner et al. 1991)(Zang et al. 1998), le grès (Fortin et al. 2009) ou le béton (Alam et al. 2014) ont montré que les événements de rupture se localisent progressivement au cours de l'endommagement. La Figure 1-11 montre les lieux des événements de rupture mesurés par émission acoustique sur du granite à différentes étapes de l'endommagement (Lockner et al. 1991). Pour des chargements avant le pic, les événements de ruptures sont répartis dans la structure en fonction de la présence de points faibles (a). L'endommagement se localise au moment du pic de contraintes (b). Dans le régime post-pic, l'endommagement se propage, localisé dans la FPZ (c, d, e, f). Les événements de rupture se produisent donc avant le pic au niveau des points faibles car le champ de contrainte est homogène (microfissuration diffuse dans tout le matériau) pour ensuite se localiser le long d'une macrofissure et de sa FPZ à cause de la singularité des contraintes pour se propager jusqu'à rupture complète de

l'échantillon. L'émission acoustique peut notamment être utilisée pour déterminer la largeur de la FPZ (Figure 1-11-b). Elle est généralement définie comme la zone où l'activité acoustique selon l'axe perpendiculaire à la fissure est supérieure à un certain seuil défini arbitrairement.

1.3.1.2. Distribution des évènements de rupture

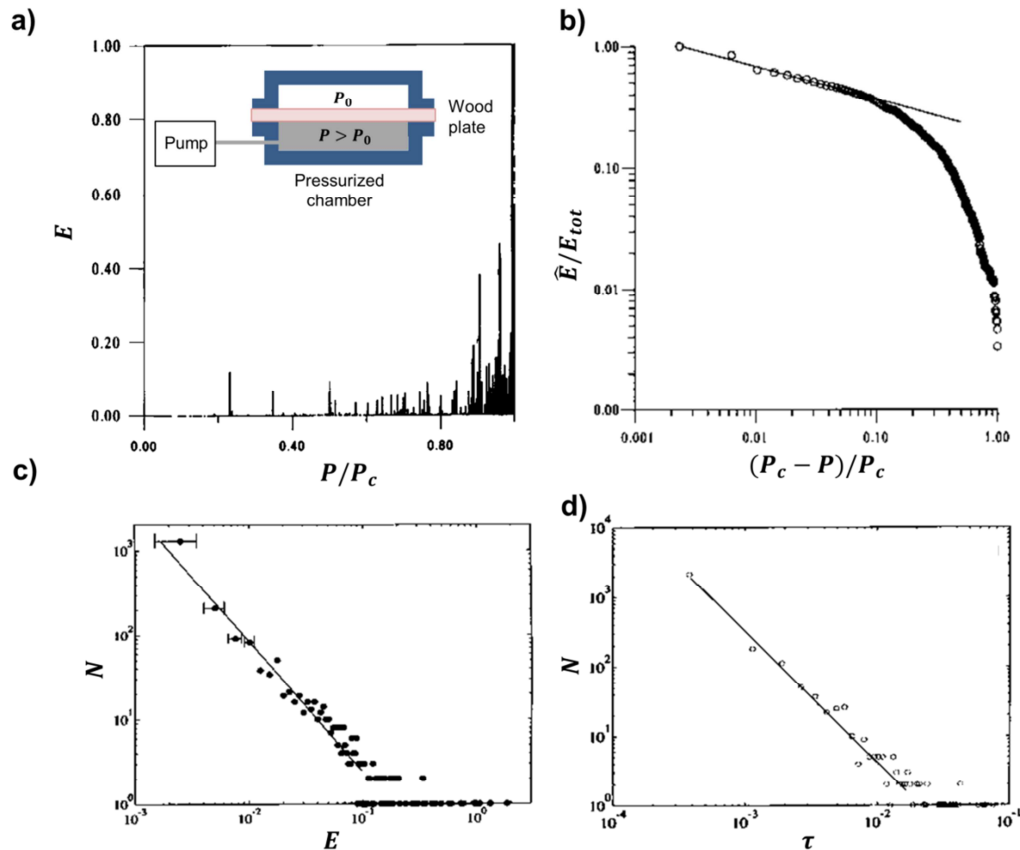


Figure 1 - 12 : Rupture d'une rondelle de bois soumise à de la flexion. On impose une pression P sur un côté de la rondelle tandis que l'autre côté reste à la pression atmosphérique P_0 . (a) Activité acoustique E de l'endommagement d'une rondelle de bois. P_c correspond à la différence de pression à rupture (b) Energie cumulée \hat{E} normalisée par l'énergie totale E_{tot} de l'activité acoustique en fonction de la distance à la pression critique P_c . (c) Distribution des évènements de rupture N en fonction de leur énergie E . (d) Distribution des évènements de rupture N en fonction des intervalles de temps τ entre les évènements (unités non précisées par les auteurs). (Guarino et al. 1998)

Si l'émission acoustique permet de déterminer le lieu des évènements de rupture, elle permet également de suivre l'endommagement à travers la distribution de l'énergie mesurée des évènements de rupture ainsi que leur distribution temporelle (Figure 1-12). La Figure 1-12-a montre l'activité acoustique mesurée lors de la rupture d'une rondelle de bois par flexion (Guarino et al. 1998). L'énergie acoustique est directement proportionnelle au signal enregistré par le dispositif d'émission

acoustique. On observe le caractère intermittent des évènements de rupture. L'activité acoustique augmente à mesure que le matériau se rapproche de sa rupture (Alava et al. 2006)(Garcimartín et al. 1997)(Guarino et al. 1998). L'énergie cumulée dissipée dans les évènements de rupture peut être représentée en fonction de la distance $(P_c - P)/P_c$ à la pression critique P_c (Figure 1-12-b). L'énergie cumulée évolue selon une loi puissance lorsque le matériau est proche de sa rupture.

L'étude de l'endommagement sur plusieurs matériaux par la physique statistique a montré que la distribution des évènements de rupture répond à un certain nombre de lois puissances (Gutenberg and Richter 1944) (Voight 1988).

La loi de Gutenberg-Richter met en évidence que l'énergie E des évènements de rupture est distribuée selon la loi puissance suivante :

$$p(E) \sim E^{-\beta} \quad (1.15)$$

Cette loi a été calée pour de nombreux matériaux. Des valeurs de β entre 1,2 et 2 ont été reportées dans divers travaux pour des matériaux différents (Diodati et al. 1991) (Garcimartín et al. 1997). La valeur de cet exposant ne semble donc pas universelle.

Il a été également montré que le temps de latence τ entre deux évènements de rupture suit une loi puissance (Voight 1988) :

$$p(\tau) \sim \tau^{-\alpha} \quad (1.16)$$

Pour cette loi également, la valeur de l'exposant n'est pas unique, les différents travaux relèvent une valeur de α comprise entre 1 et 1,5.

Les lois puissances présentées plus haut ont été retrouvées sur différents matériaux comme les roches (Grasso and Sornette 1998) (Diodati et al. 1991), les polymères (Petri et al. 1994) (Deschanel et al. 2009), le bois (Guarino et al. 2002) ou encore le papier (Salminen et al. 2002).

Dans cette thèse nous allons montrer que dans le cas du papier, des lois puissances peuvent être mises en évidence sans l'aide de l'émission acoustique, en analysant uniquement les courbes de traction.

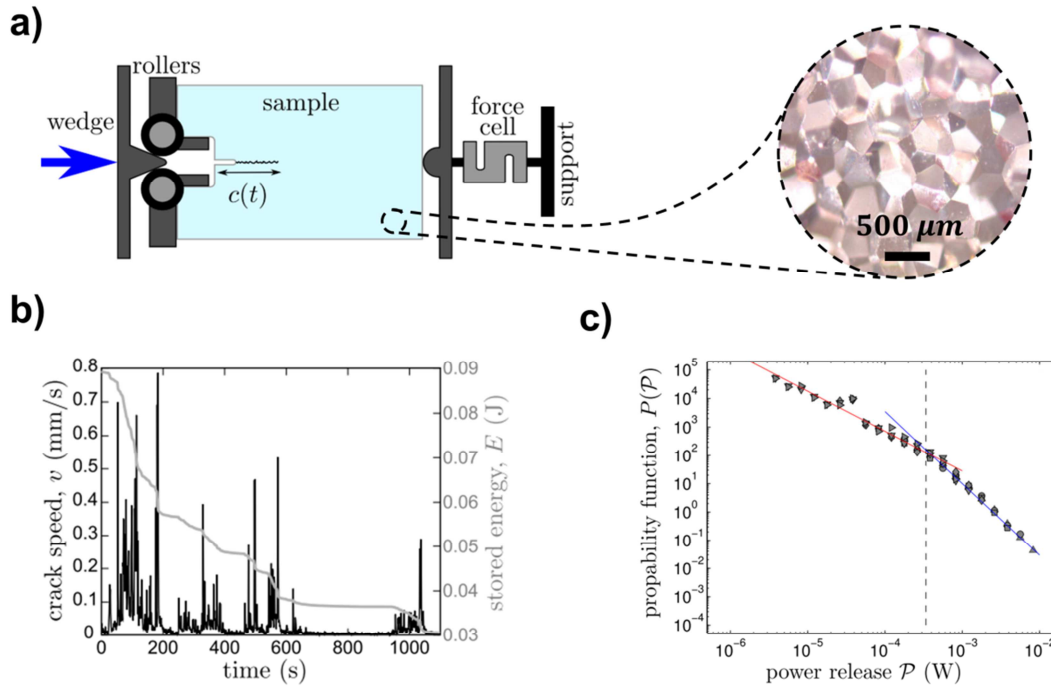


Figure 1 - 13 : Dispositif et résultats d'un essai de fissuration d'une roche reconstituée (en billes de polystyrène (Barés et al. 2014)). (a) Dispositif expérimental. (b) Evolution au cours de l'essai de la vitesse v de la pointe de fissure et de l'énergie mécanique stockée E dans le matériau. (c) Distribution de la puissance dissipée dans les évènements de rupture.

En effet, les travaux de Barés et al. (2014) ont montré que des lois puissances pouvaient être mises en évidence en analysant la courbe de réponse d'une fissuration progressive d'une roche reconstituée à partir de billes de polystyrène (Figure 1-13-a). L'échantillon est sollicité en mode I en poussant un coin à une vitesse constante V_{wedge} au niveau d'une entaille faite préalablement (Figure 1-13-b). L'énergie stockée dans l'échantillon est $E(t) = \frac{1}{2} f(t) \times V_{wedge} \times t$ ($f(t)$ correspond à la force mesurée par le capteur au cours du temps t) et la vitesse de la fissure v est déterminée par traitement d'image. La Figure 1-13-b montre que l'énergie stockée et la vitesse varient brutalement au cours de l'essai, mettant en avant le caractère intermittent de la propagation de la fissuration. Les avancées soudaines de la fissure coïncident avec la puissance dissipée $P(t) = -dE/dt$. La distribution statistique de la puissance dissipée met en évidence deux régimes (Figure 1-13-c).

Ce profil à deux régimes peut être aussi retrouvé en utilisant un modèle théorique de propagation de fissure qui sera présenté dans le chapitre 4 (Delaplace et al. 2001). Les auteurs ont interprété cette rupture de pente comme un indicateur de la taille de la zone d'endommagement. Cependant, il manque une observation directe de la zone d'endommagement (ce qui sera réalisé dans le chapitre 3) en parallèle de ses analyses statistiques pour pouvoir valider que la FPZ a une « signature » statistique dans une courbe de réponse. Si tel était le cas, on pourrait alors imaginer déduire certaines propriétés géométriques de la zone d'endommagement uniquement à partir d'une courbe de traction.

On a vu par l'expérience que le phénomène de rupture n'est pas un phénomène continu. Le caractère discret de la fissuration en temps et en espace se voit en utilisant les outils de physique statistique à travers des lois puissances sur des quantités observables telles que des événements acoustiques ou les fluctuations de forces. Cette dernière méthode, qui est utilisée dans cette thèse, est similaire à une approche théorique de la statistique de l'endommagement : les Fiber Bundle Models.

1.3.2. Les Fiber Bundle Models (modèles à faisceaux de fibres)

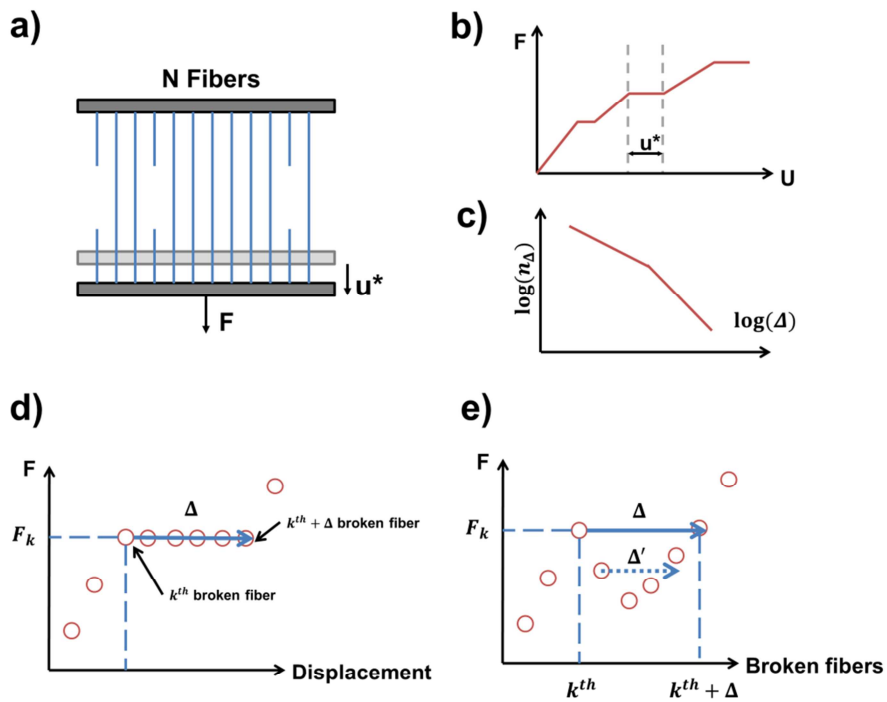


Figure 1 - 14 : (a) Représentation schématique du Fiber Bundle Model, une force F est appliquée aux fibres. Les fibres cassées à cette étape créent un déplacement u^* . (b) Courbe F - U (force-déplacement). Le déplacement u^* lors d'un incrément ΔF est représenté. (c) Distribution des avalanches simulées : nombre d'avalanches enregistrées n_Δ en fonction de leur taille Δ . (d) Calcul de la taille d'une avalanche pour une traction contrôlée en force. (e) Calcul de la taille d'une avalanche pour une traction contrôlée en déplacement. La flèche en pointillée montre une avalanche de taille Δ' qui est incluse dans l'avalanche de taille Δ .

Le Fiber Bundle Model (FBM) est mentionné pour la première fois dans les travaux de Peirce (1926). Mais c'est en 1945, que le Fiber Bundle Model est étudié comme problème statistique dans une

publication de Daniel (1945) qui représente un matériau comme étant constitué d'un grand nombre de fibres assurant la cohésion, l'endommagement du matériau étant représenté par la rupture des fibres.

La géométrie principalement utilisée est présentée dans la Figure 1-14-a : le matériau est considéré comme un ensemble de N fibres toutes orientées dans la même direction. Les fibres n'interagissent pas directement entre elles. Les fibres ont toutes un comportement élastique fragile. La rigidité est identique pour toutes les fibres. Le seuil de rupture est défini comme une déformation limite déterminée de façon aléatoire selon une loi de distribution fixée *a priori*. Un essai de traction en force ou en déplacement est simulé. Au fur et à mesure de la simulation, les fibres s'allongent et certaines d'entre elles atteignent leur seuil de rupture. Lorsqu'une fibre se casse, les forces sont réparties uniformément sur les autres fibres. Les fibres restantes sont donc davantage sollicitées et une autre fibre peut atteindre son seuil de rupture et à son tour se rompre sans augmentation du chargement imposé. Ce phénomène peut se répéter en cascade plusieurs fois jusqu'à une nouvelle configuration d'équilibre en fonction de la répartition des seuils de rupture. Lorsque Δ fibres cassent par la redistribution des forces, on dit qu'il y a une 'avalanche de taille Δ '. Sur une courbe de traction pilotée en force, une avalanche se manifeste comme un déplacement à force imposée (Figure 1-14-b), dans le cas d'une traction pilotée en déplacement, ce serait une chute de force à déplacement imposé.

Comme des avalanches de différentes tailles peuvent se produire au cours d'une simulation, un graphique de *distribution des avalanches*, également appelé *statistiques des avalanches*, est tracé, montrant le nombre d'avalanches produites en fonction de leur taille (Figure 1-14-c). La Figure 1-14-d montre le calcul de la taille d'une avalanche pour une traction contrôlée en force. La courbe force-déplacement est représentée pour chaque étape de la simulation (une étape correspond à une rupture d'une fibre). Lorsqu'une avalanche se produit, il y a un plateau et la taille de l'avalanche est déterminée en comptant le nombre de fibres cassées dans le plateau.

Pour une traction contrôlée en déplacement, les tailles d'avalanches se calculent de la manière suivante : Après la rupture de la $k^{\text{ième}}$ fibre, la force diminue de la valeur F_k à F_{k+1} . Dans cet exemple, la simulation a besoin de 5 fibres pour que F remonte au moins à la valeur F_k . Ainsi, on dit que la $k^{\text{ième}}$ rupture déclenche une avalanche de taille 5.

Dans le calcul des avalanches, on peut faire le choix de prendre en compte ou non les avalanches incluses dans des avalanches plus grandes (dans la Figure 1-14-e, l'avalanche de taille Δ' est incluse dans l'avalanche de taille Δ). On dit alors que l'on calcule les avalanches de *manière inclusive* ou non. Dans cette thèse, on a fait le choix implicite de calculer les avalanches de manière inclusive.

Hemmer et Hansen (1992) ont étudié la distribution d'avalanches avec une augmentation constante de la force appliquée au faisceau. Ils ont trouvé que la distribution d'avalanches suit une loi puissance de pente $-5/2$ lorsque les avalanches sont calculées sur l'ensemble de la rupture (une pente de -2 est trouvée quand les avalanches sont calculées de manière inclusive). Ce coefficient est qualifié d'*universel* dans le sens où il ne dépend pas de la loi de probabilité choisie pour le tirage des seuils de rupture.

Lorsque les avalanches sont calculées aux derniers instants avant rupture totale, la distribution d'avalanches possède une pente de $-3/2$ (Pradhan et al. 2005), ce qui correspond aux statistiques que donne une marche aléatoire. Le passage de la pente $-5/2$ à $-3/2$ dans la distribution d'avalanches est un marqueur de la rupture globale imminente.

Une des limites du Fiber Bundle Model classique est que l'endommagement modélisé est un endommagement diffus sur tout le matériau sans représenter une propagation de fissure. Or s'il y a effectivement un endommagement diffus aux premiers instants de la rupture (pour un échantillon sans entaille), celui-ci finit par se localiser et aboutir à la macrofissuration qu'il est nécessaire de modéliser si on souhaite étudier entièrement le phénomène de rupture. Afin de prendre en compte la propagation de la fissure, Delaplace a proposé le modèle ZIP (Delaplace et al. 2001) où les fibres du Fiber Bundle Model sont sollicitées par un gradient de déplacement imposé modélisant l'ouverture d'une fissure cohésive. Ce modèle sera présenté en détails dans le chapitre 4. Néanmoins, nous introduisons ici dans la Figure 1-15 la géométrie du modèle ZIP qui permet de montrer les différences de géométrie entre un FBM classique, où les fibres sont toutes étirées de la même manière, et le modèle ZIP, où un gradient de déformation des fibres est imposé par un coin venant déformer progressivement le support supérieur. Un autre type de gradient sur l'allongement des fibres a été proposé par Kun et Nagy (Kun and Nagy 2008). Ils modélisent la flexion en trois points d'une barre constituée de deux blocs rigides reliés par un faisceau de fibres. Cependant, cette méthode ne permet pas de garder constant le gradient de déformation contrairement au modèle ZIP.

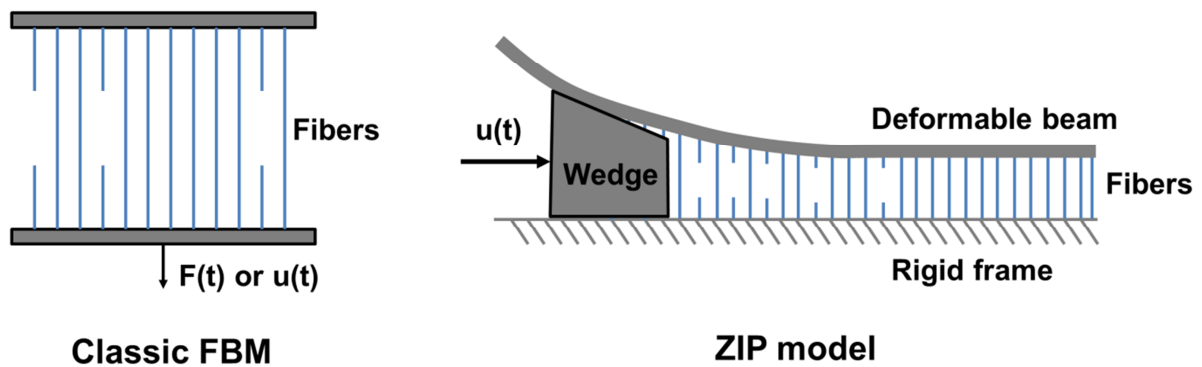


Figure 1 - 15 : Différences de géométrie entre le FBM classique et le modèle ZIP

Dans les travaux de Delaplace, les seuils de rupture des fibres sont calculés de manière indépendante. La taille des hétérogénéités est donc induite par l'élément discrétisant (les fibres) et ne modélise donc pas à proprement parler une microstructure pourtant présente dans les matériaux quasi-fragiles. Il semble donc indispensable de pouvoir modéliser un FBM avec une taille de microstructure pour

utiliser cette approche afin d'étudier les liens entre phénomène de rupture et tailles caractéristiques du matériau.

Le modèle ZIP, le FBM le plus à même à représenter une propagation d'endommagement, sera repris dans cette thèse en lui ajoutant une dépendance spatiale des seuils de rupture de fibres, mimant la microstructure du matériau. Sa description sera détaillée dans le chapitre 5.

On a vu que les modèles d'endommagements continus nécessitent l'introduction d'une longueur interne qui n'est pas encore reliée aux longueurs caractéristiques du matériau. Pour établir un lien entre longueur interne et longueur caractéristique, il faut disposer d'un matériau qui permet de voir à la fois sa microstructure, et le développement de la zone d'endommagement. Si des techniques de physique statistique comme l'émission acoustique permettent de suivre les événements de rupture au cours de l'endommagement, elles ne permettent pas de rendre compte de la microstructure, du fait que la plupart des matériaux quasi-fragiles, comme le béton, sont opaques. Il faut donc se tourner vers des matériaux qui peuvent révéler leur structure au cours d'un essai de rupture. Le matériau papier fait partie de ces matériaux car sa faible épaisseur lui permet de révéler sa microstructure par éclairage en transmission (Komppa 1988). Il est ainsi utilisé comme matériau modèle dans cette thèse.

1.4. Le matériau papier

Le papier est un matériau à microstructure poreuse constituée de fibres de cellulose extraites de fibres de bois et liées entre elles par des liaisons hydrogènes (contact fibre-fibre). La microstructure du papier dépend, entre autres, des essences de bois utilisées, de la morphologie des fibres, des procédés de fabrication qui affectent les propriétés mécaniques et optiques du papier. D'autres constituants comme des charges minérales peuvent être ajoutées au papier pour lui donner des propriétés spécifiques. Dans cette thèse, nous nous limiterons à l'étude de papiers constitués exclusivement de fibres de cellulose.

Le papier offre un certain nombre d'avantages pour étudier la rupture dans les matériaux hétérogènes :

- Il s'agit d'un matériau possédant une échelle de structure multi-échelles
- Les essais peuvent être réalisés avec un faible coût financier.

- Les procédés de fabrication permettent de facilement jouer sur la taille caractéristique des différentes échelles
- Ses propriétés optiques permettent une observation directe des échelles de structure et de leur endommagement.
- Au-delà de l'aspect modèle, le papier présente un enjeu sociétal croissant avec le développement des matériaux biosourcés dans diverses industries.

1.4.1. Le papier : un matériau multi-échelles

La morphologie et la répartition des fibres donnent au papier une structure possédant de nombreuses échelles qui sont décrites dans les paragraphes suivants.

1.4.1.1. Un matériau constitué de fibres à l'échelle microscopique

Le papier est principalement constitué de fibres de cellulose provenant du bois. La morphologie des fibres dépend des essences d'arbres utilisées. Les fibres provenant de résineux (comme le pin, l'épicéa ou le mélèze) possèdent une longueur de $2,8 - 7,2 \text{ mm}$ et un diamètre de $30 - 50 \mu\text{m}$ tandis que les fibres de feuillus (eucalyptus, bouleau) mesurent $0,8 - 1,3 \text{ mm}$ de long pour $14 - 28 \mu\text{m}$ de large (Retulainen et al. 1998)(Gustafsson and Niskanen 2012).

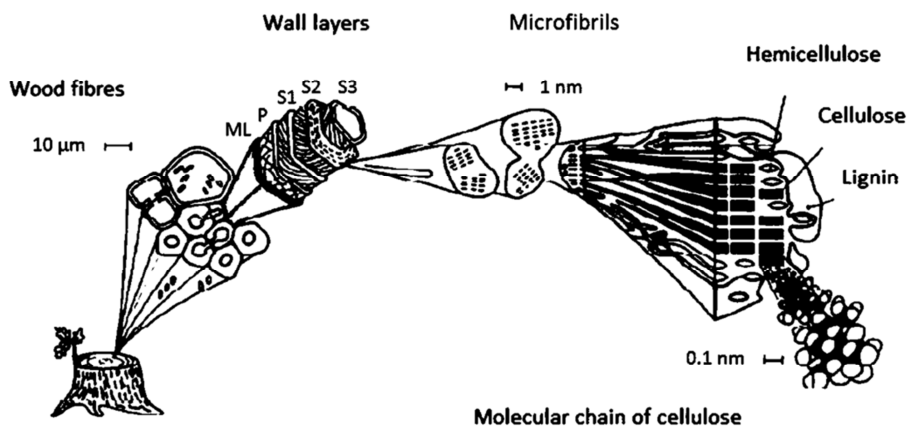


Figure 1 - 16 : Les constituants du bois et leur taille caractéristique (Hoffman and Jones 1989)

Les différentes échelles du bois sont présentées sur la Figure 1-16. Une fibre de cellulose (Wood fibers) est constituée de plusieurs couches de microfibrilles de cellulose, constituées elles-mêmes d'un mélange de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine assurant la cohésion des microfibrilles entre elles. Ces différents constituants sont en proportions variables selon les couches de microfibrilles (Berg and Gradin 1999). Les fibres peuvent posséder en leur centre une cavité appelée lumen. Dans cette thèse, nous ne nous intéresserons pas aux échelles inférieures à celle de la fibre.

1.4.1.2. Procédés de fabrication du papier

La fabrication du papier se fait en deux étapes : les fibres de cellulose sont d'abord séparées du bois pour former une pâte. Le papier est ensuite fabriqué à partir de cette pâte. Pour cette dernière étape, la fabrication du papier industriel diffère du papier fait en laboratoire. Les deux procédés de fabrication seront décrits dans les paragraphes suivants.

- Préparation de la pâte

La préparation de la pâte est la première étape de la fabrication du papier. Elle a pour objectif de séparer les fibres de cellulose présentes dans le bois. Le bois est découpé en morceaux de **25 mm** de long (Figure 1-17-a) (Gustafsson and Niskanen 2012).

Les fibres sont ensuite séparées les unes des autres soit par un traitement chimique (la lignine est dissoute en plongeant les morceaux de bois dans un bain chimique), soit par un traitement mécanique (les morceaux de bois sont broyés entre deux plateaux tournants) (Figure 1-17-b et c).

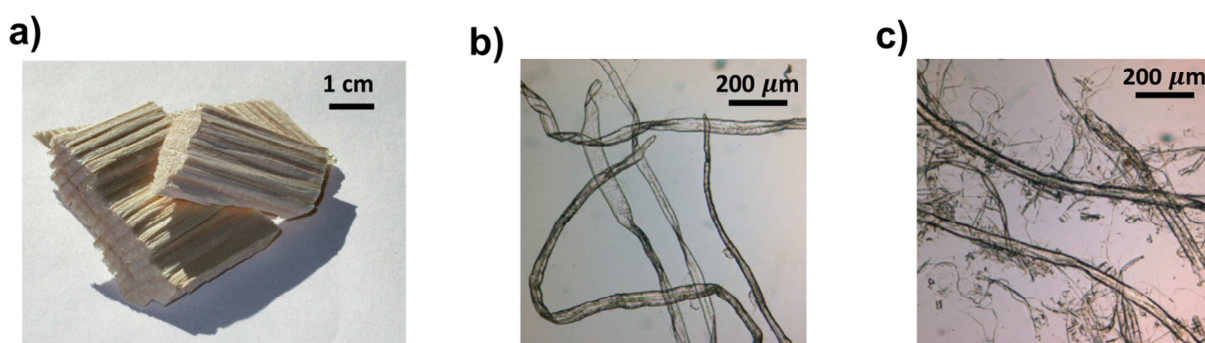


Figure 1 - 17 : (a) Morceaux de bois utilisés pour préparer la pâte. (b) fibres d'une pâte obtenue par traitement chimique. (c) fibres d'une pâte obtenue par traitement mécanique. (Gustafsson and Niskanen 2012)

La pâte à papier obtenue peut être ensuite plus ou moins raffinée. L'opération de raffinage modifie les propriétés des fibres, comme leurs dimensions, leur flexibilité ou leur capacité à former des liens inter fibres. Il s'agit d'une étape clé du processus de fabrication du papier, où sont déterminées la plupart des propriétés du papier (Page 1989).

- Procédé industriel de fabrication des feuilles de papier

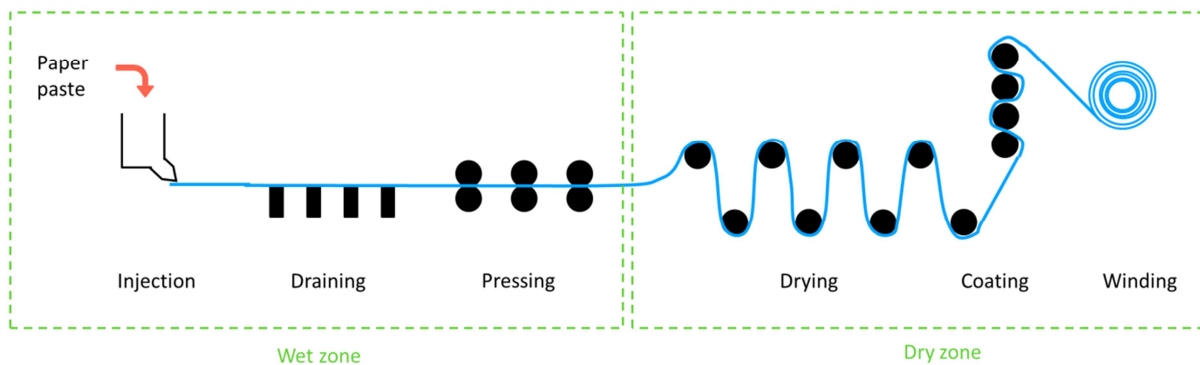


Figure 1 - 18 : Procédé industriel de fabrication du papier. La pâte à papier est injectée sur une toile sans fin et subie différentes opérations unitaires. D'après (Marulier 2015).

La fabrication industrielle permet de former une feuille de papier continue à partir de la pâte à papier à l'aide d'une machine à papier. La Figure 1-18 présente les principales étapes de la fabrication du papier. Le processus de fabrication peut être divisé en deux parties, la zone humide et la zone sèche.

La pâte à papier dont la concentration en fibres est d'environ 0,5% est injectée par l'intermédiaire de buses sur une toile sans fin. Le matelas fibreux formé est égoutté puis pressé. Une fois pressée, la feuille ne contient plus que 33% à 45% d'eau. Afin d'éliminer le reste de l'eau présente dans la feuille, le papier est séché au contact de cylindres chauffants. A cette étape, la plupart des liaisons inter-fibres se forment pour donner au papier sa cohésion. A la fin du séchage, le papier peut éventuellement être couché en fonction de son utilisation finale afin de diminuer sa rugosité et de lui apporter les propriétés de surface souhaitées. La feuille de papier est enfin enroulée sur des bobines.

Lors de l'éjection de la pâte à papier, les fibres s'orientent quand elles sont déposées sur la toile et induisent une anisotropie dans la structure. Les propriétés mécaniques structurales du papier qui doivent donc être déterminées dans les directions principales du matériau à savoir : le sens de marche

de la machine (MD=Machine direction), le sens travers (CD=Cross-machine Direction) perpendiculaire à MD et au sens de l'épaisseur (ZD).

Dans cette thèse, nous nous limiterons à une étude de l'endommagement sous chargement uniaxial dans un matériau hétérogène ainsi considéré comme isotrope dans le plan. D'après la remarque faite plus haut, les papiers industriels admettent une direction privilégiée dans le plan, ne peuvent pas être considérés comme isotropes et ne seront pas utilisés comme matériau d'étude dans cette thèse. Des papiers ont donc été spécialement conçus pour cette thèse par un procédé qui est décrit ci-dessous.

- Procédé de fabrication des échantillons de laboratoire à l'aide du dispositif « Rapid Köthen »

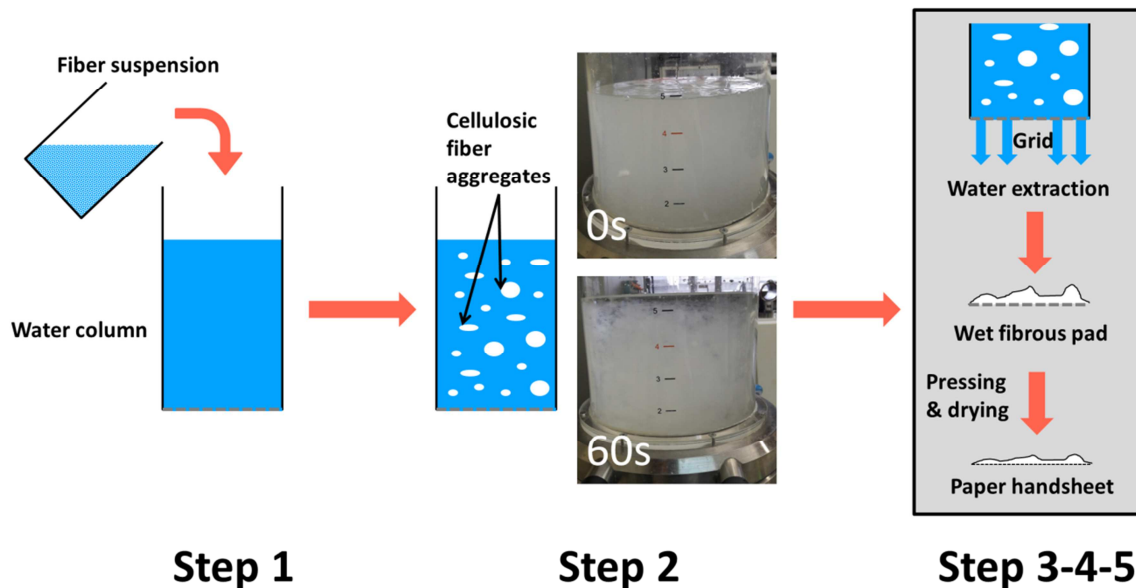


Figure 1 - 19 : Description du formeur de feuilles de type Rapid-Köthen.

Le formeur de feuille de type Rapid-Köthen permet de générer une feuille de papier circulaire de 200 mm de diamètre. Son élaboration est décrit dans la Figure 1-19. La pâte à papier est incorporée dans une colonne d'eau (Etape 1). Après une agitation par turbulence de la suspension (brassage par l'air), l'agitation s'arrête et des agrégats de fibres se forment dans la suspension (Etape 2). Après un temps d'amortissement de la turbulence plus ou moins long, l'eau est retirée de la colonne par aspiration au travers une grille. Les fibres se déposent sur celle-ci formant un film de cellulose (Etape 3) qui sera pressé (Etape 4) puis séché (Etape 5) pour former la feuille de papier.

Le papier obtenu possède des fibres dont l'orientation est isotrope dans le plan.

1.4.1.3. Description des caractéristiques structurales à l'échelle macroscopique

Après avoir décrit succinctement les techniques d'élaboration du papier et de sa composition à l'échelle microscopique, ce paragraphe détaille ici les principales caractéristiques structurales du papier à l'échelle macroscopique.

- Grammage

Le grammage g correspond à la masse par unité de surface dans le plan de la feuille de papier ($g.m^{-2}$). De par le procédé d'élaboration, le grammage peut être plus ou moins uniforme sur une feuille de papier. Cette non-uniformité, définit l'échelle de structure mésoscopique et sera présentée en détails dans la partie 1.4.1.4.

- Épaisseur

L'épaisseur est définie comme la distance perpendiculaire entre les deux surfaces du papier. L'épaisseur d'une feuille de papier est généralement de l'ordre de $100 \mu m$. La définition de l'épaisseur est un problème complexe car les surfaces ne sont pas bien définies à cause de la rugosité et de la compressibilité du papier. L'épaisseur peut donc se mesurer de différentes manières. Nous présentons ici les définitions de l'*épaisseur standard* et de l'*épaisseur effective*.

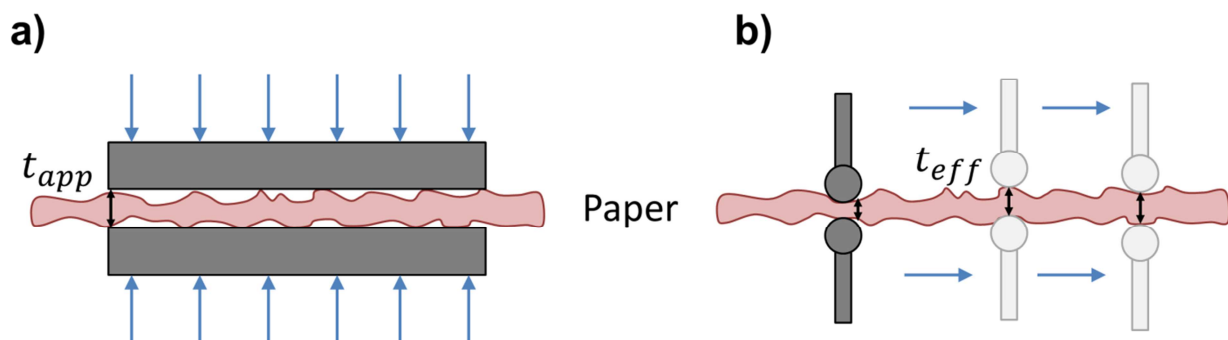


Figure 1 - 20 : (a) Mesure de l'épaisseur apparente t_{app} . (b) Mesure de l'épaisseur effective t_{eff} (d'après la méthode SCAN P-88 :01)

L'épaisseur standard (ou épaisseur apparente) est mesurée d'après la norme ISO 534 : 2011(F). Le papier est placé au contact de deux plaques circulaires de $2 cm^2$ de section (Figure 1-20-a). Les deux plaques maintiennent la feuille sous une pression de $100 kPa$. L'épaisseur standard est mesurée comme

la distance entre les deux plaques. La taille des plaques de mesure est grande devant la taille des fibres ($\sim 50 \mu m$), l'épaisseur standard est donc une mesure macroscopique de l'épaisseur et ne permet pas de rendre la variation locale de la formation, comme nous le verrons dans le chapitre 2. Il faut alors définir l'épaisseur à l'échelle mésoscopique.

L'épaisseur effective mesure la valeur moyenne de la distance entre deux points de mesure. Expérimentalement, cette distance se mesure en faisant passer une feuille de papier (d'au moins 10 cm de long) entre deux têtes de mesures sphériques (2 mm de rayon) roulant à vitesse constante et exerçant sur la feuille une force de $0,1 \text{ N}$ (Figure 1-20-b). L'épaisseur effective est une mesure locale de l'épaisseur car elle tient compte de ses variations locales. L'épaisseur locale peut également être retrouvée par traitement d'images sur des tomographies à rayons X de feuilles de papier (Svensson and Aronsson 2003)(Sternberg 1983). Cette méthode, dite de la « rolling ball », utilisée dans la thèse, sera décrite dans le chapitre 2.

- Masse volumique

La masse volumique du papier ρ ($kg.m^{-3}$) est égale à g/t avec g le grammage du papier et t l'épaisseur définie selon la définition choisie.

- Porosité

La porosité ϕ est définie comme le ratio du volume des pores du papier sur le volume total du matériau $\phi = 1 - \rho/\rho_{fibre}$, avec ρ_{fibre} la densité des fibres, généralement comprise entre 1480 et 1550 kg.m^{-3} .

1.4.1.4. Description de la mésostructure induite par les procédés de fabrication

Dues aux interactions physico-chimiques entre les fibres dans la suspension, les fibres ont tendance à s'agglomérer entre elles et à former des agrégats (Sampson 2001). En utilisant un formeur de feuilles Rapid-Köthen, ces agrégats se forment petit à petit une fois l'agitation de la suspension terminée (Figure 1-18, étape 2). Les fibres ne se déposent donc pas de manière uniforme sur la feuille de papier, ce qui est à l'origine de la variabilité de grammage appelée *formation*. La formation peut se voir à l'œil nu en éclairant une feuille de papier par transmission car l'opacité du papier dépend du grammage (Sampson 2001). La Figure 1-21 montre deux papiers à différents degrés de formation élaborés à partir d'un formeur Rapid-Köthen et éclairés par transmission. Pour le papier avec formation homogène, la lumière transmise est considérée comme uniforme. Pour le papier avec formation hétérogène, on observe que la lumière transmise (et donc le grammage local) n'est pas uniforme.

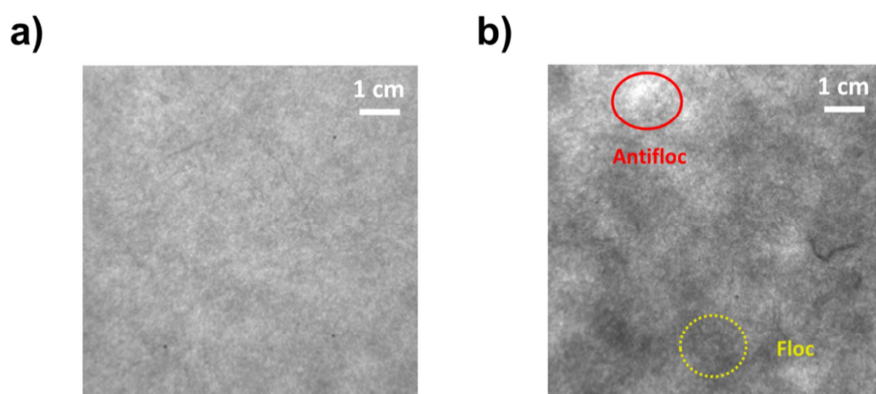


Figure 1 - 21 : Images de papiers éclairés par transmission (a) formation uniforme (b) formation hétérogène.

La formation est influencée par les propriétés de la pâte à papier (Dodson and Sampson 1996). En particulier, les papiers avec des fibres courtes ont tendance à être plus uniformes (Sara 1978). Pour les procédés industriels, la différence de vitesse entre la toile et le jet jouent également un rôle dans la formation. Dans le cas de papiers fabriqués par un formeur de feuilles, le temps d'amortissement de la turbulence détermine la formation (Cresson et al. 1990a).

On appelle *flocs*, les régions où le grammage local est supérieur au grammage moyen (zones sombres sur la Figure 1-21-b) (Deng and Dodson 1994). Par opposition, nous définissons les *antiflocs* correspondant aux régions où le grammage local est inférieur au grammage moyen (zones claires). La taille des flocs et les antiflocs définit l'*échelle mésoscopique* du papier.

- Mesure de la variabilité de grammage

La distribution du grammage local se mesure principalement à partir de techniques reposant sur l'atténuation d'onde électromagnétique (Farnood et al. 1995). Simple à mettre en œuvre, la lumière visible est très utilisée dans l'industrie (Kallmes and Ayer 1987). Cependant, la relation entre atténuation de la lumière visible et grammage n'est linéaire que pour des papiers de faibles densités ou faiblement raffinés et peu pressés (Sampson 2001), ce qui est le cas dans cette thèse. Pour les autres papiers, il faut alors faire des tomographies à rayons X ou à rayons β pour mesurer la variation locale de grammage (Cresson et al. 1990b, a). Contrairement à la lumière visible, les rayons X et rayons β traversent la matière. Leur absorption à travers une feuille de papier est directement proportionnelle à la quantité de fibres traversées, et donc au grammage local.

Les méthodes caractérisant la distribution de grammage local reposent sur une analyse d'images optiques de papiers éclairés en transmission. La distribution de grammage local est principalement caractérisée par le coefficient de variation de grammage local (Sampson 2001) $CV_x(\tilde{\beta})$ et défini comme :

$$CV_x(\tilde{\beta}) = \frac{\sigma_x(\tilde{\beta})}{\bar{\beta}} \quad (1.17)$$

avec $\sigma_x(\tilde{\beta})$ l'écart-type du grammage local dans une zone de taille x et $\bar{\beta}$ le grammage moyen du papier. Le coefficient de variation permet de connaître l'influence de la taille de la zone étudiée sur la variance du grammage.

Une autre méthode utilise la transformée de Fourier d'une image de papier qui peut être calculée pour estimer la puissance spectrale qui représente la contribution des différentes tailles de flocons dans la variabilité totale de l'image (Norman and Wahren 1972).

L'utilisation de *variogrammes* permet également de caractériser la distribution de grammage. Initialement développé dans le domaine de la géostatistique (Matheron 1965), le variogramme caractérise la corrélation spatiale d'une variable. L'intérêt d'une telle approche est que le variogramme donne accès à la fonction de covariance de la variable d'intérêt (détaillé dans le chapitre 3). Une fois identifiée, la fonction de covariance peut servir à modéliser un matériau hétérogène. Cette approche est utilisée dans cette thèse pour caractériser le grammage local et sera présentée en détails dans le chapitre 2.

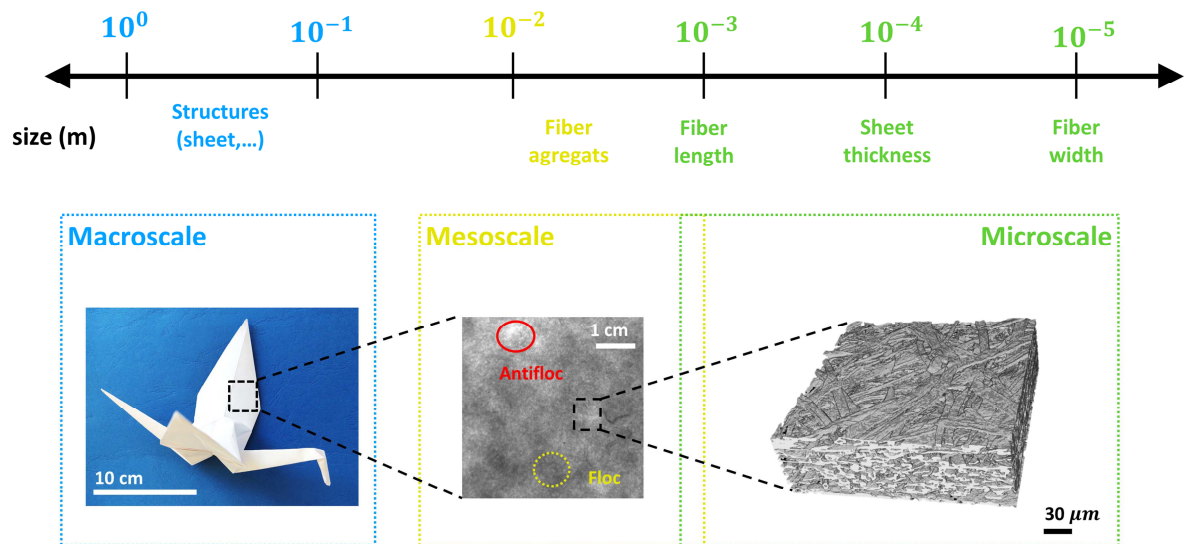


Figure 1 - 22 : Illustration des différentes échelles présentes dans le matériau papier.

Le papier est donc un matériau aux multiples échelles qu'il est nécessaire de définir. La Figure 1-22 résume l'ensemble des principales échelles présentes dans le papier :

- L'échelle microscopique correspond à l'échelle des fibres, dont le diamètre est de l'ordre d'une dizaine de micromètres et la longueur de l'ordre de quelques millimètres.
- L'échelle mésoscopique correspond à l'échelle des flocs et des antiflocs. En fonction de la formation, les tailles des flocs et des antiflocs est de l'ordre du millimètre au centimètre.
- L'échelle macroscopique est l'échelle du volume élémentaire représentatif de la feuille de papier pour laquelle ce dernier peut être considéré comme homogène.

Après avoir présenté les différentes échelles présentes dans le papier, les paragraphes suivants traitent de son comportement mécanique. On présente les principales propriétés mécaniques puis l'endommagement.

1.4.2. *Propriétés mécaniques du papier avant endommagement*

Le comportement mécanique dans le plan est présenté dans ce paragraphe. Après avoir décrits les comportements dans les régimes élastiques et plastiques, une discussion de l'influence du grammage local sur le comportement mécanique est proposée. Le comportement mécanique est décrit uniquement dans le cas d'une traction uniaxiale, ce qui est le cas dans cette thèse. Pour une description plus complète du comportement mécanique, le lecteur intéressé pourra se référer à (Gustafsson and Niskanen 2012).

1.4.2.1. Comportement du papier à la traction

A l'échelle macroscopique du papier, un modèle constitutif basé sur la mécanique des milieux continus peut être appliqué, ainsi que pour chacune des phases à l'échelle mésoscopique. A l'échelle microscopique, le caractère discret des fibres ne permet plus de se baser sur la mécanique des milieux continus, nous n'irons donc pas à cette échelle en terme de modélisation.

La Figure 1-23 montre une courbe de traction typique dans le plan en contrainte-déformation. La déformation ϵ est définie comme l'élongation de l'échantillon divisée par sa longueur initiale (calculée comme la distance initiale entre les mors de traction). La contrainte σ est calculée en divisant la force mesurée par la section de l'échantillon $A = w \times t$ avec w la largeur et t l'épaisseur de l'échantillon. L'épaisseur étant difficile à définir et non constante dans le matériau (voir 1.4.1.3), la contrainte ainsi définie ne représente donc pas la contrainte exacte mais une contrainte apparente, en considérant une épaisseur constante. Dans la littérature, la contrainte σ est parfois remplacée par la force linéique F/w correspondant à la fore mesurée divisée par la largeur de l'échantillon.

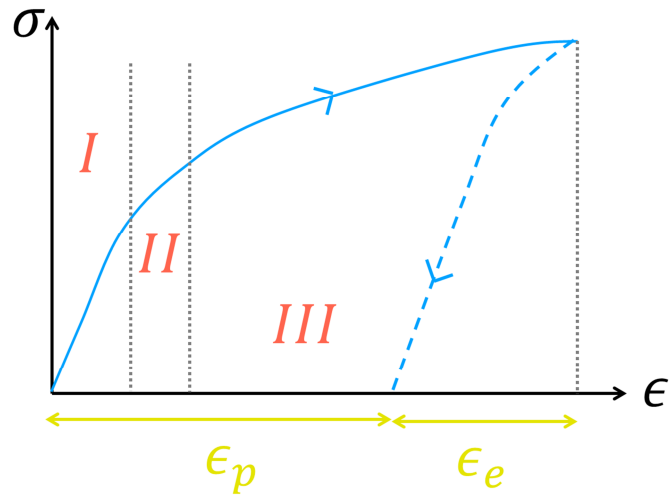


Figure 1 - 23 : Courbe de traction avec décharge en contrainte-déformation (σ vs. ϵ) typique du papier. Le régime élastique linéaire (I), élastique non linéaire (II) et plastique (III) sont représentés ainsi que les déformations élastiques ϵ_e et plastiques ϵ_p .

Le comportement mécanique du papier possède un régime élastique linéaire dans la première partie de la courbe (I), dû au comportement élastique des constituants des fibres et des liaisons. Au-delà de la limite élastique, typiquement située entre 2 et 20 MPa, des déformations élastiques non linéaires apparaissent (II). Les déformations plastiques apparaissent dans une troisième partie (III) et sont dues aux déformations plastiques des fibres causées par le glissement des microfibrilles.

- Domaine élastique

Dans la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation, le module d'Young E (MPa) est déterminé via la loi de Hooke :

$$\sigma = E \times \epsilon \quad (1.18)$$

Pour les papiers produits industriellement, le module d'Young est anisotrope dans le plan. Le module d'Young dans le sens marche E_{MD} est 2 à 4 fois plus grand que le module d'Young dans le sens travers E_{CD} (Gustafsson and Niskanen 2012) (Figure 1-24). Pour un papier impression industriel, les modules d'Young ont généralement des valeurs autour de 6 GPa dans le sens marche et 3 GPa dans le sens travers. Notons également que le module d'Young augmente avec la densité du papier (Gustafsson and Niskanen 2012).

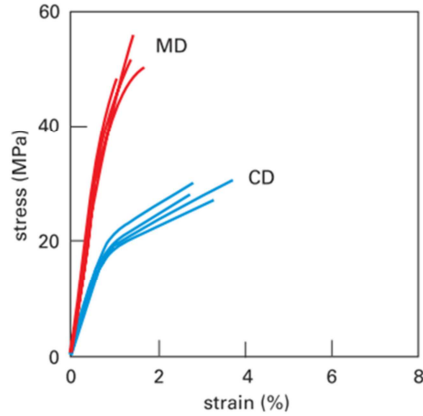


Figure 1 - 24 : Courbes de traction en contrainte-déformation dans les sens marche (MD) et travers (CD) (Gustafsson and Niskanen 2012)

L'épaisseur étant complexe à définir, le module d'Young calculé est un module d'Young apparent, en considérant l'épaisseur constante. En particulier, le module d'Young est toujours calculé à l'échelle macroscopique et la littérature ne fait pas état de modules d'Young à l'échelle mésoscopique, comme le module d'Young des floes et des antifloes, ce qui sera réalisé dans le chapitre 2.

- Déformations plastiques et viscoélasticité

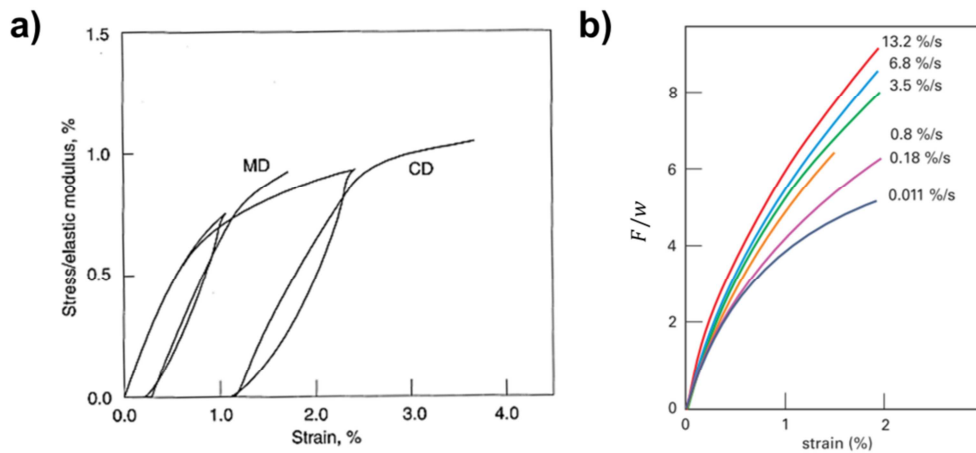


Figure 1 - 25 : (a) Courbe de charge-décharge en traction avec d'un papier dans les directions MD et CD (Niskanen and Karenlampi 1998). La contrainte est normalisée par le module d'Young (b) Courbe de traction du papier pour différents taux de déformation. (Gustafsson and Niskanen 2012). F/w correspond à la force linéique avec w la largeur de l'échantillon.

Lorsque le papier est soumis à des contraintes au-delà de la contrainte limite élastique et que la contrainte est relâchée, le papier ne revient pas à sa longueur d'origine. Le papier admet donc des déformations irréversibles (déformations plastiques). La Figure 1-25-a montre un essai de traction cyclique. Le module d'Young change relativement peu durant les cycles de charge/décharge, ce qui est synonyme d'absence d'endommagement. Les déformations plastiques ϵ_p peuvent donc se déduire directement à partir du module d'Young : $\epsilon_p = \epsilon - \frac{\sigma}{E}$. Cette formulation ne tient pas compte des déformations élastiques non linéaires qui ne représentent qu'une partie suffisamment faible des déformations non-linéaires pour les négliger. Cette hypothèse sera faite dans la suite de la thèse.

En tant que matériau visqueux, le comportement du papier comporte également une dépendance à la vitesse de déformation (Figure 1-25-b). En particulier, le module d'Young augmente avec la vitesse de déformation. Afin de s'affranchir de ce paramètre qui ne fait pas parti du cadre d'étude de cette thèse, nous veillerons à faire tous les essais à la même vitesse de déformation.

1.4.2.2. Influence de la mésostructure du papier sur son comportement mécanique en traction

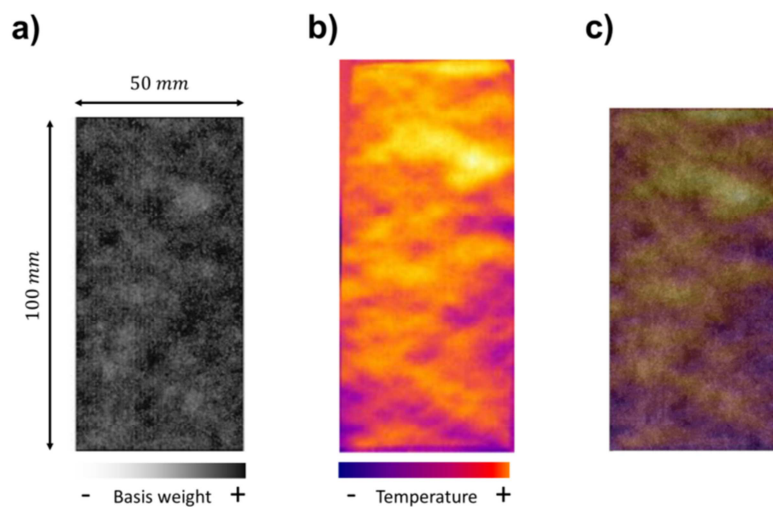


Figure 1 - 26 : (a) Variabilité de grammage d'un papier éclairé par transmission. (b) Thermographie de l'échantillon à 6% de déformation globale. (c) Superposition à l'échelle de la thermographie et de la variabilité de grammage. (Hagman 2016)

Wong et al. ont montré expérimentalement et numériquement que la déformation locale est d'autant plus grande que le grammage est faible (1996). La variabilité de grammage est donc à l'origine de l'hétérogénéité de la déformation qui se concentre dans les zones de faible grammage (les antiflocs). Plus récemment, Hagman (2016) a étudié le champ de température par thermographie infrarouge

(Figure 1-25). Il a montré que la variabilité de grammage était corrélée à la variation de température mesurée lors d'un essai de traction. L'augmentation de température correspond à une énergie dissipée lors des déformations plastiques. Les déformations se localisent dans les zones de faible grammage qui sont donc des lieux privilégiés de rupture du papier.

Le papier est donc un matériau au comportement mécanique complexe qui possède une réponse élastique pour des sollicitations modérées et des déformations plastiques lorsque celui-ci est soumis à des sollicitations plus élevées. Les contraintes et les déformations ne se développent pas de manière homogène et se concentrent dans les zones de faible grammage en traction.

Outre la viscoélasticité du papier qui rend son comportement mécanique sensible à la vitesse de sollicitation, d'autres paramètres comme la température ou le taux d'humidité n'ont pas été détaillés ici, mais participent à la complexité de la réponse mécanique. En particulier, si la température ne joue un rôle que modéré, le papier est un matériau sensible à l'humidité. On s'affranchit de l'étude de ce paramètre en s'efforçant de réaliser tous les essais à une humidité constante.

1.4.3. *Comportement du papier à l'endommagement*

L'objectif de ce paragraphe est de présenter les mécanismes d'endommagement du papier, les différentes modélisations, leurs limites et les principaux résultats de l'approche statistique de l'endommagement.

1.4.3.1. Comportement quasi-fragile du papier

- Effet d'échelle

En tant que matériau quasi-fragile, le papier est sujet aux effets d'échelles qui ont été présentés dans la partie 1.1. La Figure 1-27 montre les courbes force-déplacement pour deux échantillons de papier de différentes longueurs L (Tryding 1996). La courbe pour l'échantillon de plus grande taille ($L = 100 \text{ mm}$) présente une rupture brutale, tandis que l'échantillon de plus petite taille a un comportement post-pic adoucissant *i.e.* une propagation stable de l'endommagement.

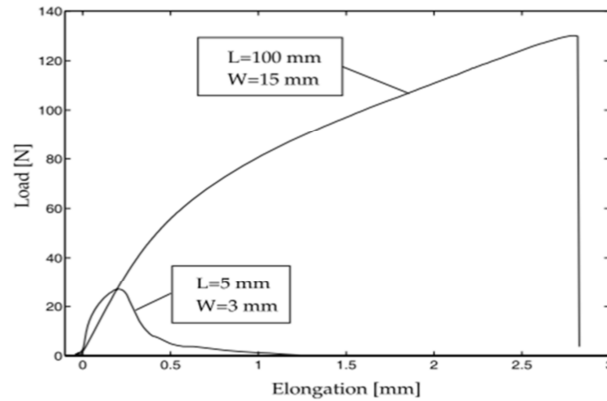


Figure 1 - 27 : Influence de la taille de l'échantillon sur la courbe de traction (Tryding 1996)

- Observation et mesure de la zone d'endommagement

L'endommagement du papier correspond à la rupture principalement des liens inter-fibres ou plus rarement à la rupture des fibres. En moyenne, un papier ordinaire contient par millimètre carré une centaine de fibres possédant chacune plusieurs dizaines de contacts fibre-fibre (Marulier et al. 2016). Il faut donc rompre plusieurs centaines de liens pour qu'une fissure se propage sur un millimètre. Ces ruptures de liens se localisent dans une zone d'endommagement (FPZ) qui s'étend sur quelques millimètres (Figure 1-28).

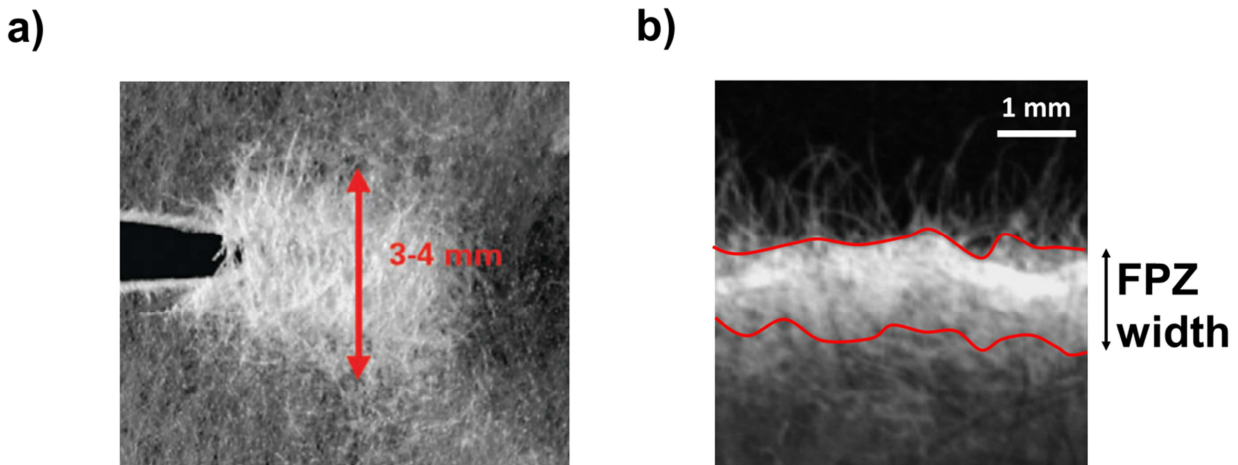


Figure 1 - 28 : FPZ d'échantillons de papier réalisés par un formeur de feuilles et imbibés de silicone (a) FPZ avant la propagation de la fissure (b)FPZ après rupture complète de l'échantillon (Gustafsson and Niskanen 2012)

Deux méthodes existent pour mettre en évidence l'endommagement. La première méthode repose sur une observation directe de l'endommagement en éclairant le papier (Kettunen and Niskanen 2000). Lors de la rupture des liens, de nouvelles surfaces des fibres sont exposées à l'air libre. La lumière incidente est donc davantage rétrodiffusée. Ainsi, lorsque le papier est éclairé par réflexion, la FPZ apparaît comme une zone plus claire (Figure 1-28-a). Le papier peut être imprégné de silicone ce qui diminue le coefficient de réflexion et permet d'augmenter le contraste lors de la création de la zone d'endommagement (Niskanen et al. 2001). La seconde méthode est d'utiliser l'émission acoustique qui a été présentée dans la section 1.3.1. Les principaux résultats de l'émission acoustique appliquée au papier seront détaillés dans la section 1.4.3.3.

L'observation directe par imprégnation de silicone a permis de mesurer la largeur moyenne de la zone d'endommagement après un essai de rupture (Figure 1-28-b). Il a été en particulier montré que la zone d'endommagement augmente avec la longueur des fibres (Niskanen et al. 2001). Isaksson a également déterminé la largeur de la FPZ par émission acoustique (Isaksson and Hagglund 2012). Cependant, aucune de ces approches ne permet de suivre le développement de la FPZ dans le matériau en même temps que la modification de sa structure (contournement ou pas par la fissure d'éventuels flocs par exemple). En effet, la mesure par observation directe n'a pour l'instant été obtenue qu'*a posteriori* tandis que l'émission acoustique, bien que réalisée au cours de l'essai, ne permet pas de suivre directement l'évolution de la microstructure. Dans cette thèse, nous proposons donc une méthode originale par traitement d'image qui permet une observation directe de l'évolution de la FPZ. Cette méthode sera présentée dans le chapitre 3.

- Influence de la variabilité du grammage sur les mécanismes de fissuration

Le chemin de fissure est influencé par la variabilité de grammage. En effet, les déformations se concentrent dans les antiflocs (Hagman 2016) et amènent progressivement l'endommagement à se localiser dans ces zones (Moffat et al. 1973). La fissure se propage donc préférentiellement dans les antiflocs en évitant les flocs. Plus récemment, Krasnoshlyk a étudié l'influence de la variabilité du grammage local sur la propagation de fissure en pointe d'entaille (Krasnoshlyk et al. 2018b, a). La Figure 1-29 présente les trajets de fissures pour des ruptures au voisinage d'un flocc et d'un antifloc. Une analyse d'image a été réalisée préalablement pour identifier par des formes d'ellipses les flocs (en rouge) et les antiflocs (en bleu). Pour l'ensemble des essais, les fissures ont tendance à se propager dans les antiflocs en évitant les flocs. Néanmoins, lorsque le grand axe de l'ellipse représentant le flocc est orthogonal à la direction de propagation de la fissure, celle-ci traverse le flocc (b). En effet, lorsque la fissure rencontre un flocc, elle a le choix de le traverser en restant en mode *I*, ce qui augmente localement l'énergie de fissuration puisque le flocc est plus épais que l'antifloc (cf Chapitre 2) ou de contourner le flocc pour rester dans l'antifloc avec une énergie de rupture plus petite mais sur un trajet de fissure plus grand et qui passe localement en mode *II*. Pour les échantillons sans entaille, l'amorçage de l'endommagement se fait dans le plus grand antifloc. Pour les échantillons avec entaille,

l'endommagement se fait au voisinage de l'entaille pour se propager ensuite à travers les antiflocs. Ces travaux ont aussi montré que la mésostructure avait plus d'influence sur la réponse du matériau lorsqu'une entaille est faite sur les échantillons. Les courbes de traction pour les échantillons (a) et (b) sont relativement proches contrairement aux courbes (c) et (d). L'énergie de fissuration est 2,1 fois plus grande, et le pic de traction est 2,2 fois plus haut pour l'échantillon (d) où la fissure contourne des floes que pour (c) où la fissure traverse un « couloir » d'antiflocs.

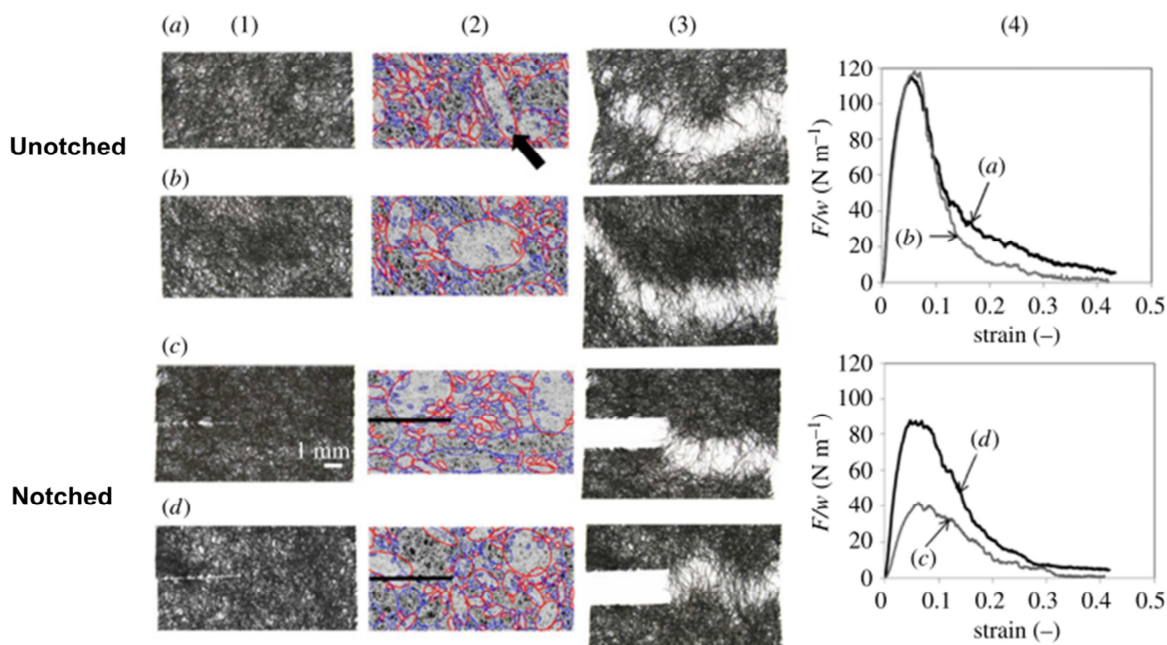


Figure 1 - 29 : (1) échantillon avant la traction (2) répartition des floes (en rouge) et des antifloes (en bleu). (3) échantillons endommagés. (4) courbes de traction associées. (Krasnoshlyk et al. 2018a)

1.4.3.2. Modélisation de l'endommagement

En pratique, la LEFM n'est valable que pour les échantillons de suffisamment grande largeur ($> 150 mm$), pour que l'échelle d'observation soit suffisamment grande devant la taille de la FPZ. Pour des échantillons plus petits, la LEFM n'est pas applicable.

Comme le papier est un ensemble de fibres, la pointe de fissure est un concept mal défini et la ténacité est donc difficile à mesurer (Seth and Page 1974). De plus, le papier admet des déformations plastiques qui dissipent de l'énergie en plus de l'énergie de fissuration. Ces déformations plastiques ne sont pas localisées que dans la zone d'endommagement et dépendent de la taille de l'échantillon. La méthode de l'énergie essentielle de fissuration (Seth 1995) permet de déterminer, à partir d'échantillons de différentes tailles, les contributions de l'énergie de fissuration et de déformations plastiques.

Une modélisation consiste à utiliser une LEFM modifiée (Coffin et al. 2013), en introduisant une taille de FPZ non-nulle afin de caractériser la contrainte à rupture de plusieurs échantillons de papier. Si cette modification a permis de mieux prévoir la contrainte à rupture, le modèle proposé par Coffin et al. reste un modèle élastique et il ne permet pas de suivre l'évolution de l'endommagement du matériau.

Les modèles d'endommagement non locaux ont été développés dans le cas des papiers de faible densité (Isaksson et al. 2004) (Isaksson and Dumont 2014). La Figure 1-30 présente la force au pic de traction en fonction de la longueur d'entaille a normalisée par la largeur des échantillons. Le modèle non local permet de mieux décrire le comportement à rupture au sens de la résistance à la traction que la LEFM. Cependant, la longueur interne utilisée dans le modèle non local provient d'un calage *a posteriori*, pour choisir la longueur interne la plus apte à reproduire les résultats expérimentaux. Il est alors nécessaire de trouver un lien entre la longueur interne et les longueurs caractéristiques présentes dans le papier pour que les modèles non locaux soient non-seulement explicatifs mais également prédictifs. Des études ont montré que la longueur interne semble être liée à la longueur des fibres (Isaksson et al. 2004) ainsi qu'au nombre de liens par fibres (Isaksson and Hägglund 2009). Cependant pour cette dernière étude, les résultats ont été comparés à une modélisation discrète d'un réseau de fibres et non à l'expérimental. De plus, ces études ne concernent que l'endommagement en pointe d'entaille et non au cours de la propagation de fissure. Il est donc indispensable de faire une comparaison des modèles non locaux avec l'expérimental durant la propagation de l'endommagement, ce qui sera réalisé dans le chapitre 3.

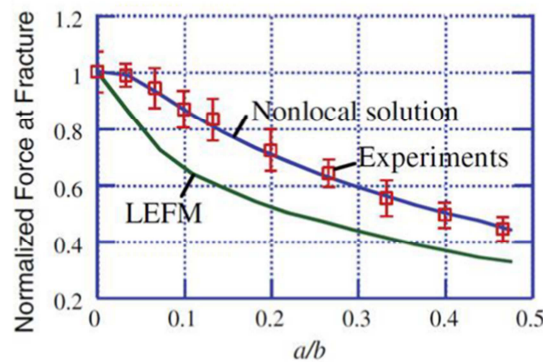


Figure 1 - 30 : Prévisions de la LEFM (vert) et du modèle d'endommagement non local (bleu) de la force au pic (échelle normalisée) pour des échantillons de largeur b et de longueur d'entaille a . Les résultats expérimentaux sont représentés en rouge (Hägglund and Isaksson 2006).

1.4.3.3. Propriétés statistiques du phénomène d'endommagement appliquées au papier

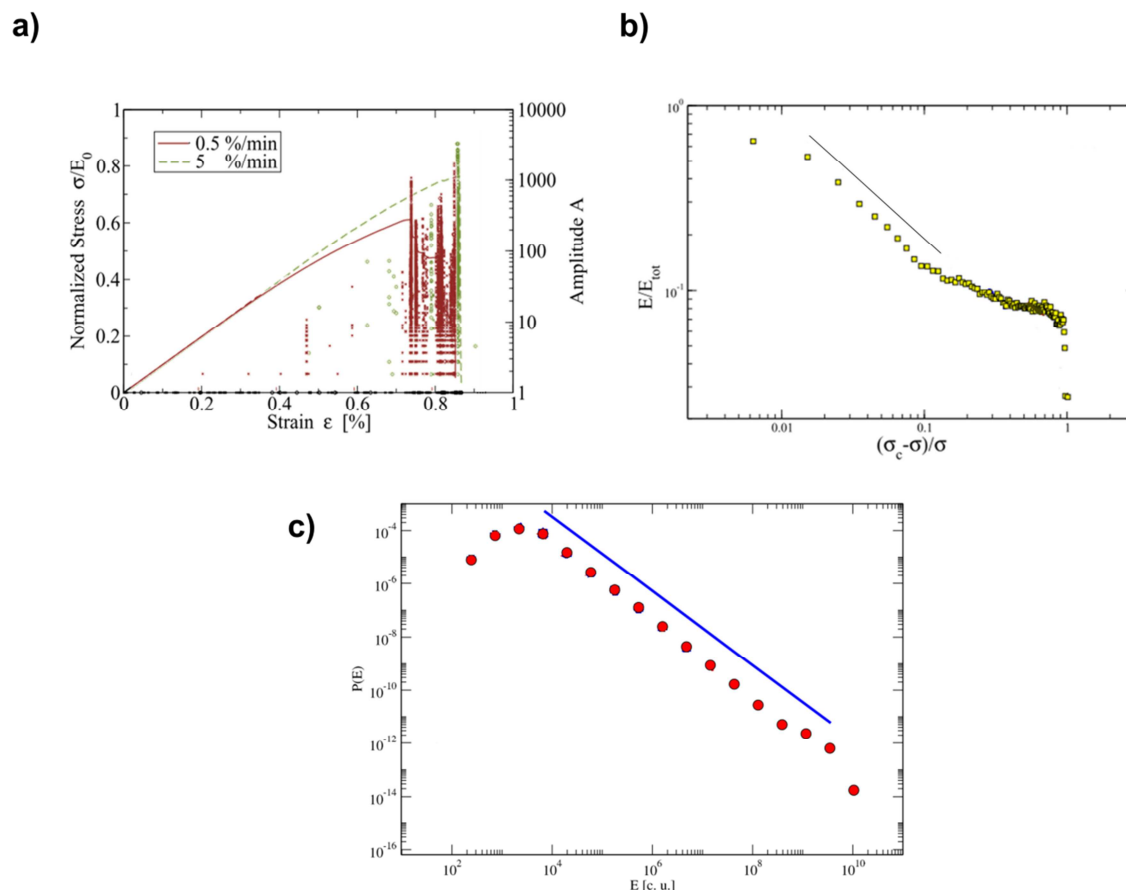


Figure 1 - 31 : (a) Courbes de traction et activités acoustiques associées dans deux essais de traction à taux de déformation différents (Salminen et al. 2002). (b) Energie cumulée normalisée de l'activité acoustique en fonction de la distance à la contrainte critique σ_c . (c) Distribution en énergie des évènements de rupture. (Rosti et al. 2010)

L'étude réalisée dans le chapitre 3 fera également intervenir les outils de physique statistique sur les évènements de rupture présentés plus haut. Plusieurs études basées sur l'émission acoustique sur le papier (Rosti et al. 2010)(Salminen et al. 2002)(Koivisto et al. 2007) ont montré que les lois puissances décrivant la répartition des évènements de rupture se vérifient pour le papier. La Figure 1-31-a montre l'activité acoustique mesurée lors de deux essais de traction sur des échantillons de papier, à différents taux de déformation. Dans le cas où le taux de déformation est le plus faible, la courbe admet un post-pic adoucissant où se concentre 90% des évènements de rupture mesurés. L'autre courbe n'admet pas de post pic adoucissant et il y a davantage d'évènements de rupture précurseurs au pic. Ce dernier cas a fait l'objet d'autres études où les statistiques des évènements de rupture ont été analysées. La Figure 1-31-b montre l'énergie dissipée cumulée des évènements précurseurs en fonction de leur distance au

pic $(\sigma - \sigma_c)/\sigma$. La courbe suit une loi puissance ce qui correspond à ce qu'à obtenu Guarino et al. sur le bois (Guarino et al. 1998). Les auteurs ont aussi montré que la distribution en énergie (Figure 1-31-c) suit une loi puissance similaire à celle trouvée pour d'autres matériaux.

1.5. Conclusions

Les matériaux quasi-fragiles, multi-échelles par nature, sont complexes à modéliser. La présence des hétérogénéités active des mécanismes à l'échelle microscopique dans une zone d'endommagement (FPZ) qu'il faut prendre en compte afin de modéliser correctement la rupture, et d'avoir des modèles prédictifs. Les modèles d'endommagement continus non locaux permettent cette modélisation en faisant intervenir une longueur interne. Si des améliorations ont été apportées aux modèles non locaux afin d'éviter un certain nombre de pathologies causées par la longueur interne constante, sa valeur n'est à ce jour pas encore reliée aux longueurs caractéristiques du matériau. Autour du débat de la « bonne » valeur se pose également la question de la mesure de cette longueur. La plupart des matériaux quasi-fragiles sont opaques à la lumière visible et la FPZ ne peut pas se mesurer directement au cours de l'endommagement. Les estimations de la longueur interne reposent donc sur des approches indirectes comme la calibration par problème inverse. La longueur interne, paramètre essentiel de l'endommagement à l'échelle microscopique, est donc calibrée pour satisfaire la bonne modélisation du comportement à l'échelle structurale et non par des considérations physiques.

Des outils de physique statistique, comme l'émission acoustique, ont montré leur intérêt dans l'étude de l'endommagement pour leur capacité à rendre compte des phénomènes à l'échelle microscopique. Ces outils permettent de connaître la distribution spatiale et temporelle des événements de rupture qui ont lieu à l'échelle de la microstructure. En particulier, on observe que les phénomènes de rupture répondent à des lois puissances communes quel que soit le matériau étudié, mettant en avant une propriété universelle du mécanisme d'endommagement. Cependant l'utilisation de telles techniques sur la plupart des matériaux ne permet pas à la fois d'observer la modification de microstructure en même temps que les événements de rupture, à cause de l'opacité de ces matériaux.

Le papier, matériau quasi-fragile, possède un certain nombre de qualités qui en font un très bon candidat pour la recherche de longueurs caractéristiques pertinentes dans le phénomène de rupture : propriétés optiques permettant de visualiser l'endommagement en même temps que la microstructure, essais réalisables à faibles coûts, facilités à pouvoir contrôler la mésostructure lors de sa formation, entre autres.

Chapitre 2

Analyse multi-échelles de la structure locale et des propriétés mécaniques des flocs et des antiflocs dans le papier

Table des matières

2.1.	Introduction	81
2.2.	Matériaux et méthodes.....	82
2.2.1.	Elaboration d'un papier multi-échelles	82
2.2.2.	Microtomographie à rayons X.....	83
2.2.3.	Quantification structurale.....	86
2.2.4.	Représentativité de la variabilité spatiale des données	89
2.2.5.	Propriétés mécaniques : détermination de la variation locale du module d'Young à l'échelle de la mésostructure	94
2.3.	Analyse structurale à l'échelle macroscopique.....	96
2.4.	Analyse structurale à l'échelle mésoscopique d'un flocc et d'un antifloc	98
2.4.1.	Analyse du flocc	98
2.4.2.	Analyse de la transition flocc-antifloc	100
2.4.3.	Analyse de l'antifloc	101
2.4.4.	Comparaison des épaisseurs standard et des épaisseurs mesurées par la méthode de la rolling ball	103
2.5.	Analyse structurale à l'échelle microscopique d'un flocc et d'un antifloc	105

2.5.1.	Détermination du Volume Élémentaire Représentatif mésoscopique pour l'étude des propriétés structurales à l'échelle des fibres.....	105
2.5.2.	Profil de porosité	106
2.5.3.	Profil d'orthotropie et d'orientation des longues fibres.....	107
2.6.	Propriétés mécaniques des flocs et des antiflocs.....	110
2.7.	Conclusions	113

Une partie des résultats de ce chapitre ont été obtenus lors de l'encadrement du stage de licence de Fanta Goita qui a réalisé les essais de traction présentés en fin de chapitre. Les échantillons de papiers ont été fabriqués par Monika Król lors de son stage e master.

2.1. Introduction

Sur la base des constats et conclusions du chapitre précédent, on propose dans ce chapitre d'étudier l'influence de la mésostructure sur les propriétés structurales et mécaniques du papier. En effet, cette influence reste méconnue et la mésostructure n'est à ce jour pas représentée dans les modèles d'endommagement du papier. L'objectif de ce chapitre est également d'identifier les longueurs caractéristiques présentes dans le papier afin de proposer dans le chapitre suivant une modélisation du papier prenant en compte sa mésostructure.

Dans un premier temps, une description du papier utilisé ainsi que les méthodes employées sont présentées. L'analyse structurale des résultats est décomposée par échelle, à savoir :

- une analyse macroscopique où les longueurs caractéristiques de la mésostructure sont identifiées,
- une analyse mésoscopique où les différents constituants de la mésostructure (flocs, antiflocs et leur transition) sont analysés,
- une analyse microscopique où les propriétés structurales (porosité et orientation des fibres) des flocs et des antiflocs sont analysées.

La dernière partie du chapitre est consacrée à l'analyse des propriétés mécaniques des flocs et des antiflocs.

2.2. Matériaux et méthodes

Cette partie a pour objectif de présenter le matériau utilisé, les différents dispositifs et les méthodes d'analyses employées.

2.2.1. *Elaboration d'un papier multi-échelles*

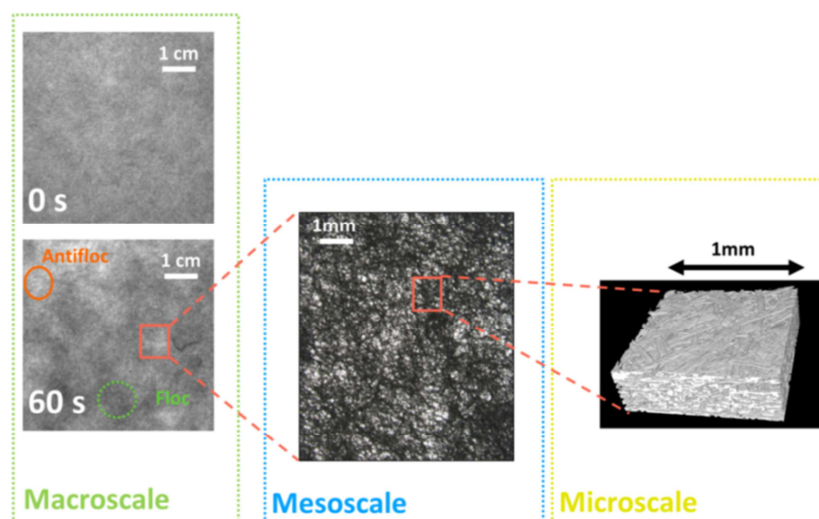


Figure 2 - 1 : Structure multi-échelles du papier. Echelle macroscopique : Images de papiers éclairés par transmission avec l'analyseur de formation Techpap®. (haut) papier avec formation uniforme (bas) papier avec formation hétérogène. Echelle mésoscopique : Image au microscope optique en transmission. Correspond à l'échelle de la formation. L'échelle microscopique : Tomographie à rayons X du papier. Correspond à l'échelle de la taille des fibres.

Un papier a été spécialement fabriqué pour cette étude avec le formeur de feuilles de type Rapid-Köthen dont le principe a été détaillé dans la Figure 1-19. Ce papier est composé de fibres souples à partir d'essences de résineux et a un grammage moyen de 60 g.m^{-2} . La distribution de la longueur et du diamètre des fibres a été mesurée à l'aide d'un appareil MOrFI (Techpap, Grenoble, France) (Moral et al. 2010). La longueur moyenne des fibres est de $1,359 \text{ mm}$ (écart-type de $0,9 \text{ mm}$) et le diamètre moyen des fibres est de $31 \mu\text{m}$ (écart-type de $12 \mu\text{m}$). Le temps d'amortissement de la turbulence de 60 secondes permet de générer un papier avec une formation hétérogène dont les longueurs caractéristiques seront déterminées dans ce chapitre. Dans ce sens, le papier retenu est faiblement raffiné pour permettre la correspondance entre la variabilité de grammage et l'atténuation de la lumière diffusée par transmission (Sampson 2001).

Pour visualiser la formation sur la feuille de papier, cette dernière est éclairée en transmission par l'analyseur de formation Techpap® (Pagora, Grenoble, France). L'appareil fournit une image en niveaux de gris de 256×256 pixels pour un champ de vue de 10 cm de côté (Figure 2-1, échelle macroscopique). On peut y distinguer les flocs (zones sombres) et les antiflocs (zones claires).

Sur ces images, on peut observer la structure multi-échelles des papiers élaborés (Figure 2-1), à savoir :

- Une mésostructure (formation), constituée de flocs et d'antiflocs dont les caractéristiques sont contrôlées par le temps d'amortissement de la turbulence (voir partie 1.4).
- Une microstructure constituée de fibres.

2.2.2. Microtomographie à rayons X

2.2.2.1. Préparation des échantillons et conditions d'imagerie

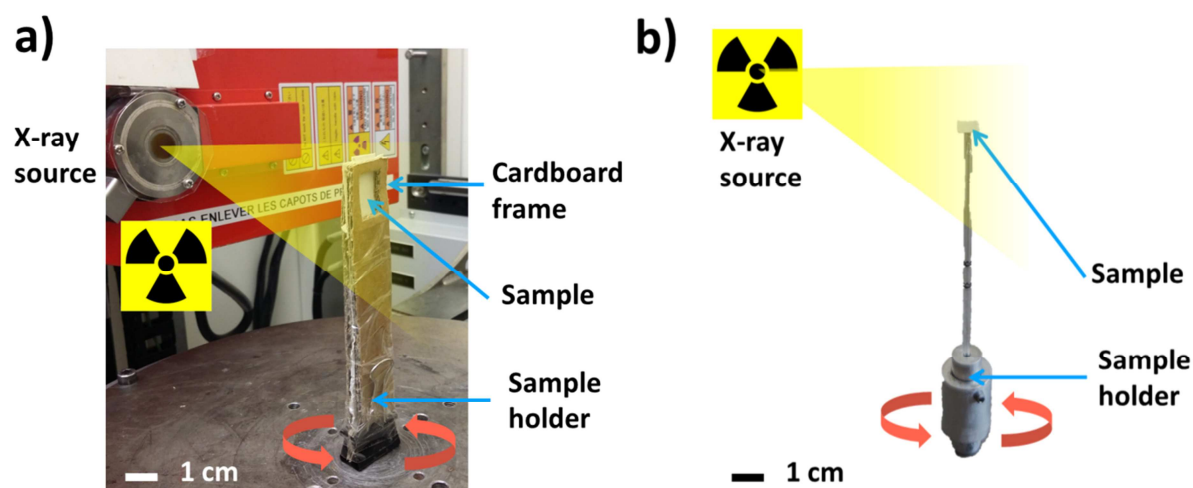


Figure 2 - 2 : Photographies des montages des échantillons sur différents tomographe. (a) microtomographe du Laboratoire 3SR : Les échantillons sont montés verticalement sur un porte-échantillon en carton collé directement sur la plateforme du tomographe. Une fenêtre a été découpée dans le porte-échantillon. (b) tomographe de l'ESRF : Les échantillons sont montés horizontalement et collés au porte-échantillon vertical à l'aide d'un adhésif double-face.

Les échantillons de flocs et d'antiflocs ont été délimités visuellement en éclairant la feuille de papier par transmission (Figure 2-1, échelle macroscopique). Différents flocs et antiflocs présentés plus bas ont été découpés avec des ciseaux et montés sur des porte-échantillons en prenant soin de manipuler les échantillons avec des gants pendant toute l'expérience afin de ne pas leur transmettre de l'humidité.

La tomographie à rayons X a été utilisée afin d'obtenir des images d'échantillons aux échelles mésoscopiques et microscopiques.

L'analyse mésoscopique a été effectuée sur des images obtenues sur le microtomographe du laboratoire 3SR (Grenoble, France). Un flocc (échantillon nommé F1), un antifloc (AF1) et une zone de transition (T1) entre un flocc et un antifloc, dont les dimensions sont de l'ordre du centimètre, ont été montés verticalement et pris entre les deux cadres en carton du porte-échantillon (Figure 2-2-a). Les échantillons ont été scannés à une taille de voxel de $8 \mu m$ pour un champ de vue de $7 \times 7 mm$ dans le plan des échantillons F1 et AF1 ($12 \times 7 mm$ pour T1).

Comme la taille de voxel du tomographe du laboratoire 3SR n'est pas assez élevée pour étudier finement l'évolution de la porosité et l'orientation des fibres dans l'épaisseur, l'analyse microscopique a été réalisée sur des images acquises sur la ligne ID19 de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France). Un flocc (F2) et un antifloc (AF2) ont été collés sur un Post-It® et montés horizontalement sur le porte-échantillon (Figure 2-2-b). Les échantillons ont été scannés à une taille de voxel de $0,65 \mu m$ pour un champ de vue de $1528 \times 1528 \mu m$ dans le plan des échantillons.

L'ensemble des conditions d'acquisition des différentes tomographies est récapitulée dans le Tableau 2-1.

	Mesoscale	Microscale
X-ray Tomograph	3SR Laboratory	ESRF - ID19 beamline
Samples	Floc (F1), Antifloc (AF1), Transition (T1)	Floc (F2), Antifloc (AF2)
Voxel size (μm^3)	$8 \times 8 \times 8$	$0,65 \times 0,65 \times 0,65$
X-ray characteristics	$100 kV, 100 \mu A$	$19 keV$
Number of projections	1120	2500
Scan duration	3 h	5 min
Volume imaged (μm^3)	$7000 \times 7000 \times e$ (F1/AF1) $12000 \times 7000 \times e$ (T1)	$1528 \times 1528 \times e$

Tableau 2 - 1 : Paramètres d'acquisition des tomographies. e est l'épaisseur de l'échantillon scanné.

2.2.2.2. Préparation des données

Dans ce chapitre, l'axe z correspond à la direction de l'épaisseur du papier. Les axes x et y correspondent au plan de l'échantillon. La tomographie donne des images en niveaux de gris (représentées sur la Figure 2-3-a). Afin de séparer la phase solide de la phase poreuse et d'étudier quantitativement la méso et microstructure du papier, les images ont été segmentées (*i.e.* binarisées) à l'aide d'une technique de seuillage. La Figure 2-3 présente la technique de seuillage des images sur un échantillon acquis sur le tomographe ESRF pris pour exemple. L'historgramme typique d'une image obtenue en niveaux de gris est représenté sur la Figure 2-3-b. Sur cet histogramme, on peut observer que la distribution des niveaux de gris présente deux groupes de valeurs. Les voxels les plus clairs correspondent aux fibres tandis que les voxels les plus sombres correspondent aux pores. Les images en niveaux de gris sont binarisées en appliquant un seuil dont la valeur se situe entre les deux maxima de l'historgramme. La valeur précise du seuil est ajustée en jugeant visuellement la qualité de l'image segmentée (ajouté en rouge sur l'image d'origine par souci de clarté sur le bas de la Figure 2-3-b). Les valeurs de gris inférieures à la valeur seuil sont transformées en noir (correspondant aux pores), les valeurs supérieures sont transformées en blanc (correspondant aux fibres) (Figure 2-3-c).

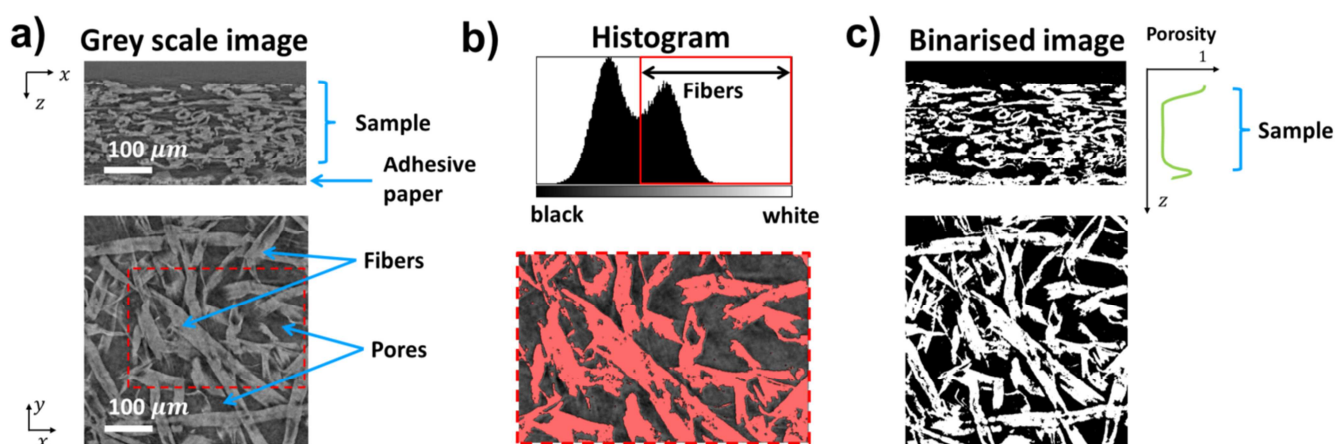


Figure 2 - 3 : Illustration du processus de segmentation des images issues des scans par tomographie. (a) Images initiales en niveaux de gris dans l'épaisseur (en haut) et dans le plan de l'échantillon (en bas). (b) Histogramme de l'image en niveau de gris avec le seuil choisi pour la segmentation (en haut). Dans l'image en niveaux de gris, seuls les voxels dont le niveau de gris est supérieur au seuil sont coloriés en rouge (en bas). (c) Images binaires correspondantes après segmentation. Les zones blanches correspondent aux fibres, les zones noires correspondent aux pores. Le profil typique de porosité dans l'épaisseur est représenté à droite.

2.2.3. Quantification structurale

2.2.3.1. Epaisseur standard

A l'échelle macroscopique, l'épaisseur du papier a été obtenue par une mesure standard (ISO 534 :2011). 35 mesures sont effectuées à différents endroits des échantillons de papier. L'épaisseur standard est définie comme la moyenne de ces mesures. On considèrera que le nombre de mesures est suffisant pour que la moyenne soit représentative.

2.2.3.2. Epaisseur effective

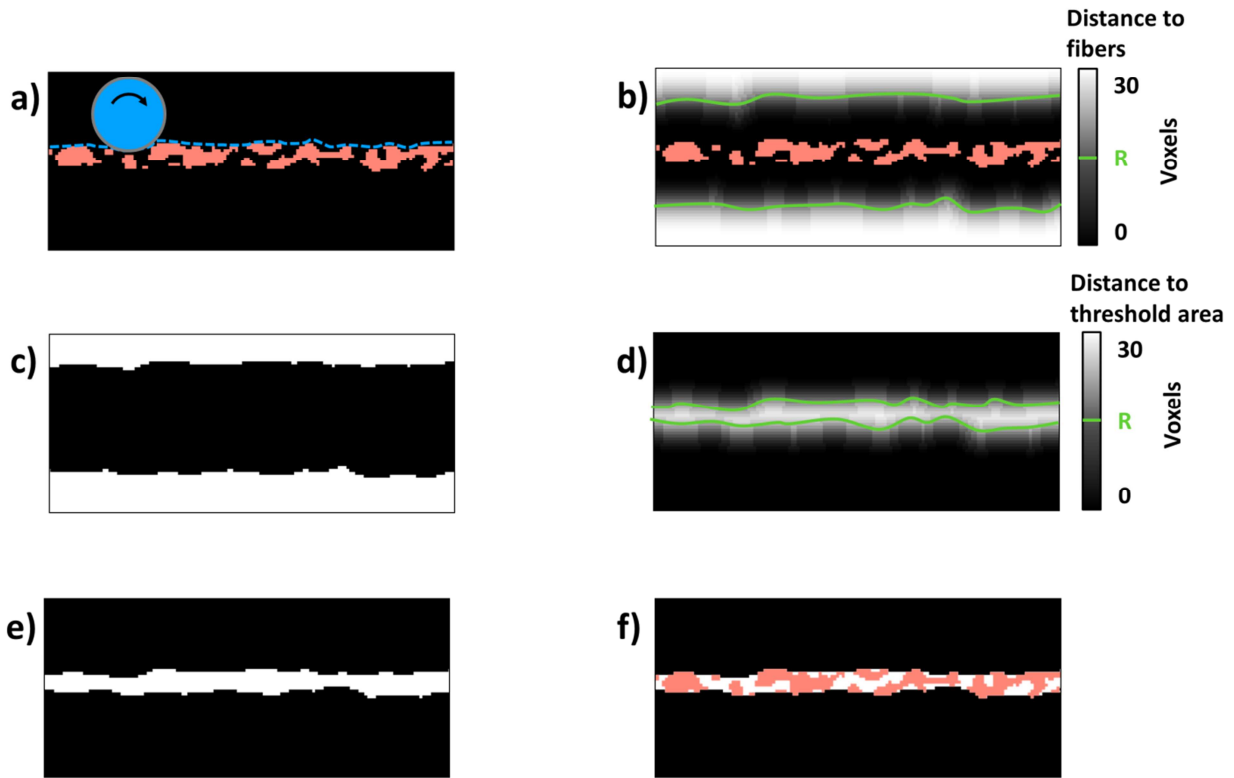


Figure 2 - 4 : Etapes successives de la méthode par « rolling ball ». (a) Image originale segmentée où les fibres sont indiquées en rouge. La « rolling ball » est représentée schématiquement ainsi que la ligne délimitant l'enveloppe de l'échantillon. (b) Carte de distance sur la phase vide. (c) Carte de distance segmentée par un seuil R. La valeur du seuil (nombre de voxels) correspond au rayon de la « rolling ball ». (d) Carte de distance. (e) Carte de distance segmentée par le seuil R. (f) Résultat final montrant les fibres et l'enveloppe.

La mesure locale de l'épaisseur a été obtenue par traitement d'images sur les images segmentées du floc (F1), de l'antifloc (AF1) et de la zone de transition (T1) sur les images à une taille de voxel de $8 \mu\text{m}$. En raison de la complexité de la structure du papier et de la taille de voxel, la mesure de l'épaisseur est délicate car les deux surfaces du papier ne sont pas bien définies. La méthode dite de la « rolling ball » est utilisée ici pour déterminer les surfaces. Dans cette méthode, les surfaces sont définies comme une enveloppe que trace une balle roulant sur l'échantillon de rayon R (Svensson and Aronsson 2003)(Sternberg 1983). Le principe de la « rolling ball » est présenté dans la Figure 2-4. Le rayon R de la balle a été pris égal à 15 voxels (soit environ $120 \mu\text{m}$) pour être plus grand que la largeur des fibres afin de lisser les surfaces et obtenir une enveloppe du réseau de fibres. Une carte de la distance aux fibres est déterminée dans la phase du vide (Figure 2-4-b). Un seuil de valeur R est appliqué à la carte de distance (Figure 2-4-c). Une carte des distances est déterminée sur le seuillage obtenu (Figure 2-4-d). Un seuil de valeur R est appliqué sur l'image seuillée (Figure 2-4-e). Les surfaces obtenues sont considérées comme une bonne approximation de l'enveloppe du papier (Figure 2-4-f).

2.2.3.3. Profil de porosité

La porosité est mesurée dans un volume numérique comme le rapport entre le nombre de voxels de la phase poreuse et le nombre total de voxels du volume. Pour déterminer le profil de porosité dans l'épaisseur, la porosité est évaluée pour chaque tranche ($l \times l \times \Delta z \mu\text{m}^3$) du volume imagé perpendiculairement à l'axe z . Δz correspond à la taille du voxel et l la largeur de la section considérée.

Le profil de porosité est déterminé dans l'épaisseur pour les échantillons F2 et AF2 imagés à $0,65 \mu\text{m}$. La forme du profil typique de porosité est présentée pour illustration dans la Figure 2-3. Les bornes du profil de porosité, définissant ainsi les limites de l'échantillon, sont définies comme suit : la limite supérieure est définie comme étant la cote z où la porosité commence à diminuer à partir de 1. En raison de la présence du Post-It®, le profil de porosité n'est pas symétrique et la porosité n'est pas égale à 1 à la limite inférieure mais présente un maximum local au passage de l'échantillon au Post-It®. La limite inférieure de l'échantillon est donc définie à ce maximum.

2.2.3.4. Identification de l'orientation des éléments de fibres les plus longues

Une approche a été développée pour analyser l'orientation locale et dans l'épaisseur des fibres sur les échantillons F2 et AF2. L'analyse de l'orientation des fibres repose sur l'utilisation d'un filtrage directionnel (avec un élément structurant de type « ligne » de taille L et d'angle θ) pour ne conserver que les éléments des échantillons orientés dans la direction θ . La méthode pour obtenir le profil

d'orientation des éléments de fibres les plus longues est décrite dans la Figure 2-5. L'orientation privilégiée des éléments de fibres les plus longues est évaluée pour chaque tranche ($l \times l \times \Delta z \mu m^3$) du volume imagé perpendiculairement à l'axe z . Une tranche est filtrée par un élément ligne de longueur L voxels et d'angle θ par rapport à l'axe x (Etape 1). La longueur L la plus adéquate fera l'objet d'une étude dans ce chapitre. On définit, la notion d'absorption du filtrage A_b comme étant la fraction des voxels appartenant aux fibres qui ne sont pas éliminées par le filtrage (Etape 2). Une absorption de 1 signifie que le filtre a conservé tous les voxels des fibres. Au contraire, une absorption de 0 signifie que le filtrage n'a conservé aucun voxel. En faisant un filtrage de la tranche pour tout angle compris entre 0 et 180° , on peut tracer le profil d'absorption en fonction de θ . L'orthotropie O_r se calcule comme le rapport des absorptions à θ et $\theta + 90^\circ$ (Etape 3). Ce rapport permet de quantifier le niveau d'orientation des éléments des fibres les plus longues en regardant l'orthotropie maximale $O_{r_{max}}$ et l'angle θ_{max} associés (Etape 4) : plus les longues fibres sont orientées, plus l'orthotropie maximum est élevée. En réitérant cette analyse d'image pour chaque tranche du volume, on peut obtenir les profils d'orthotropie et d'orientation des éléments de fibres les plus longues dans l'épaisseur (Etape 5).

Les fibres dont la longueur est plus petite que L sont filtrées quelle que soit l'orientation θ . Ainsi, cette approche s'intéresse à l'orientation des éléments plus grands que L , c'est pourquoi on parlera de « l'orientation des fibres les plus longues ».

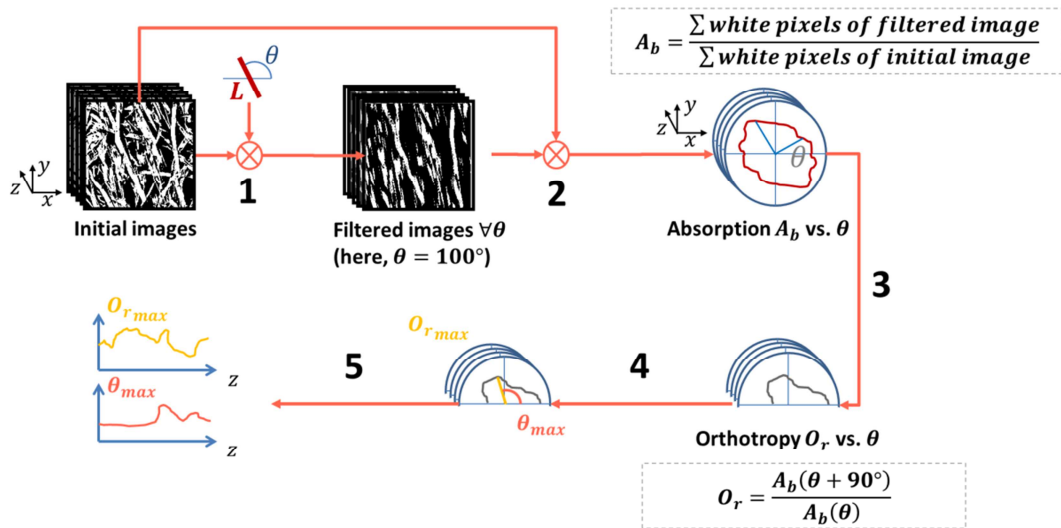


Figure 2 - 5 : Description de l'algorithme utilisé pour déterminer l'orientation des fibres. L'algorithme suivant est appliqué à chaque tranche ($l \times l \times \Delta z$) dans l'épaisseur de l'échantillon. Δz est la taille d'un voxel et l la taille de la section du plan analysée. (1) $\forall \theta \in [0, 180^\circ]$, la tranche est filtrée par un élément structurant ligne de longueur L voxels et faisant un angle θ avec l'axe x . (2) Calcul de l'absorption $A_b(\theta)$ pour chaque tranche comme la fraction restante des voxels de la phase des fibres (3) Calcul de l'orthotropie $O_r(\theta)$ pour chaque tranche. (4) Les valeurs du maximum d'orthotropie $O_{r_{max}}$ et de l'angle correspondant θ_{max} sont déterminées. (5) Evolution selon z de $O_{r_{max}}$ et de θ_{max} . Ces deux évolutions sont respectivement appelées « profil d'orthotropie » et « profil d'orientation » de l'échantillon.

2.2.4. Représentativité de la variabilité spatiale des données

2.2.4.1. Volume Élémentaire Représentatif (VER)

Les dimensions des sections analysées sur chaque tranche de l'échantillon dans le plan (x, y) doivent être suffisamment grandes par rapport à la taille des fibres (Rolland du Roscoat et al. 2007), *i.e.* correspondre à un Volume Élémentaire Représentatif (VER) mésoscopique, pour s'assurer que les quantités étudiées soient représentatives du milieu à l'échelle mésoscopique. Le VER a été déterminé par une approche déterministe (Rolland du Roscoat et al. 2007) en faisant une étude de l'influence de la taille de la tranche ($l \times l \times \Delta z \mu m^2$) sur la porosité et qui sera présentée dans la partie 2.5.1. La dimension de la section l au-delà de laquelle la porosité n'est plus influencée par la taille de la section définit la taille du VER à l'échelle mésoscopique.

2.2.4.2. Description de la variabilité spatiale à l'aide des variogrammes

Dans le cas présent, on cherche à caractériser la variabilité spatiale de structure du papier à plusieurs échelles en utilisant :

- Pour l'échelle macroscopique, les images en niveaux de gris du papier éclairé en transmission.
- Pour l'échelle mésoscopique, les cartographies d'épaisseurs locales obtenues par la méthode de la « rolling ball ».

Le point de départ est de considérer ces images et cartographies comme des réalisations de champs aléatoires dont il s'agit d'estimer les paramètres d'une loi de probabilité qui décrit la distribution spatiale de ces champs, c'est-à-dire la moyenne μ , l'écart-type σ des variables aléatoires du champ et la fonction de covariance $\mathcal{C}(\mathbf{x}, \mathbf{x}')$ entre ces variables. La moyenne et l'écart-type peuvent être estimés en traçant l'histogramme des images et des cartographies. Il reste donc à identifier le modèle de covariance. Cette identification s'appuie sur une méthode développée dans le domaine de la géostatistique minière, en estimant un *variogramme* à partir d'observations du champ (Matheron 1965)(Jeulin 2000).

- Définitions

Le variogramme permet de caractériser la variabilité spatiale d'une propriété physique d'un matériau.

Soit $Z = (Z(\mathbf{x}))_{\mathbf{x} \in D}$ un champ aléatoire sur un domaine D à valeurs dans \mathbb{R} . La nature de \mathbf{x} peut-être scalaire, vectorielle ou tensorielle selon le champ aléatoire étudié. Dans le cas présent, les mesures

correspondent à des cartographies 2D d'épaisseurs ou de niveaux de gris, ainsi D est un ensemble fini de \mathbb{R}^2 .

Soit Ω l'ensemble des différences possibles $Z(\mathbf{x}_i) - Z(\mathbf{x}_j)$ entre deux variables $\{Z(\mathbf{x}_i), Z(\mathbf{x}_j)\}$ du champ Z associées aux points \mathbf{x}_i et \mathbf{x}_j . Le variogramme théorique, noté γ , du champ Z est défini comme la moitié de la variance V de la différence des variables de Ω :

$$\gamma(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}_j) = \frac{1}{2} V[Z(\mathbf{x}_i) - Z(\mathbf{x}_j)] \quad (2.1)$$

La fonction de covariance $C(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}_j) = Cov[Z(\mathbf{x}_i), Z(\mathbf{x}_j)]$ du champ Z est reliée au variogramme par l'expression :

$$\gamma(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}_j) = \frac{1}{2} (V[Z(\mathbf{x}_i)] + V[Z(\mathbf{x}_j)]) - C(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}_j) \quad (2.2)$$

En faisant l'hypothèse d'un champ aléatoire stationnaire, le variogramme ne dépend que de la distance euclidienne $h = |\mathbf{x}_i - \mathbf{x}_j|$ entre les deux points. En rajoutant l'hypothèse d'un champ isotrope, on obtient $V[Z(\mathbf{x}_i)] = V[Z(\mathbf{x}_j)] = C(0) = \sigma^2$. Avec ces hypothèses, la relation (2.2) devient :

$$\gamma(h) = \sigma^2 - C(h) \quad (2.3)$$

Etudier le variogramme d'un champ aléatoire revient donc directement à étudier la covariance de ce champ.

- Propriétés du variogramme d'un champ aléatoire stationnaire isotrope

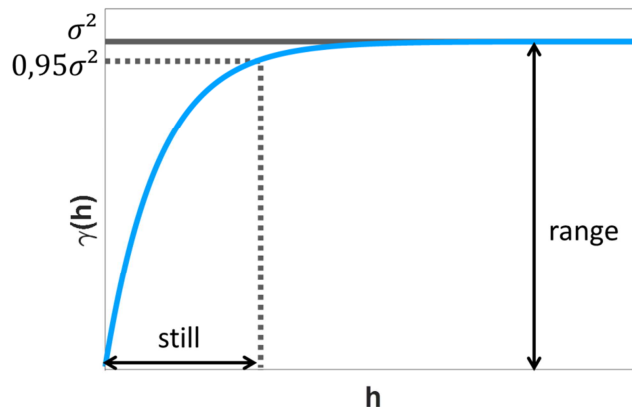


Figure 2 - 6 : Courbe représentative d'un variogramme $\gamma(h)$ (forme arbitraire pour l'exemple) pour un champ aléatoire stationnaire et isotrope. Le « range\palier » et « still\portée » sont les paramètres du variogramme. L'hypothèse de stationnarité implique que le variogramme est borné et croît jusqu'à un palier, qui est égal à la variance du champ σ^2 dans le cas isotrope.

Avec l'hypothèse de stationnarité, le variogramme est borné et croit jusqu'à une valeur *palier* (Figure 2-6). Cette valeur correspond à la variance σ^2 du champ aléatoire si celui-ci est isotrope. La distance nécessaire pour atteindre le palier est appelée la *longueur de corrélation empirique* ou *portée*. Dans la plupart des cas, le palier est atteint de manière asymptotique. Dès lors, on définit une *portée pratique* (*still*) correspondant à la distance nécessaire pour atteindre une valeur égale à 95% du palier.

- Variogramme expérimental

La définition du variogramme (2.1) permet de l'estimer directement à partir d'observations $\{z(\mathbf{x}_1), z(\mathbf{x}_2), \dots, z(\mathbf{x}_m)\}$ du champ aléatoire aux points $\{\mathbf{x}_1, \mathbf{x}_2, \dots, \mathbf{x}_m\}$ du domaine D , on parle alors de *variogramme expérimental*. L'estimation de ce variogramme expérimental est donnée par :

$$\hat{\gamma}(h) = \frac{1}{2N(h)} \sum_{|\mathbf{x}_i - \mathbf{x}_j| = h} (z(\mathbf{x}_i) - z(\mathbf{x}_j))^2 \quad (2.4)$$

où $N(h)$ est le nombre de paires d'observations distantes de h .

Dans notre cas, on rappelle que les champs aléatoires s'apparentent à des cartographies (niveaux de gris, épaisseur) dans le plan (x, y) . Les points d'observations \mathbf{x}_i ayant des coordonnées s'exprimant dans la base cartésienne (x, y) , il est commode de tracer $\hat{\gamma}_x$ et $\hat{\gamma}_y$, les variogrammes expérimentaux respectifs dans les deux directions du plan (x, y) :

$$\hat{\gamma}_x(h) = \frac{1}{2N_x(h)} \sum_{\substack{|\mathbf{x}_i - \mathbf{x}_j| = h \\ \mathbf{x}_i, \mathbf{y}_i, \mathbf{x}_j \in \mathbb{R}^3}} (z(x_i, y_i) - z(x_j, y_i))^2 \quad (2.5)$$

$$\hat{\gamma}_y(h) = \frac{1}{2N_y(h)} \sum_{\substack{|\mathbf{y}_i - \mathbf{y}_j| = h \\ \mathbf{x}_i, \mathbf{y}_i, \mathbf{y}_j \in \mathbb{R}^3}} (z(x_i, y_i) - z(x_i, y_j))^2 \quad (2.6)$$

où les coordonnées (x_i, y_i) des points d'observations sont exprimées dans la base cartésienne (x, y) . Et $N_x(h)$ et $N_y(h)$ sont les nombres des paires d'observations distantes de h respectivement dans les directions x et y .

La Figure 2-7-a illustre le calcul de (2.5) pour $h = 2$ à partir d'un cas simple constitué d'un domaine d'étude de 4×4 observations. Les carrés de la différence de chaque paire de points sont sommés. On remarque que chaque paire de points apparaît deux fois. On comprend alors pourquoi il y a toujours un facteur $1/2$ dans la formule du variogramme.

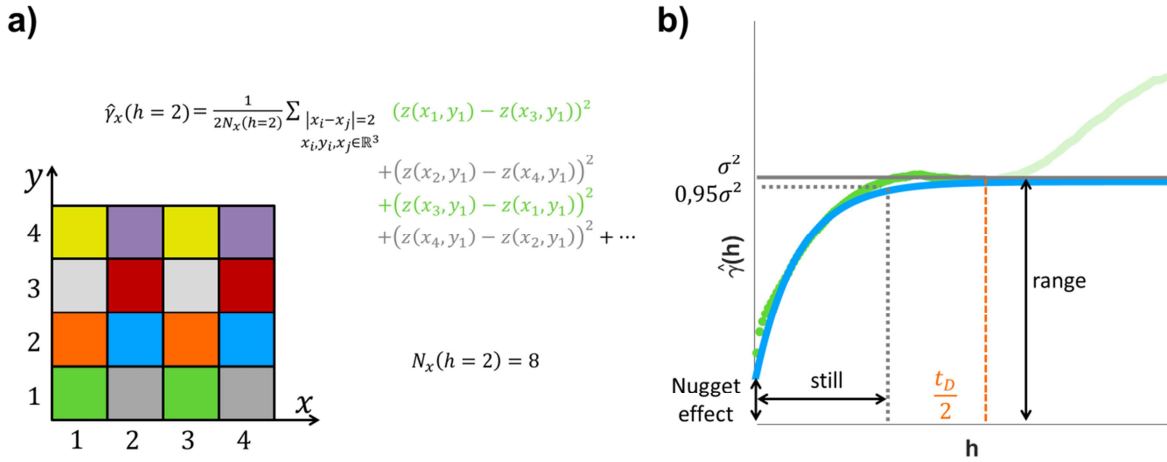


Figure 2 - 7 : (a) Illustration du calcul de $\hat{\gamma}_x$ pour $h = 2$ et un domaine d'étude de taille 4×4 . Les paires de mesures distantes de h sont coloriées chacune avec une couleur différente. Dans ce cas, le nombre de paires de mesures distantes de h , $N(h) = 8$. Le début du calcul de la somme est détaillé et chaque terme est colorié en fonction de la paire de mesures utilisée. (b) variogramme expérimental $\hat{\gamma}(h)$ pour un champ aléatoire stationnaire et isotrope (en vert) et modèle calé au variogramme expérimental (en bleu). Le « range\palier », « still\portée » et « nugget effect\effet de pépité » sont les paramètres du variogramme. Le domaine d'étude D est de taille t_D . Au-delà de $h = t_D/2$ les points du variogramme ne sont plus assez représentatifs pour y déterminer les paramètres du modèle.

L'expression de $\gamma(h)$ telle que décrite dans (2.3) implique directement que $\lim_{h \rightarrow 0^+} \gamma(h) = 0$. En réalité, il peut y avoir un phénomène appelé *effet de pépité* (Figure 2-7-b). Le variogramme est discontinu en 0 et $\lim_{h \rightarrow 0^+} \gamma(h) = C_0 > 0$ avec C_0 la valeur de l'effet de pépité. Cet effet traduit une grande variabilité du champ à très courte distance qui peut venir soit d'une erreur de mesure ou d'analyse lors des essais ou alors d'une variabilité à une échelle plus petite que la taille de voxel du champ étudié. En prenant en compte cet effet de pépité, (2.3) devient :

$$\gamma(h) = (\sigma^2 - C_0)(1 - C(h)) \quad (2.7)$$

Par ailleurs, le nombre de paires d'observations $N(h)$ diminue lorsque h augmente. Pour avoir une approximation correcte, Marcotte (Marcotte 2009) conseille de ne pas prendre en compte les points du variogramme avec $h > \frac{t_D}{2}$ (où t_D la taille du domaine d'observation) trop peu représentatifs pour y déterminer les paramètres du variogramme (Figure 2-7-b).

- Calage de modèles aux variogrammes expérimentaux

Les erreurs introduites lors de la mesure et du traitement des données peuvent amener à une mauvaise estimation des paramètres du variogramme (portée, palier et effet de pépité). Ainsi, les variogrammes expérimentaux sont en pratique approximés par des modèles théoriques dont la forme est choisie. Les paramètres du modèle théorique sont obtenus par la méthode des moindres carrés pour estimer au mieux le variogramme expérimental.

Deux modèles théoriques sont utilisés ici pour décrire les variogrammes expérimentaux :

- Modèle exponentiel :

$$\gamma_{exp}(h) = (\sigma^2 - C_0) \left(1 - e^{-\frac{h}{b}}\right) + C_0 \quad h \in [0, +\infty[\quad (2.8)$$

- Modèle Cauchy généralisé (Kong et al. 2017) :

$$\gamma_C(h) = (\sigma^2 - C_0) \left(1 - \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{h}{b}\right)^\alpha\right)^{\beta/\alpha}}\right) + C_0 \quad h \in [0, +\infty[\quad (2.9)$$

Ces deux modèles font intervenir, b la *longueur d'autocorrélation du modèle*, σ l'écart-type du champ de mesures et C_0 l'éventuel effet de pépité.

Pour le modèle de Cauchy généralisé, α est un paramètre de forme contrôlant le comportement du variogramme en h^α à l'origine et β un paramètre contrôlant la vitesse de convergence de la courbe au palier de valeur σ^2 .

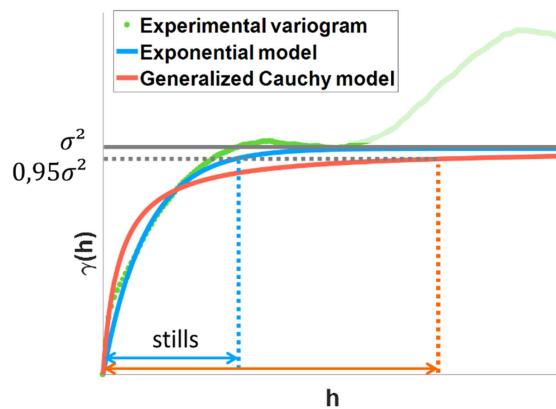


Figure 2 - 8 : Courbes représentatives des modèles exponentiel et Cauchy généralisé. Dans le cas présent, le modèle exponentiel est plus adapté pour approcher la courbe expérimentale. Les portées pratiques à 95% respectives sont représentées en pointillés.

- Longueur d'autocorrélation, longueur de fluctuation, portée et taille de microstructure

Les courbes représentatives des modèles sont représentées sur la Figure 2-8. Pour le modèle de Cauchy généralisé, $\alpha = \beta = 1$ pour l'exemple. Les longueurs d'autocorrélation b des deux modèles ont été prises égales. Les deux modèles n'ont pas la même forme. En particulier, la portée pratique n'est pas la même. La longueur d'autocorrélation n'est donc pas objective car elle dépend du modèle choisi.

La portée correspond à une longueur au-delà de laquelle on considère que le variogramme a atteint sa valeur maximale *i.e.* la valeur de la covariance est proche de 0. Les valeurs du champ aléatoire ne sont plus corrélées au-delà de cette longueur. La portée est donc un paramètre objectif car sa définition ne dépend que des données expérimentales.

La portée pratique est *a priori* différente des longueurs des composants d'un matériau mais rend compte de la variabilité d'un champ *a priori* généré par l'ensemble des longueurs caractéristiques du matériau par l'intermédiaire d'un choix de fonction d'autocorrélation.

2.2.5. Propriétés mécaniques : détermination de la variation locale du module d'Young à l'échelle de la mésostructure

Afin d'obtenir les propriétés mécaniques à l'échelle des flocs et des antiflocs et les intégrer ultérieurement dans un modèle aux éléments finis à champ aléatoire spatialement corrélé, On a cherché à déterminer le module d'Young des flocs et des antiflocs.

2.2.5.1. Préparation des échantillons

19 échantillons de flocs et 22 échantillons d'antiflocs ont été découpés dans le papier décrit plus haut (Figure-2-9-a). Chaque forme de flocc ou d'antiflocc étant unique, une attention particulière a été portée pour découper le milieu des floccs et des antifloccs sans prendre dans l'échantillon la zone de transition. La largeur et la longueur des échantillons ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse électronique. Comme montré dans la suite du chapitre, les épaisseurs des floccs et des antifloccs sont différentes. On peut ainsi s'attendre à ce que chaque échantillon ait sa propre épaisseur, qu'il faudrait mesurer indépendamment. Sans tomographie de chaque échantillon permettant de calculer leur épaisseur à partir de la méthode de la rolling ball, on a choisi de définir une épaisseur commune aux floccs et aux antifloccs afin de calculer un module d'Young apparent, c'est-à-dire, un module d'Young déterminé à partir d'une épaisseur commune à tous les échantillons. Cette épaisseur commune a été prise égale à l'épaisseur standard moyenne d'un papier avec formation homogène, soit $107 \mu m$. La largeur des

échantillons est de 8 mm en moyenne. Le rapport d'aspect a été pris strictement égal à 1 (Figure 2-9-b) pour chaque échantillon. Le grammage de chaque échantillon a été calculé à partir des dimensions et d'une mesure de la masse de l'échantillon après l'essai de traction en ne considérant que la partie de l'échantillon entre les mors. Étant donné que le grammage moyen du papier utilisé est de 60 gm^{-2} , nous avons vérifié que les échantillons étiquetés comme antiflocs et flocs ont respectivement un grammage inférieur et supérieur à 60 gm^{-2} .

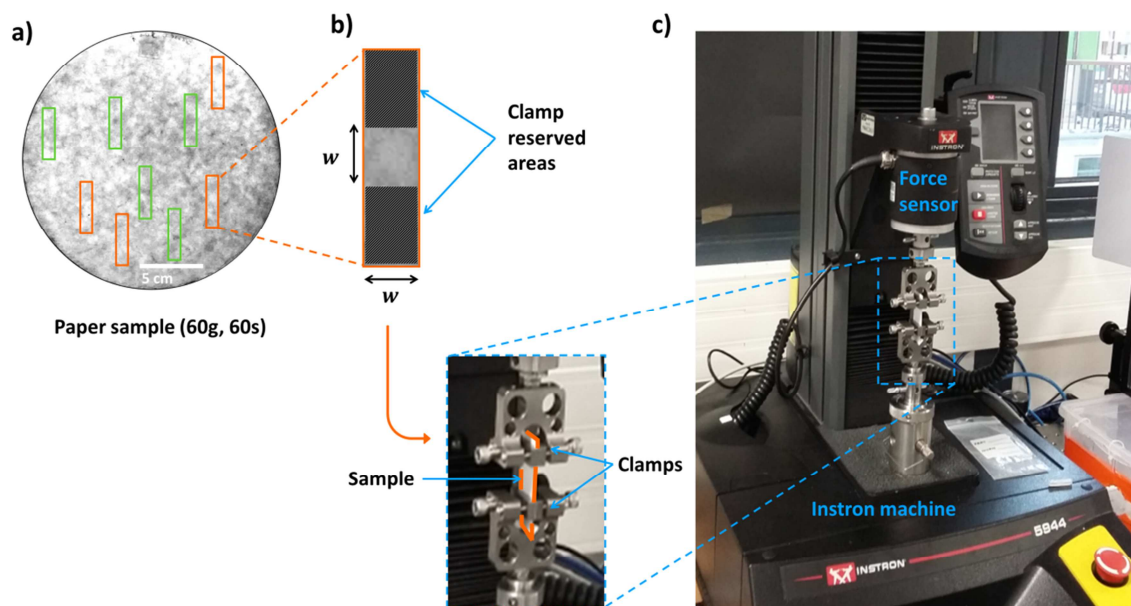


Figure 2 - 9 : Préparation des échantillons et dispositif de traction. (a) Les flocs et les antiflocs sont repérés visuellement puis découpés sur une feuille du papier utilisé. (b) Géométrie des échantillons. La largeur w de l'échantillon n'est pas constante d'une éprouvette à une autre mais est de l'ordre de 8 mm . La partie utile de chaque échantillon a un rapport d'aspect égal à 1. (c) Montage des échantillons dans la machine de traction.

2.2.5.2. Essais mécaniques

La distribution du module d'Young a été déterminée par des essais de traction mésoscopique contrôlés par déformation à l'aide de la machine d'essai Instron® avec un capteur de force de 2 kN (Figure 2-9-c). Comme mentionné dans le chapitre 1, la réponse mécanique du papier dépend de la vitesse de déformation. La vitesse de traction est déterminée pour chaque échantillon et déduite des dimensions de l'échantillon afin d'avoir un taux de déformation pris arbitrairement égal à $0,2\text{ min}^{-1}$ pour tous les échantillons. Les échantillons ont été préalablement stockés dans la salle d'expériences (24°C et 30% d'humidité relative) 24 heures avant les essais afin d'être mis dans les conditions de température et d'humidité relative des essais. Les résultats ainsi que leur analyse sont présentés dans la partie 2.6.

2.3. Analyse structurale à l'échelle macroscopique

La Figure 2-10-a montre la mésostructure d'un échantillon du papier utilisé de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ éclairé en transmission en utilisant l'analyseur de formation Techpap®. L'histogramme de cette image est représenté sur la Figure 2-10-b.

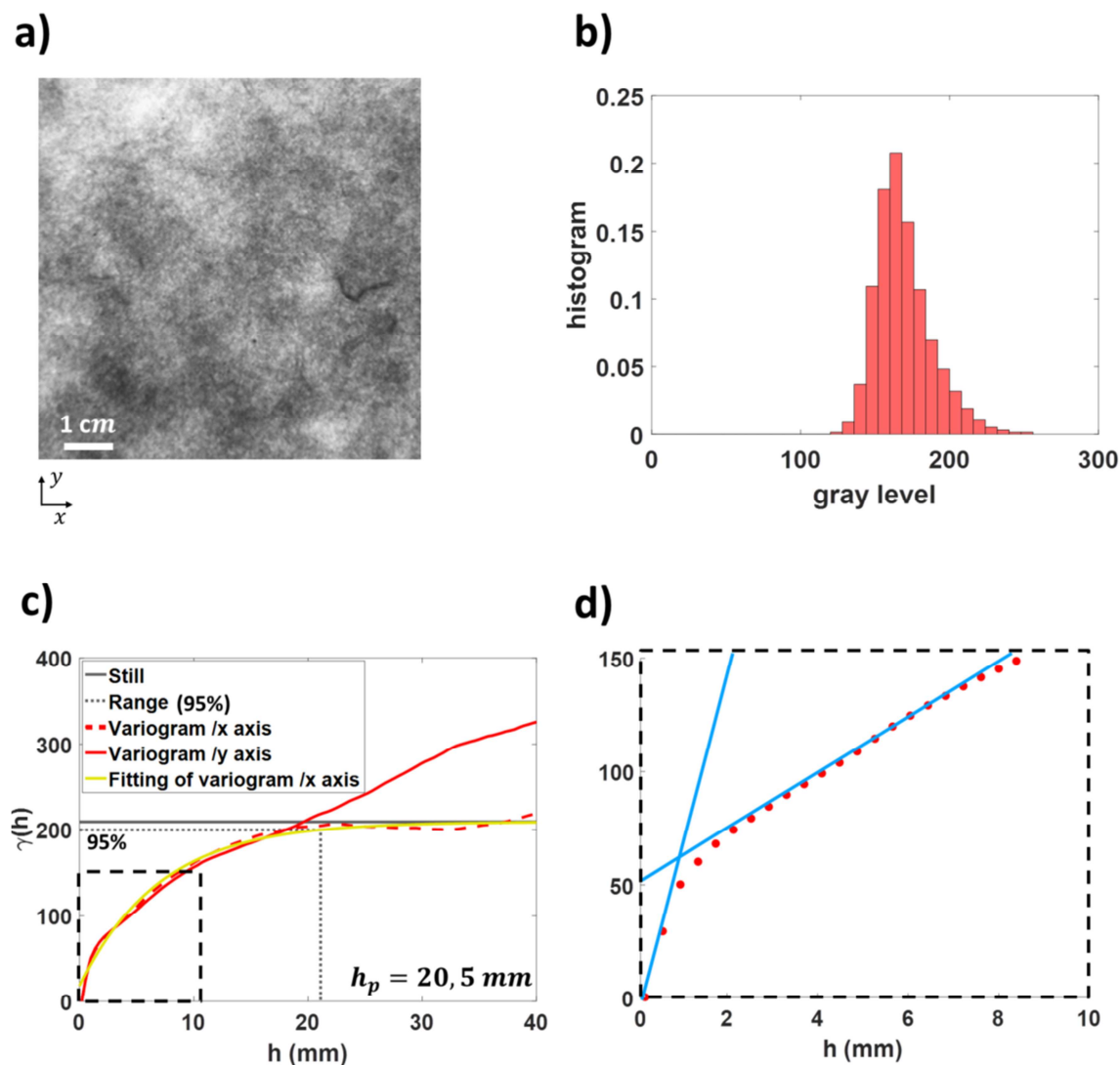


Figure 2 - 10 : (a) Image en niveaux de gris du papier éclairé en transmission. (b) Histogramme des niveaux de gris correspondant. (c) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe x est approximé par un modèle exponentiel. La portée pratique h_p à 95% du palier est obtenue. (d) Zoom sur la première partie du variogramme : $\gamma(0 < h < 10 \text{ mm})$ selon l'axe x . Une rupture de pente (en bleu) est observée.

Les variogrammes selon les axes x et y sont représentés sur la Figure 2-10-c. En accord avec les remarques de Marcotte (Marcotte 2009), les variogrammes ne sont tracés que pour des points $h < \frac{t_D}{2}$

avec $t_D = 10 \text{ cm}$ la taille de l'image. Le variogramme selon l'axe y n'atteint pas de palier aux échelles observées. On ne peut donc pas définir une portée pratique. Le comportement a été observé de manière systématique pour d'autres images d'échantillons, ce qui laisse à penser que cela ne vient pas de l'échantillon mais qu'il s'agit plutôt d'un gradient de luminosité selon l'axe y à l'échelle de l'image, dû à un éclairage non uniforme de l'analyseur de formation.

Le variogramme selon l'axe x possède un palier et il est alors possible de définir une portée qui rend compte de la longueur de corrélation en lien avec la formation. La courbe est approchée par un modèle exponentiel (ce modèle de corrélation sera utilisé dans la modélisation numérique du chapitre 3). La longueur d'autocorrélation b du modèle exponentiel est égale à 7 mm associée à la portée pratique $h_p = 20,5 \text{ mm}$.

On observe également que le variogramme selon l'axe x ne suit pas une forme exponentielle quand h tend vers 0. Cette observation se confirme sur un zoom de la courbe au voisinage de 0 (Figure 2-10-d). Le variogramme possède une rupture de pente marquée autour de $h = 1 \text{ mm}$ (qui peut être également vu comme un effet de pépite si on exclue de l'analyse les premiers points du variogramme). Ce changement de régime est le signe d'une variabilité du matériau à une échelle inférieure à celle de la formation. Une étude de cette variabilité est proposée dans la section suivante.

L'étude macroscopique a montré que la distribution spatiale de la mésostructure suivait une forme exponentielle. Une longueur de corrélation en a été déduite. Ces informations serviront pour générer un papier à propriétés mécaniques variables dans un code aux éléments finis dans le chapitre suivant. La rupture de pente présente sur le variogramme amène à penser qu'il existe probablement une variabilité au sein même de la mésostructure. Les images par transmission n'étant pas suffisamment résolues, on propose dans la section suivante une analyse à l'échelle mésoscopique à partir de tomographies.

2.4. Analyse structurale à l'échelle mésoscopique d'un floc et d'un antifloc

Il est communément admis d'utiliser une mesure standard d'épaisseur pour calculer le module d'Young du papier. Cependant, si on s'intéresse au module d'Young local des flocs et des antiflocs, il faut alors également considérer l'épaisseur locale. L'objectif de cette partie est d'étudier la variabilité d'épaisseur dans les flocs et les antiflocs à partir de tomographies.

L'analyse des cartographies d'épaisseur obtenues selon la méthode de la « rolling ball » sur les échantillons F1, AF1 et T1 sont présentées sur les Figures 2-11 2-12 et 2-13. Les échantillons F1 et AF1 ont une taille de $7 \times 7 \text{ mm}^2$ et la transition T1 a une taille de $12 \times 7 \text{ mm}^2$. On rappelle que les échantillons utilisés ici ont une résolution de $8 \mu\text{m}$. Notons que les dimensions des échantillons sont plus petites que la portée h_p trouvée dans l'analyse macroscopique, condition nécessaire afin d'isoler des zones suffisamment petites pour étudier indépendamment les différents constituants de la mésostructure (flocs, antiflocs et transition floc-antifloc).

2.4.1. Analyse du floc

La cartographie d'épaisseur représentée dans la Figure 2-11-a a été normalisée par la valeur d'épaisseur standard trouvée pour ce papier ($127 \mu\text{m}$). On observe une variabilité de l'épaisseur à l'intérieur du floc. Cette variabilité est confirmée par l'histogramme de la cartographie (Figure 2-11-b). Le floc a une épaisseur moyenne de $102 \mu\text{m}$ avec un écart-type de $13 \mu\text{m}$. Les mesures de moyennes et d'écart-types sont données avec une précision de $\pm 16 \mu\text{m}$, correspondant à deux fois la taille d'un voxel (un voxel pour chaque surface de l'échantillon). Notons que l'épaisseur moyenne est inférieure à l'épaisseur standard. La cartographie d'épaisseur montre que les zones supérieures ou égales à l'épaisseur standard ne représentent que 6% de la surface du floc¹. Dans le cas présent, la mesure standard ne rend compte que d'une petite partie de ce floc. Cette différence est discutée dans le paragraphe 2.4.4.

Afin de quantifier la variabilité spatiale d'épaisseur du floc, les variogrammes suivant les axes x et y sont tracés (Figure 2-11-d). Les variogrammes du floc sont stationnaires, une longueur d'autocorrélation peut donc être associée à la variabilité d'épaisseur. Remarquons également que la superposition des variogrammes indique que la cartographie d'épaisseur est isotrope (la superposition a

¹ Le calcul a été fait en déterminant les zones où l'épaisseur est supérieure ou égale à $143 \mu\text{m}$ et $111 \mu\text{m}$ (valeurs d'épaisseur standard à plus ou moins 2 fois la résolution des voxels, la précision de la mesure d'épaisseur). Les calculs donnent respectivement 0,3% et 6% de taux d'occupation. La valeur de 6%, la moins restrictive, est retenue.

été aussi observée en tournant l'échantillon de 45°), confirmé par le profil d'épaisseur suivant l'axe x sur la Figure 2-11-c, n'admettant pas de gradient d'épaisseur notable.

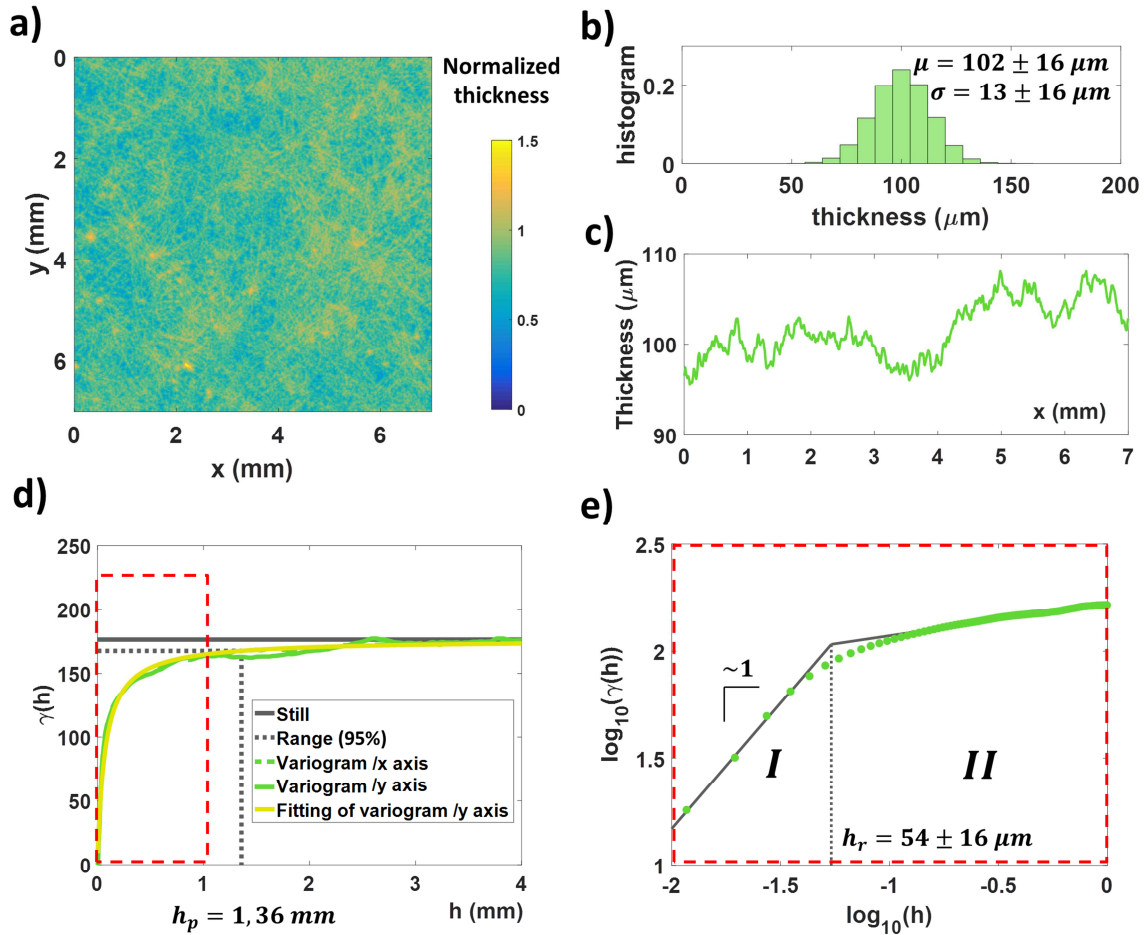


Figure 2 - 11 : Analyse de la variabilité d'épaisseur du floc F1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier ($= 127 \mu\text{m}$). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins $16 \mu\text{m}$ *i.e.* 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (c) Profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y . (d) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe y est approximé par un modèle de Cauchy généralisé. La portée pratique h_p à 95% de l'asymptote est obtenue (e) Variogramme $\gamma(0 < h < 1 \text{ mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire.

A l'échelle mésoscopique et après des essais de calage, le modèle exponentiel a été jugé non adapté pour être appliqué à tout le variogramme (ici $0 < h < 4 \text{ mm}$) et c'est le modèle de Cauchy généralisé qui est utilisé ici pour approcher les courbes expérimentales. Le modèle est utilisé sur le variogramme selon l'axe y . La Figure 2-11-e représente le variogramme selon l'axe y pour $0 < h < 1 \text{ mm}$ en échelles log-log. La représentation log-log du variogramme admet une pente à l'origine de 1 (*i.e.* comportement linéaire, noté I sur la Figure 2-11-e), on prendra donc $\alpha = 1$. On rappelle que β contrôle la vitesse de

convergence au palier de la queue du variogramme (*i.e.* lorsque $h \gg b$). La distance qui sépare la courbe à son palier varie selon $o\left(\frac{1}{h^\beta}\right)$. Lorsque $\beta < 1$, la courbe converge lentement vers le palier et la portée pratique devient très sensible à la valeur de β tout en étant excessivement grande. C'est donc le choix pragmatique de fixer $\beta = 1$, qui a été fait pour avoir une vitesse de convergence suffisante. Le dernier paramètre, b , est déterminé par la méthode des moindres carrés. La portée pratique h_p obtenue est d'environ **1,35 mm**. Remarquons ici que le modèle exponentiel n'est certes pas adapté pour à la fois prendre en compte le régime linéaire *I* et le régime *II*. Néanmoins, une approche alternative, non réalisée ici, aurait été d'utiliser le modèle exponentiel pour approcher seulement le régime *II*.

On observe également que la représentation log-log du variogramme suit une évolution à deux pentes définissant deux régimes (*I* et *II*), le régime *I* étant le régime linéaire évoqué ci-dessus. L'abscisse de l'intersection des pentes délimite la distance h_r , ici **54 μm** , au-delà de laquelle le comportement n'est plus linéaire.

Les longueurs h_p et h_r sont respectivement de l'ordre de grandeur de la taille de la longueur et de la largeur des fibres. La variabilité d'épaisseur à l'intérieur du floc semble donc reliée au réseau de fibres. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Dodson (Dodson 1971) qui a proposé une expression analytique d'une *point autocorrelation function*, c'est-à-dire de la corrélation spatiale du recouvrement des fibres, pour un réseau de fibres disposées aléatoirement. Dans ce cas, l'expression de la *point autocorrelation function* dépend de la longueur et de la largeur des fibres. Ce n'est donc pas surprenant que l'on retrouve ici ces deux longueurs.

2.4.2. Analyse de la transition floc-antifloc

La Figure 2-12 présente l'analyse de la variabilité d'épaisseur pour la transition. La cartographie d'épaisseur normalisée par l'épaisseur standard (Figure 2-12-a) et l'histogramme associé (Figure 2-12-b) montrent une variabilité de l'épaisseur qui a deux contributions :

- Un gradient d'épaisseur selon l'axe x correspondant à la transition floc-antifloc. En traçant le profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y , on observe que le gradient d'épaisseur est linéaire et de pente **4 $\mu\text{m}/\text{mm}$** (Figure 2-12-c).
- Une variabilité de l'épaisseur qui est de même nature que celle présente pour le floc.

Afin d'étudier cette variabilité, la même étude par variogramme est faite sur la transition (Figure 2-12-d). Dans le cas présent, seul le variogramme selon l'axe y se stabilise, le variogramme selon l'axe x ne se stabilise pas à cause du gradient d'épaisseur mentionné plus haut.

Pour les mêmes raisons que dans le paragraphe précédent, le modèle de Cauchy généralisé est utilisé avec les paramètres $\alpha = \beta = 1$ pour approcher la courbe selon l'axe y . La portée obtenue h_p est égale

à $1,35 \text{ mm}$ et correspond à celle trouvée pour le floc. La taille h_r au-delà de laquelle le comportement du variogramme n'est plus linéaire est égale à $47 \mu\text{m}$ et elle aussi est très proche de la taille correspondante pour le floc (Figure 2-12-e).

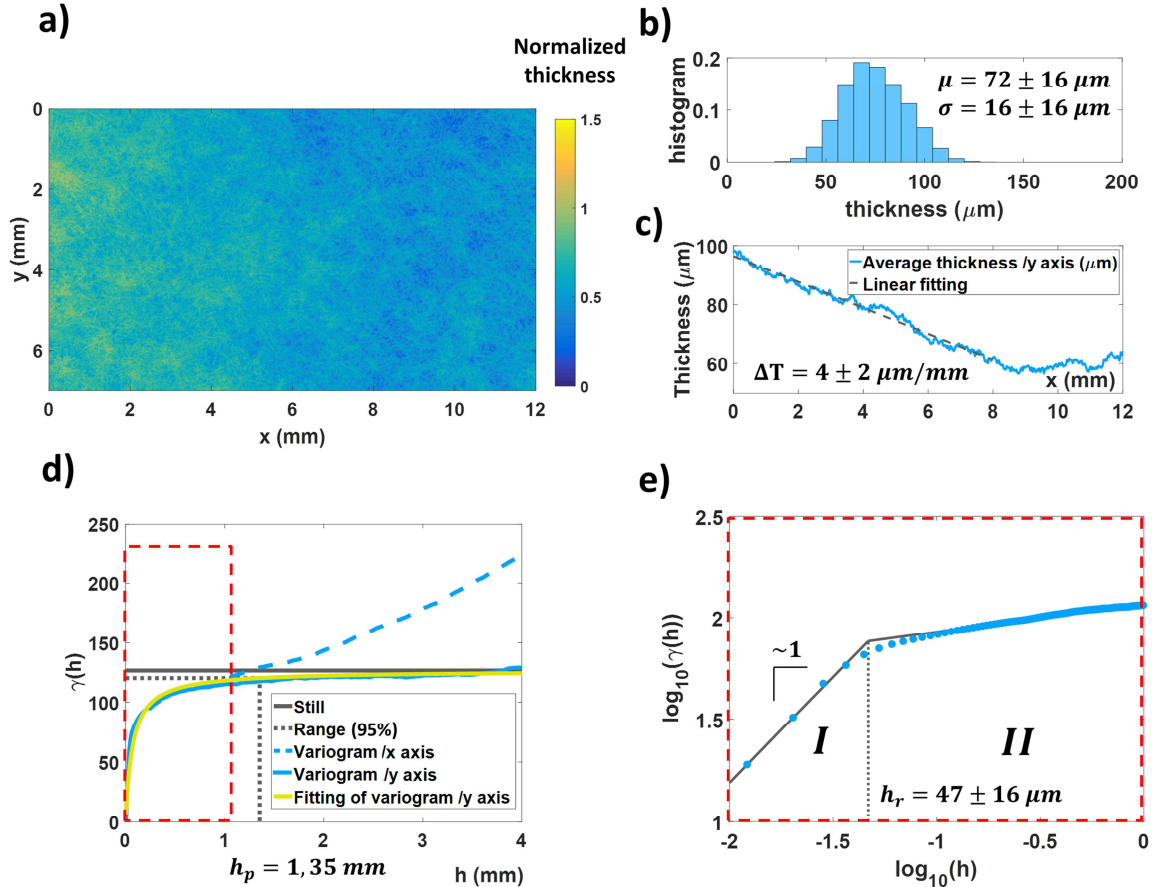


Figure 2 - 12 : Analyse de la variabilité d'épaisseur de la transition floc-antifloc T1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier (= $126 \mu\text{m}$). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins $16 \mu\text{m}$ *i.e.* 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (c) Profil selon x de l'épaisseur moyennée selon y . (d) Variogrammes γ selon les axes x et y . Le variogramme selon l'axe y est approximé par un modèle de Cauchy généralisé. La portée pratique h_p à 95% de l'asymptote est obtenue (e) Zoom sur la première partie du variogramme $\gamma(0 < h < 1\text{mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire.

2.4.3. Analyse de l'antifloc

La Figure 2-13 présente l'analyse de la variabilité d'épaisseur pour l'antifloc. La cartographie d'épaisseurs représentée dans la Figure 2-13-a a été normalisée par la valeur d'épaisseur standard. On observe une variabilité de l'épaisseur à l'intérieur de l'antifloc. Cette variabilité est confirmée par

l'histogramme de la cartographie (Figure 2-13-b). L'antifloc a une épaisseur moyenne de $59 \mu\text{m}$ avec un écart-type de $16 \mu\text{m}$. Le floc F1 est donc plus épais de 73% que l'antifloc AF1.

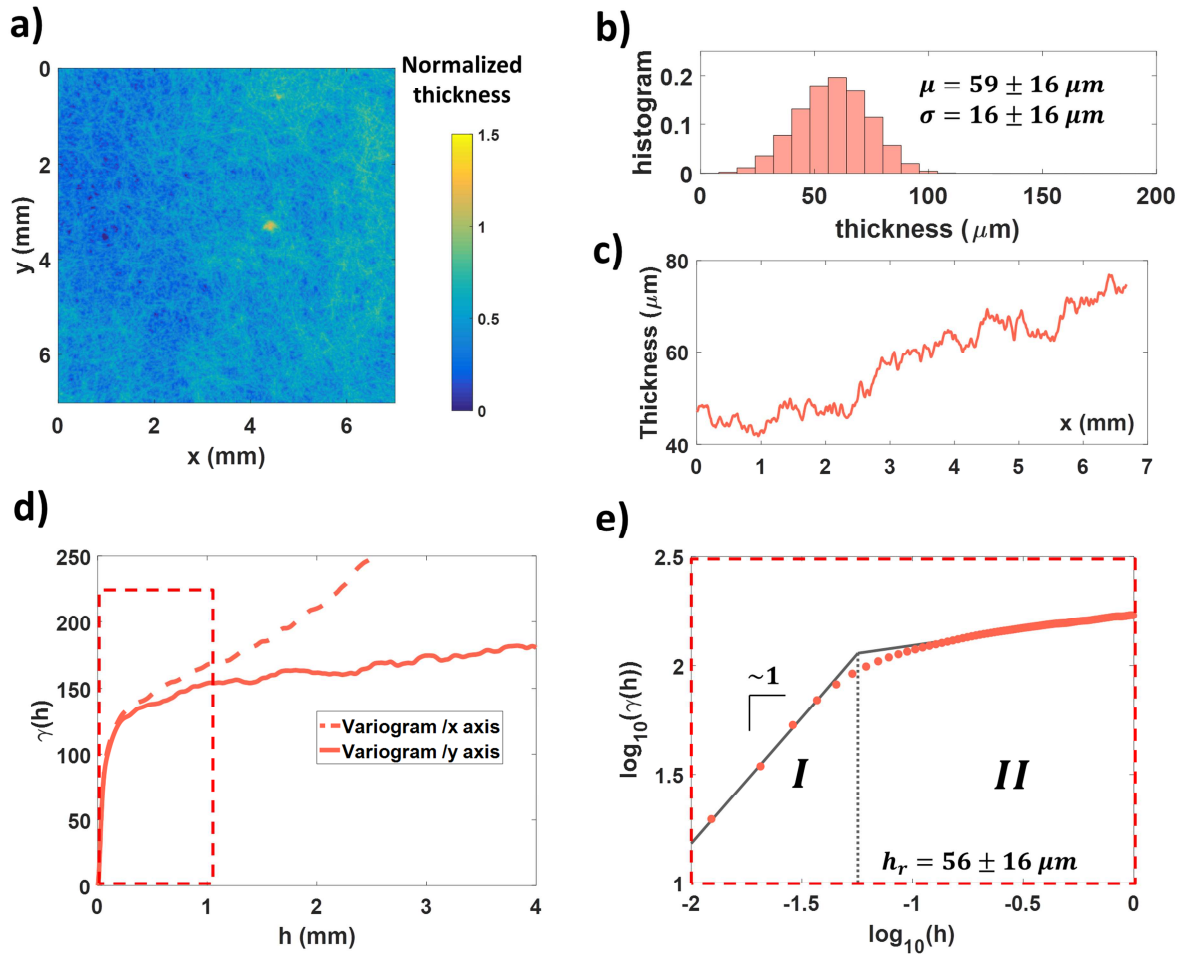


Figure 2 - 13 : Analyse de la variabilité d'épaisseur de l'antifloc AF1 (a) Cartographie d'épaisseur. L'épaisseur est normalisée par l'épaisseur standard de ce papier ($= 127 \mu\text{m}$). (b) Histogramme de la cartographie d'épaisseur (valeur moyenne μ et écart-type σ à plus ou moins $16 \mu\text{m}$ *i.e.* 2 fois la taille de voxel de la tomographie). (c) Variogrammes γ selon les axes x et y . (d) Variogramme $\gamma(0 < h < 1\text{mm})$ selon l'axe y représenté en échelles log-log. L'abscisse h_r de l'intersection des deux asymptotes du variogramme est obtenue et délimite les régimes I et II. Le régime I a une pente de 1. On considèrera que le régime I correspond à un régime linéaire.

La Figure 2-13-d présente les variogrammes associés à la cartographie d'épaisseur selon les axes x et y . Contrairement au floc, aucun des variogrammes des antiflocs n'est stationnaire. Un gradient d'épaisseur, orienté principalement selon l'axe x (Figure 2-13-c), peut expliquer cette non-stationnarité et qui supposerait que malgré les précautions prises lors de la découpe de l'échantillon, une partie de la transition a été découpée avec l'antifloc. C'est pourquoi aucune approximation du variogramme par un modèle n'est faite ici. En revanche, il est possible de déterminer la taille h_r de sortie du régime linéaire (Figure 2-13-e). On trouve $h_r = 57 \mu\text{m}$, qui est du même ordre de grandeur que les valeurs analogues trouvées pour le floc et la transition.

2.4.4. Comparaison des épaisseurs standard et des épaisseurs mesurées par la méthode de la rolling ball

Nous comparons dans ce paragraphe les mesures d'épaisseur standard et celles réalisées par la méthode de la rolling ball sur les flocs et antiflocs F1 et AF1. Les différentes mesures sont présentées dans la Figure 2-14.

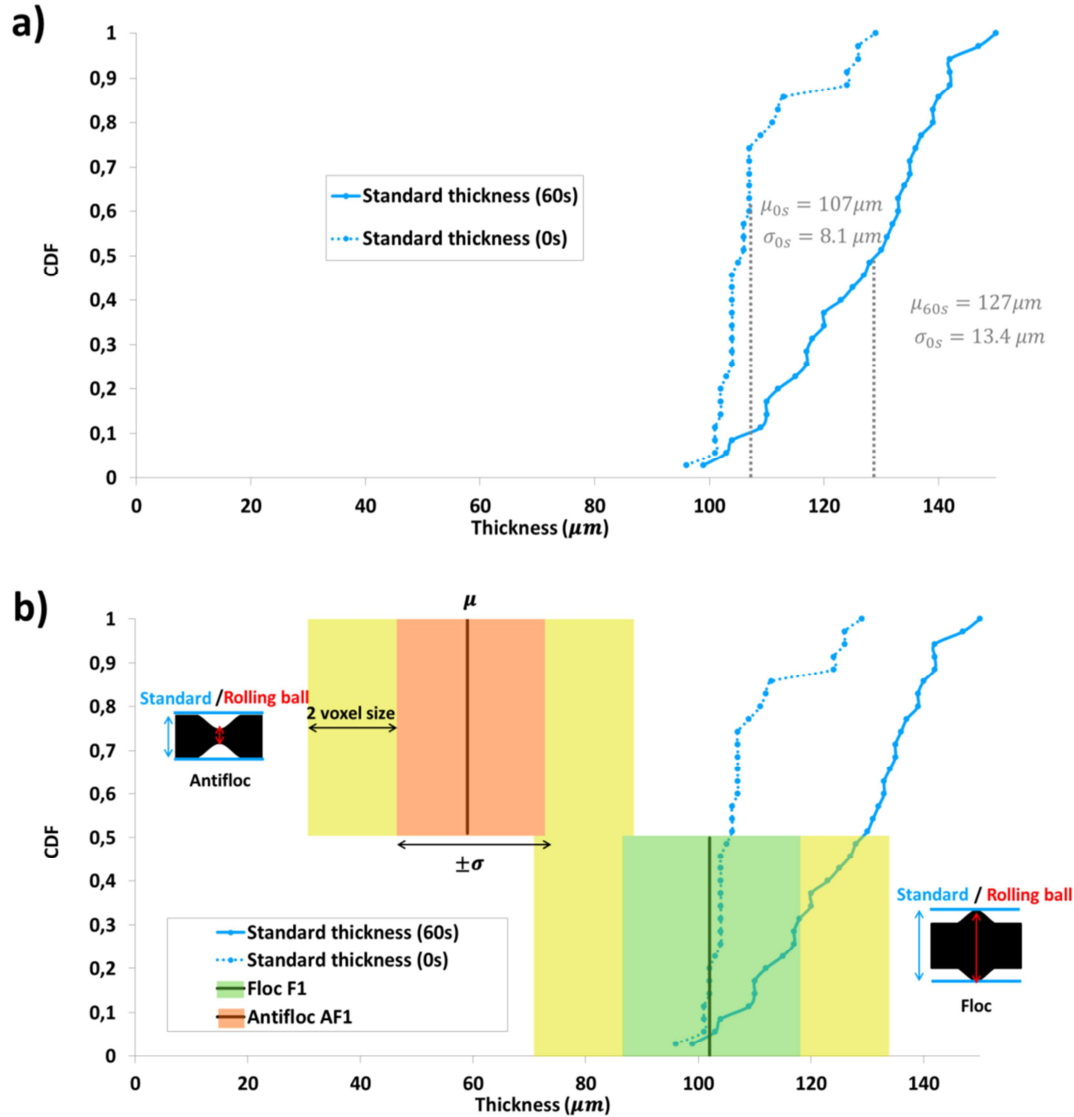


Figure 2 - 14 : Epaisseurs issues de la mesure standard et de la méthode de la rolling ball. (a) Fonctions de répartitions de l'ensemble des mesures réalisées selon des mesures standards sur des échantillons de papier de grammage $60 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ pour un temps d'amortissement de la turbulence de 60 s *i.e.* papier avec formation hétérogène (courbe bleue continue) et pour un temps d'amortissement de la turbulence de 0 s *i.e.* papier avec formation homogène (courbe bleue pointillée). Les valeurs moyennes μ_{60s} et μ_{0s} et les écart-types σ_{60s} et σ_{0s} de ces distributions, sont ajoutées. (b) Même graphique en rajoutant les mesures d'épaisseur (la ligne noire pour la moyenne et son enveloppe intérieure correspondant à plus ou moins un écart-type) réalisées avec la méthode de la rolling ball pour le floc F1 et l'antifloc AF1. L'enveloppe extérieure en jaune représente l'incertitude de mesure due à la taille de voxel des images (2 fois la taille d'un voxel).

Sur la Figure 2-14-a sont tracées les distributions des mesures d'épaisseur standard pour un papier avec formation homogène (0s) et avec formation hétérogène (60s). On observe que l'épaisseur standard moyenne est plus importante pour le papier avec formation hétérogène ($127 \mu\text{m}$) que pour le papier avec formation homogène ($107 \mu\text{m}$). L'écart-type des mesures est également plus important pour le papier à formation hétérogène ($13.4 \mu\text{m}$) que pour le papier avec formation homogène ($8,1 \mu\text{m}$), probablement à cause de la présence des flocs qui augmente la variabilité d'épaisseur du papier.

Les mesures d'épaisseurs du floc F1 et de l'antifloc AF1 par rolling ball sont ajoutées aux fonctions de répartitions (Figure 2-14-b) Si nous avons été surpris dans le paragraphe 2.4.1 par le fait que l'épaisseur moyenne du floc F1 mesurée par rolling ball soit plus petite que l'épaisseur standard, nous observons ici que l'épaisseur du floc, aux incertitudes de mesures près, est relativement proche de la fonction de répartition des épaisseurs standard. Ainsi, il se peut que sur l'ensemble des flocs du papier, le floc F1 sélectionné soit un floc relativement peu épais, ce qui explique que l'épaisseur du floc se situe au début de la fonction de répartition. Il faudrait donc reproduire cette analyse sur un nombre de flocs (puis d'antiflocs) statistiquement satisfaisant. En revanche, l'épaisseur de l'antifloc AF1 est relativement loin de la fonction de répartition du papier utilisé, et même d'un papier de même grammage avec formation homogène. Pour expliquer une telle différence, nous invoquons la raison suivante : l'antifloc peut être vu comme une vallée dans la surface du papier. Le rayon de la rolling ball, prise plus petite que la taille d'un antifloc, épouse le fond de la vallée tandis que la tête de mesure utilisée pour l'épaisseur est trop grande pour aller chercher l'épaisseur de l'antifloc (schéma dans la Figure 2-14-b). A l'inverse, le floc, plus épais que la moyenne de l'échantillon peut être vu comme une colline. La rolling ball épouse la forme du floc, tout comme la tête de mesure qui touche le floc et peut s'arrêter avant d'avoir touché les antiflocs. Cela explique que la mesure d'épaisseur standard se rapproche plus d'une mesure de l'épaisseur des flocs de l'échantillon, que d'une épaisseur locale moyennée ou d'une épaisseur des antiflocs qui ne sont tout simplement pas pris en compte dans l'épaisseur standard.

L'étude de la variabilité d'épaisseur des différents constituants de la mésostructure a donc permis de mettre en évidence une longueur de corrélation h_p (portée pratique) de l'ordre de $1,35 \text{ mm}$ et une longueur de changement de régime h_r de l'ordre de $50 \mu\text{m}$. Ces deux longueurs sont respectivement de l'ordre de grandeur de la longueur ($1,36 \text{ mm}$) et de la largeur ($31 \mu\text{m}$) des fibres constituant le papier. A part une différence d'épaisseur, l'analyse à l'échelle mésoscopique n'a pas montré de différence significative de structure entre un floc et un antifloc. La section suivante s'intéresse aux propriétés structurales (porosité et orientation des fibres) dans l'épaisseur d'un floc et d'un antifloc à l'échelle microscopique.

2.5. Analyse structurale à l'échelle microscopique d'un flocc et d'un antiflocc

Une analyse à l'échelle microscopique de la porosité et de l'orientation des fibres dans l'épaisseur du flocc F2 et de l'antiflocc AF2 est réalisée dans cette partie. Une détermination préalable du volume élémentaire représentatif (VER) mésoscopique a été réalisée pour choisir la taille l de la zone des échantillons à analyser.

2.5.1. Détermination du Volume Élémentaire Représentatif mésoscopique pour l'étude des propriétés structurales à l'échelle des fibres

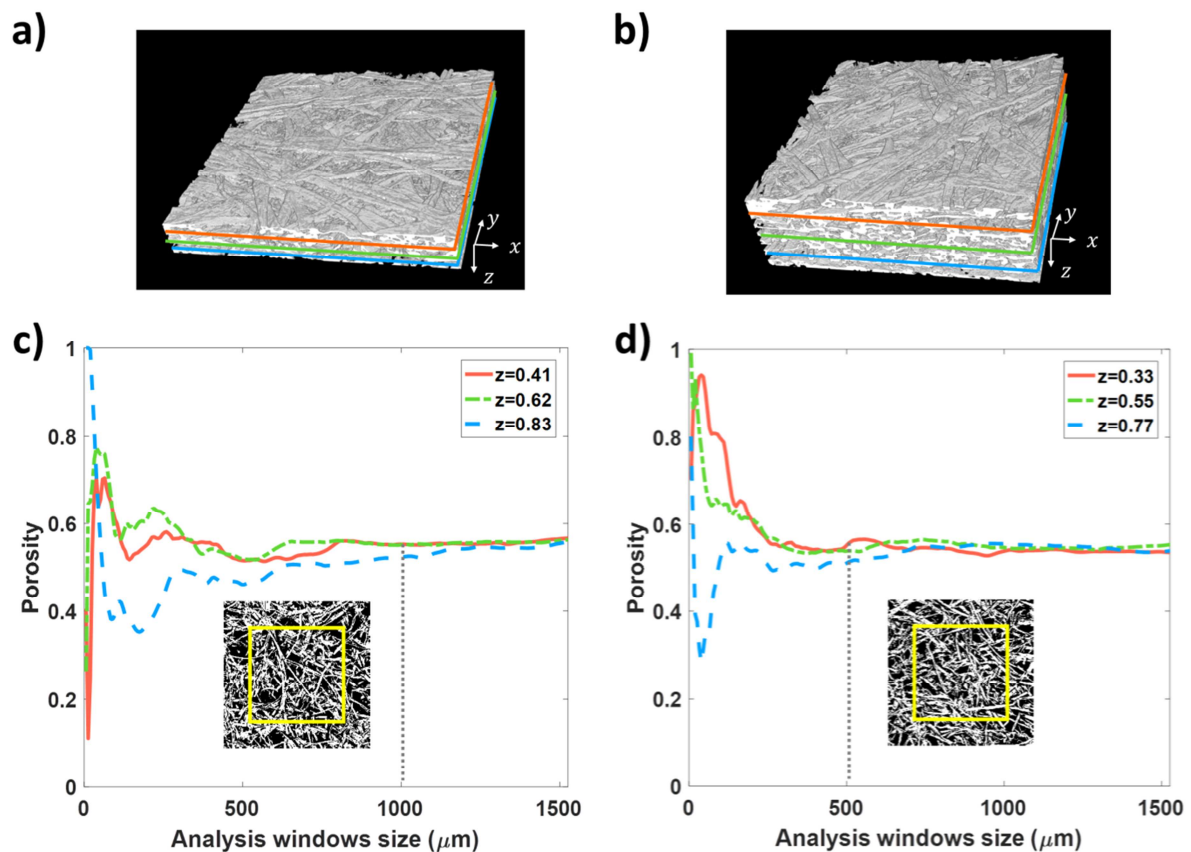


Figure 2 - 15 : (a, b) Représentation 3D des échantillons d'antiflocc AF2 (a) et de flocc F2 (b). Les tranches utilisées pour la détermination du VER sont représentées en couleurs. (c, d) Porosité en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse pour les échantillons AF2 (c) et F2 (d). Une tranche est représentée avec un exemple de fenêtre d'analyse (carré jaune) pour illustration.

Trois tranches dans le plan (x, y) à une abscisse z donnée de chaque échantillon ont été utilisées pour déterminer le VER (Figure 2-15-a et b). Les abscisses z de chaque tranche sont comptées par rapport à une épaisseur normalisée. Les Figures 2-15-c et d représentent les évolutions de la porosité pour les tranches choisies. La porosité n'est plus influencée par la taille de la zone d'analyse au-delà de $l = 1000 \mu\text{m}$ pour l'antifloc et de $l = 500 \mu\text{m}$ pour le floc.

En choisissant la dimension $l = 1528 \mu\text{m}$ ($> 1000 \mu\text{m}$), c'est-à-dire les dimensions du volume imagé total après l'opération de segmentation, le VER mésoscopique est donc atteint pour les échantillons F2 et AF2.

2.5.2. Profil de porosité

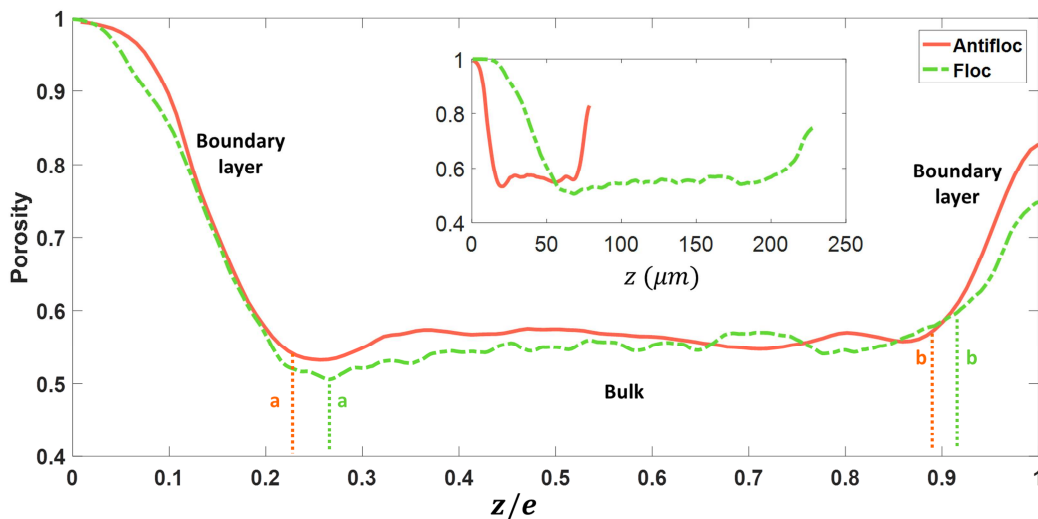


Figure 2 - 16 : Profils de porosité dans l'épaisseur (échelle normalisée par l'épaisseur e de l'échantillon). La zone $a < z/e < b$ est appelée le cœur de l'échantillon (porosité constante). L'insert représente les profils de porosité sans normalisation de l'épaisseur.

La Figure 2-16 présente les profils de porosité du floc et de l'antifloc dans l'épaisseur. La forme des profils de porosité correspond à ceux déjà trouvés pour différents papiers, industriels ou non (Rolland du Roscoat et al. 2007) (Bloch et al. 2019). La porosité est constante dans la région centrale des échantillons, appelée « porosité à cœur », qui est la même dans les échantillons de floc et d'antifloc ($\sim 0,55$). Remarquons que comme expliqué dans (Bloch et al. 2019) pour les papiers de fort grammage, ce qui est le cas ici, la porosité est dominée par la porosité à cœur qui y est constante. Il y a donc pour ces papiers une relation linéaire entre épaisseur et fort grammage. Ces résultats montrent donc que le floc et l'antifloc sont des éléments de structure de différentes épaisseurs à densité constante.

Un gradient de porosité est observé dans les couches limites des échantillons, dû aux procédés de fabrication : d'une part à l'interaction entre les fibres et la grille et d'autre part aux dernières fibres qui se sont déposées sur la feuille. On peut aussi noter que le gradient est d'autant plus fort que l'échantillon est bien positionné horizontalement et sans courbure sur le porte échantillon (Marulier 2015). En regardant les profils de porosité sans adimensionnement par l'épaisseur, on observe que le gradient de porosité du floc est plus faible que celui de l'antifloc. On a aussi observé sur les tomographies que l'échantillon du floc admet une légère courbure, ce qui peut induire un biais dans son gradient de porosité. L'antifloc a donc été mieux positionné que le floc.

2.5.3. *Profil d'orthotropie et d'orientation des longues fibres*

Nous nous intéressons maintenant à l'évolution dans l'épaisseur de l'orientation locale dans le plan des segments (i.e. éléments) des plus longues fibres. La méthode de caractérisation par le nombre d'intersepts (Underwood 1969) n'a pas mis en évidence de différences d'orientation des fibres entre le floc et l'antifloc contrairement à la méthode décrite dans la partie 2.2.3.4 et dont les résultats sont décrits dans cette partie.

La Figure 2-17 présente une analyse de l'absorption du filtre pour une tranche prise arbitrairement pour illustration dans les échantillons F2 et AF2.

La Figure 2-17-a présente le profil d'absorption $A_b(\theta)$ en fonction de θ dans la tranche d'abscisse normalisée $z/e = 0,4$ pour les échantillons F2 et AF2. On rappelle que l'absorption est définie comme la fraction des fibres qui continuent à apparaître au filtrage. On observe que le profil d'absorption de l'antifloc est quasiment isotrope contrairement au profil d'absorption du floc qui admet une orientation avec un maximum pour $\theta = 100^\circ$ (angle compté par rapport à l'horizontal). En regardant l'image de la tranche du floc filtrée pour cet angle (image 3), on constate que le filtrage conserve beaucoup plus de portions de l'image que le filtrage équivalent dans la direction orthogonale (image 4), confirmé par les valeurs d'absorption. Sur l'image 3, on arrive même à distinguer des portions complètes de longues fibres tandis qu'on ne distingue aucune fibre sur l'image 4. Pour l'antifloc, le filtrage conserve plus ou moins la même fraction de fibres quel que soit l'angle de filtrage. Par exemple, on distingue des portions de longues fibres dans des directions orthogonales (images 1 et 2). Les longues fibres ne semblent pas s'orienter dans une direction particulière.

Les résultats présentés ci-dessus ont été obtenus en utilisant un élément structurant d'une longueur $L = 45,5 \mu m$. Le choix de la longueur L est déterminant pour la qualité des résultats. Les Figures 2-17-b et c montrent l'influence de la longueur L de l'élément structurant sur les absorptions moyennes, maximales et minimales du profil $A_b(\theta)$ pour l'antifloc et le floc. Pour le floc et l'antifloc, on observe que l'absorption diminue avec l'augmentation de L . On définit la notion de « contraste du filtre » comme étant la différence des absorptions maximale et minimale. Dans le cas de l'antifloc, les absorptions maximale et minimale décroissent de la même manière et restent proches l'une de l'autre,

le contraste est bas et ne dépend pas de la longueur L . Dans le cas du floc, les absorptions maximale et minimale ne décroissent pas de la même manière. Cette différence de comportement se répercute sur le contraste qui admet un maximum autour de $L = 40 \mu m$. Il faut donc prendre une longueur L autour de $40 \mu m$ pour bénéficier d'un bon contraste sans quoi la direction privilégiée des fibres sera moins marquée. La longueur choisie $L = 45,5 \mu m$ remplit donc bien ce critère.

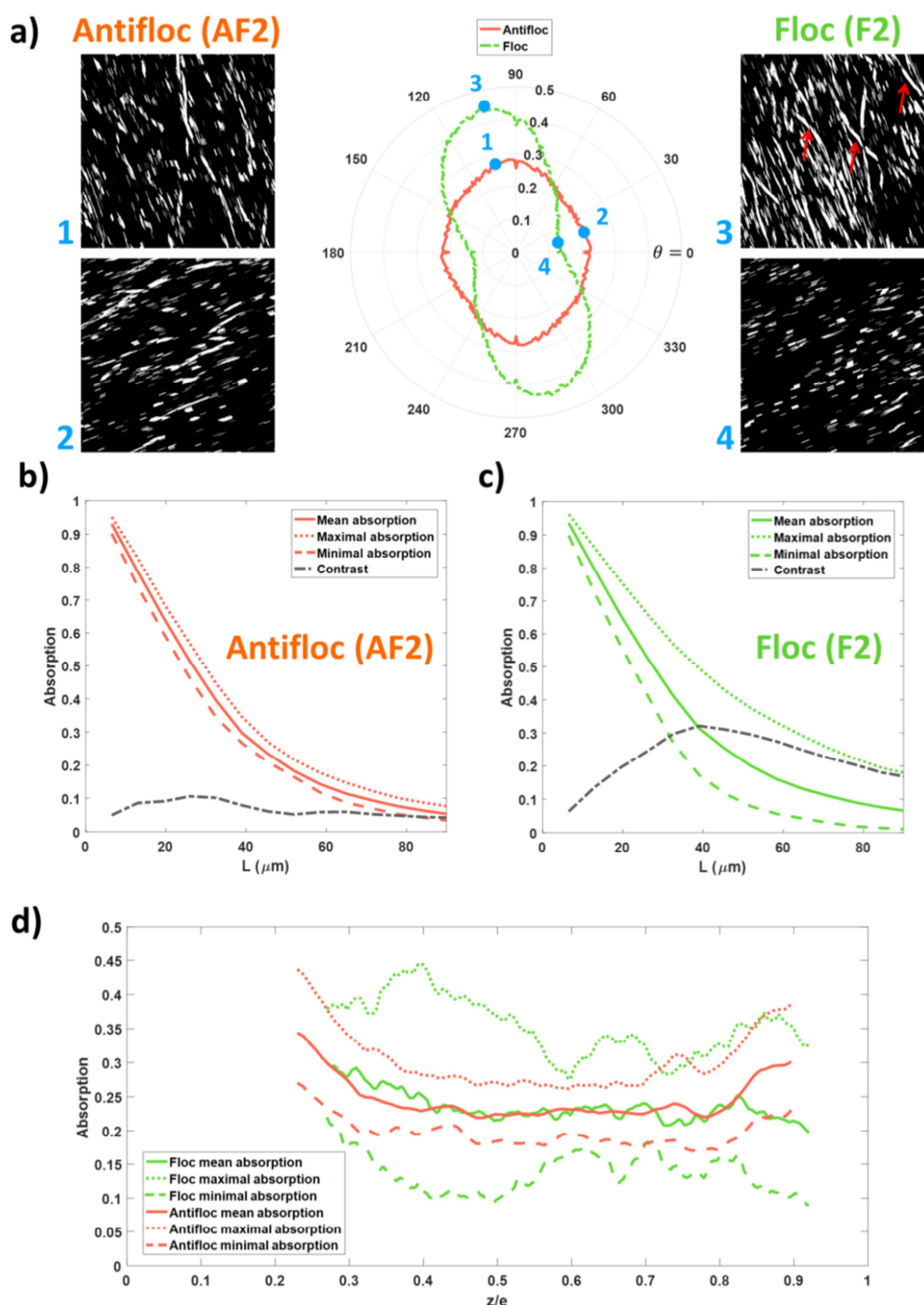


Figure 2 - 17 : Analyse de l'absorption du filtre dans le cœur des échantillons AF2 et F2. (a) Profil d'absorption $A_b(\theta)$ pour la tranche $z/e=0.4$ avec une longueur de filtre $L = 45,5 \mu m$ et l'angle θ exprimé en

degrés. Les images filtrées correspondantes aux points 1, 2, 3, et 4 sont affichées. Les flèches rouges montrent des portions de fibres entièrement conservées par le filtrage. (b, c) Influence de L sur les absorptions A_b moyenne, maximale et minimale. Le contraste est défini comme la différence entre les valeurs maximales et minimales de l'absorption. (d) Profil des absorptions moyenne, maximale et minimale selon l'épaisseur (échelle normalisée par l'épaisseur e de l'échantillon). Le profil est tracé uniquement dans le cœur de l'échantillon.

Les profils dans l'épaisseur des absorptions moyennes, maximales et minimales sont tracées sur la Figure 2-17-d. Il n'y a pas de différence notable entre les absorptions moyennes du floc et de l'antifloc. Le filtrage conserve environ 30% des fibres quel que soit l'échantillon. Les absorptions minimales et maximales sont beaucoup plus éloignées l'une de l'autre pour le floc que pour l'antifloc.

Cependant, l'absorption à elle seule ne permet pas de déterminer une orientation privilégiée des fibres. On lui préfère donc la notion d'orthotropie.

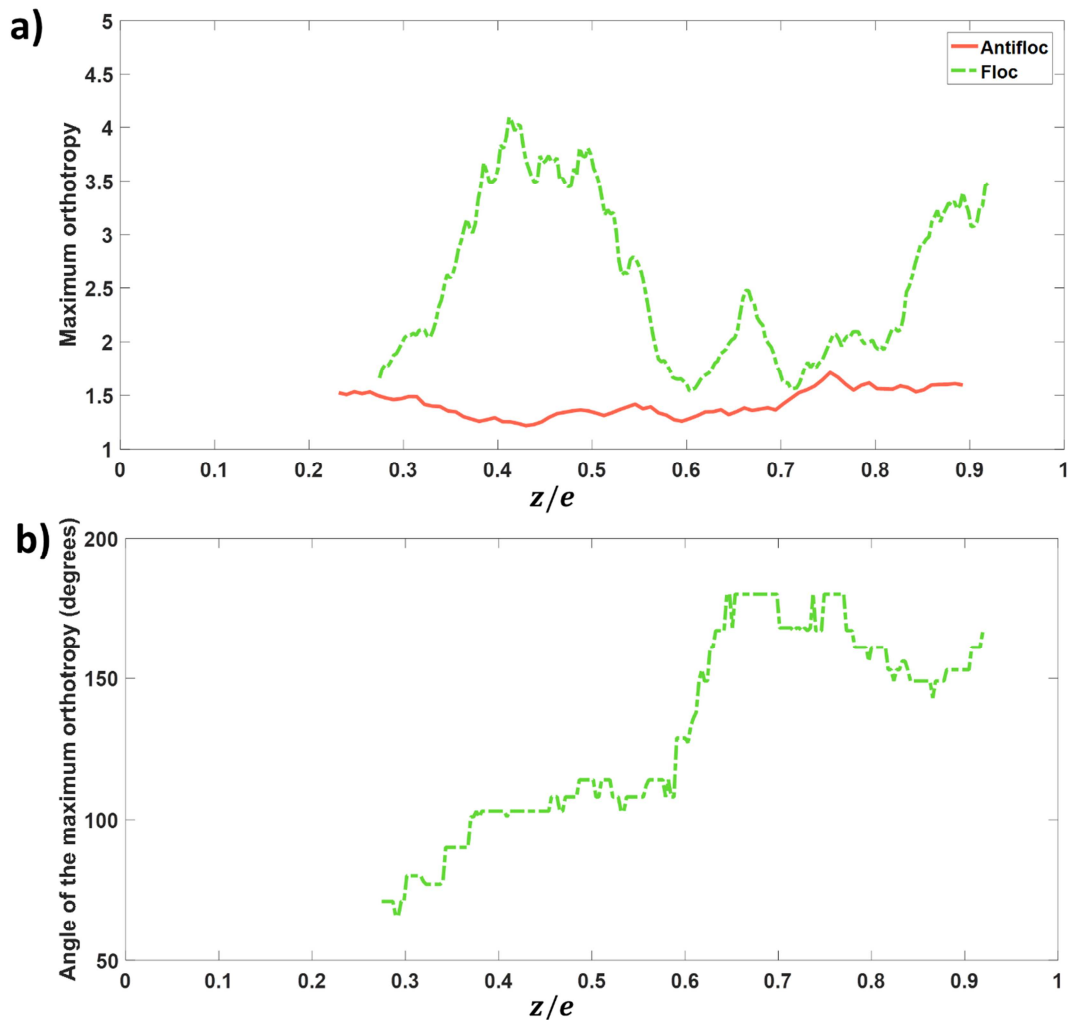


Figure 2 - 18 : (a) Profil d'orthotropie des éléments des plus longues fibres selon l'épaisseur. (c) Profil d'orientation des éléments des plus longues fibres selon l'épaisseur (pour le floc). Les profils sont tracés en ne considérant que le cœur de l'échantillon.

La Figure 2-18-a présente les profils d'orthotropie des éléments de fibres les plus longues pour le floc et l'antifloc. Les profils tracés montrent clairement une différence d'orthotropie des éléments de fibres entre le floc et l'antifloc étudiés ici. Le maximum d'orthotropie de l'antifloc reste constant autour d'une valeur égale à 1,5 contrairement au profil d'orthotropie du floc qui n'est pas constant et varie de 1,5 à 4. On fera l'hypothèse que la valeur 1,5 est trop faible pour considérer un échantillon comme orthotrope. Ce résultat montre que sur les échantillons présents, les segments des plus longues fibres sont plus orientés dans le floc que dans l'antifloc. Si ces résultats demandent à être confirmés dans de futures recherches sur un nombre d'échantillons statistiquement significatifs, ils ont été néanmoins confirmés sur un autre duo d'échantillons de floc et d'antifloc.

La Figure 2-18-b présente le profil d'orientation des segments des longues fibres. Comme le profil d'orthotropie de l'antifloc n'admet pas une orthotropie marquée, seul le profil d'orientation pour le floc est tracé. On rappelle que l'angle tracé correspond, pour chaque tranche, à l'angle pour lequel le maximum d'orthotropie est atteint. On observe que l'angle d'orientation des segments des longues fibres varie dans l'épaisseur de 60° à 180° . Dans les zones où l'orthotropie est la plus prononcée, l'angle d'orientation semble varier linéairement. Une explication pourrait être que les longues fibres forment une structure hélicoïdale dans l'épaisseur. Cette explication serait à approfondir, soit par traitement d'images en repérant chacune des fibres ou bien par une simulation numérique multiphysique modélisant la dépose des floes en suspension sur la grille au fond de la colonne d'eau du formeur de feuille.

2.6. Propriétés mécaniques des floes et des antifloes

La comparaison des mesures d'épaisseur standard et des mesures d'épaisseur des floes et antifloes à partir de tomographies amène à nous interroger sur l'épaisseur à prendre pour déterminer le module d'Young des floes et des antifloes. En effet, si l'épaisseur standard donne une mesure relativement proche de l'épaisseur des floes, elle ne permet pas en revanche d'estimer l'épaisseur des antifloes. Ainsi, le module d'Young des antifloes ne peut pas être déterminé correctement. De plus, n'ayant qu'une seule mesure d'épaisseur de floc et d'antifloc, nous n'avons aucune idée de la variabilité d'épaisseur qu'il peut y avoir entre deux antifloes ou entre deux floes. Si chaque floc et antifloc a une épaisseur qui lui est propre, alors seule une mesure par tomographie de chaque échantillon permettrait de déterminer leur épaisseur. En raison du temps et des moyens trop importants que nécessite une telle

campagne expérimentale, nous avons fait le choix pragmatique de déterminer un module d'Young apparent, calculé en considérant constante l'épaisseur des flocs et antiflocs. Afin de prendre une épaisseur la plus neutre possible vis-à-vis des flocs et antiflocs, l'épaisseur considérée sera celle obtenue par mesures standards sur un papier de même grammage mais avec formation homogène, soit $107 \mu\text{m}$ (Figure 2-14).

Les modules d'Young apparents de 19 flocs et 22 antiflocs ont été déterminés par un test de traction (présenté sur la Figure 2-9). La Figure 2-19 présente le module d'Young apparent des échantillons en fonction de leur grammage. Les barres d'erreur représentent la précision de détermination du module d'Young ($\pm 0,5 \text{ GPa}$) et du grammage ($\pm 8,2 \text{ g.m}^{-2}$) basées sur la précision des dispositifs de mesures. On observe une corrélation entre le module d'Young apparent et le grammage des échantillons. Les échantillons de fort grammage sont également les échantillons avec un fort module d'Young. Le module d'Young moyen des flocs ($1,7 \text{ GPa}$) est supérieur à celui des antiflocs ($1,0 \text{ GPa}$) et les écart-types respectifs sont de $0,7 \text{ GPa}$ et $0,3 \text{ GPa}$.

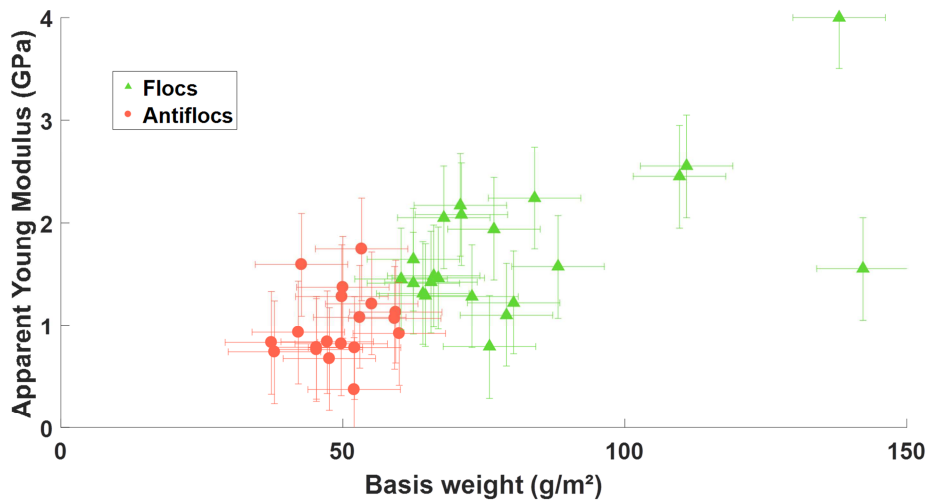


Figure 2 - 19 : Distribution des modules d'Young apparents des échantillons de flocs et d'antiflocs en fonction de leur grammage.

Afin de pouvoir mieux caractériser les modules d'Young apparents des flocs et antiflocs (et pouvoir en faire une modélisation à l'aide de champs autocorrélés dans le chapitre 3), les modules d'Young des flocs et d'antiflocs sont représentés sous la forme de fonctions de répartition (Figure 2-20). Ces fonctions de répartition ont été approchées par des lois lognormales. Afin de quantifier la pertinence de la loi lognormale pour décrire les distributions observées ainsi que les différences de ces distributions, des tests de Kolmogorov-Smirnov ont été effectués pour mesurer à l'aide de valeur- p ,

quantifiant la vraisemblance des fonctions de répartitions expérimentales par rapport à leur approximation lognormale. Le lecteur désirant approfondir cette question pourra se référer à (Massey 1951).

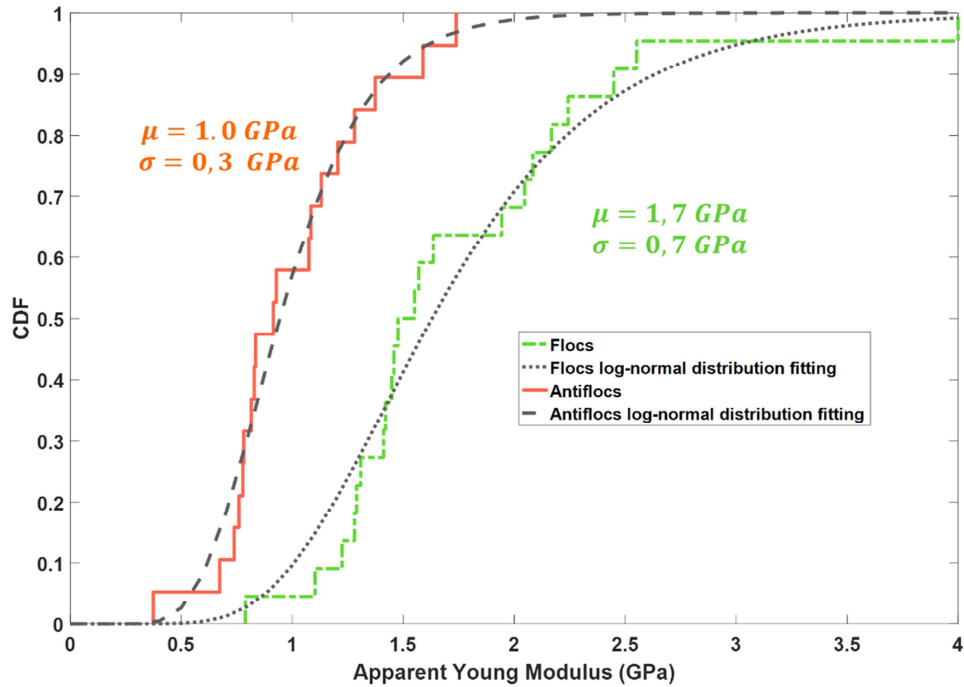


Figure 2 - 20 : Fonctions de répartitions cumulées des modules d'Young des floes et des antifloes. Les fonctions de répartitions sont approximées par une loi lognormale.

Les tests de Kolmogorov-Smirnov pour les distributions de floes et d'antifloes donnent des valeurs- p respectives de 0,83 et 0,94. Ces valeurs sont considérées suffisamment proches de 1 pour considérer que les distributions de floes et d'antifloes suivent une loi lognormale. Les valeurs- p associées aux tests de Kolmogorov-Smirnov croisés² donnent des valeurs- p de 1×10^{-9} et 8×10^{-7} . Ces valeurs- p sont suffisamment proches de 0 pour considérer que les distributions de modules d'Young des floes et des antifloes suivent des lois lognormales de moyennes et d'écart-types différents.

² Les tests de Kolmogorov-Smirnov croisés permettent de tester l'hypothèse que deux distributions A et B suivent ou non la même loi. Pour cela, on mesure à l'aide de valeur- p la vraisemblance de la distribution A par rapport à l'approximation lognormale de la loi B.

2.7. Conclusions

Nous avons présenté dans cette partie une analyse multi-échelles de la structure d'un papier de grammage 60 g.m^{-2} ayant une formation hétérogène, ainsi que l'influence de sa mésostructure sur le module d'Young apparent local.

L'analyse à l'échelle macroscopique a montré par l'utilisation des variogrammes que l'on peut approcher la forme de la corrélation spatiale de la mésostructure par un modèle exponentiel avec une longueur de corrélation de 7 mm et de portée pratique égale à $20,5 \text{ mm}$.

L'analyse à l'échelle mésoscopique s'est intéressée aux variations d'épaisseurs dans les différents constituants de la mésostructure (floc, antifloc et transition floc-antifloc). En moyenne, le floc étudié est plus épais ($102 \mu\text{m}$) de 73% que l'antifloc ($59 \mu\text{m}$). La transition d'épaisseur se fait avec un gradient de $4 \mu\text{m}/\text{mm}$. L'épaisseur n'est néanmoins pas constante à l'intérieur de la mésostructure et présente une variabilité pouvant être modélisée par un modèle de Cauchy généralisé avec une longueur de corrélation liée à cette variation de $1,35 \text{ mm}$ et qui correspond à la taille des fibres. Une seconde longueur, de l'ordre de la largeur des fibres, a été mise en évidence. La variabilité spatiale d'épaisseur des flocs et des antiflocs semble donc directement reliée au réseau de fibres.

L'analyse à l'échelle microscopique s'est intéressée à l'évolution de propriétés structurales, comme la porosité ou l'orientation des fibres, dans l'épaisseur d'un floc et d'un antifloc. La porosité dans le cœur des échantillons de floc et d'antifloc est la même. Par ailleurs, une direction privilégiée des longues fibres a été observée dans le floc tandis que les longues fibres ne semblent pas orientées dans une direction particulière pour l'antifloc. L'angle d'orientation des longues fibres du floc n'est pas constant dans l'épaisseur et semble avoir une variation linéaire.

Ces différences de structures génèrent des différences de propriétés mécaniques dans la mésostructure. Il a été montré que le module d'Young apparent moyen des flocs est supérieur à celui des antiflocs. Les distributions des modules d'Young apparents des flocs et des antiflocs suivent des lois lognormales statistiquement différentes.

Ce chapitre a donc mis en avant les différences de propriétés structurales à l'échelle de la mésostructure qui peuvent expliquer la variabilité des propriétés mécaniques. Les liens qui unissent structure et propriétés mécaniques doivent encore faire l'objet de recherches. En particulier, au-delà du fait que toutes ces conclusions doivent être vérifiées sur plusieurs échantillons de flocs et d'antiflocs, il serait intéressant d'étudier la structure des flocs en suspension lors du processus de fabrication du papier. En effet, il a été montré sur les échantillons étudiés que les longues fibres du floc sont davantage orientées que dans l'antifloc. On peut alors penser que cette différence provient de l'enchevêtrement des fibres dans les flocs en suspension dont leur orientation est davantage contrainte que les fibres seules lors de leur dépose sur la grille de la colonne d'eau. Une telle explication pourrait

faire l'objet d'une modélisation multi physique par exemple.

Ce chapitre a également permis de caractériser la corrélation spatiale de la mésostructure (forme et longueur de corrélation) et la variabilité de module d'Young. Ces données serviront à générer un matériau hétérogène dans un code éléments finis dans le chapitre suivant.

Chapitre 3

Evolution de la zone d'endommagement : une étude expérimentale et numérique

Table des matières

3.1.	Introduction	116
3.2.	Evolution de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction.....	117
3.2.1.	Matériaux et méthodes	117
3.2.2.	Analyse macroscopique	123
3.2.3.	Observation de l'évolution de la FPZ au cours de la fissuration	125
3.2.4.	Essais de fissuration par pilotage en ouverture de fissure.....	127
3.3.	Modélisation de la propagation de fissure dans un milieu hétérogène en utilisant un modèle d'endommagement non local.....	129
3.3.1.	Géométrie des échantillons	129
3.3.2.	Modélisation du comportement mécanique du papier : du matériau réel au matériau modèle.	130
3.3.3.	Etude de la propagation de fissure et du développement de la zone d'endommagement	135
3.4.	Vers une analyse statistique de la courbe de traction	146
3.4.1.	Méthode d'analyse par distribution de chutes de contraintes.....	146
3.4.2.	Distribution de chutes de contraintes du post-pic d'échantillons de papier.....	149
3.5.	Conclusions	154

Je remercie le LGP2 (Laboratoire Génie des Procédés Papetiers, Grenoble-INP) de m'avoir permis de réaliser une partie de mes essais expérimentaux suite à l'incendie du laboratoire 3SR, et Josselin Noël pour son aide dans les essais pilotés par ouverture de fissure.

3.1. Introduction

Le chapitre 2 s'est intéressé à l'influence de la variabilité locale de grammage sur les propriétés structurales et mécaniques du papier. On s'intéresse dans ce chapitre au comportement du papier à la rupture. L'étude des longueurs qui interviennent dans la fissuration est cruciale pour sa modélisation. En particulier, les modèles d'endommagement continus non locaux font intervenir une(des) longueur(s) interne(s) qui ne sont à l'heure actuelle pas encore reliées explicitement aux longueurs caractéristiques du matériau. L'endommagement du papier correspond à la rupture des liens entre les fibres ou à la rupture des fibres. La rupture des liens inter-fibres affecte le coefficient de diffusion lumineux du papier. La zone où se produit un tel endommagement peut être mise en évidence par exemple en imprégnant de silicone la feuille de papier. Une méthode a été proposée (Kettunen and Niskanen 2000; Niskanen et al. 2001) pour déterminer la largeur moyenne de la zone d'endommagement après un test de fracture. Il a été montré que la longueur des fibres influe sur la largeur de la zone d'endommagement (Niskanen et al. 2001). Cependant cette méthode ne permet de déterminer la largeur de la zone d'endommagement que *a posteriori* et non pas au cours de l'essai. Pourtant, les modèles d'endommagement non locaux appliqués au papier montrent que la longueur interne est reliée non seulement à la longueur des fibres (Isaksson et al. 2004) mais aussi au nombre de liens par fibres (Isaksson and Hägglund 2009). La longueur interne à introduire dans les modèles non locaux semble donc reliée aux propriétés structurales (nombre de liens inter-fibres, géométrie des fibres) du réseau fibreux. Pour une étude de la fissuration sur un papier possédant des hétérogénéités dans sa structure (flocs et antiflocs), la fissure peut traverser des milieux avec des propriétés structurales différentes et il est donc important de pouvoir caractériser la zone d'endommagement au cours de la propagation de la fissure et non pas *a posteriori*. Souhaitant caractériser, comprendre et modéliser le rôle d'inclusions dans la rupture d'un matériau quasi-fragile, nous nous intéressons ici aux rôles de flocs et antiflocs du papier comme matériau modèle. Dans ce chapitre, une étude expérimentale et numérique est proposée afin de caractériser le comportement du papier à la rupture et la création de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction. Le chapitre est organisé de la manière suivante :

- La partie 3.2 est une investigation expérimentale sur des échantillons de papier possédant ou pas une entaille. Dans cette partie sera détaillée la méthode de caractérisation de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction filmé.
- La partie 3.3 présente une modélisation numérique 2D d'un test de traction.

- o La partie 3.4 s'intéresse à la répartition des événements de rupture en s'appuyant sur une étude du comportement post-pic des courbes de traction.

3.2. Evolution de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction

Les observations de la zone d'endommagement se font généralement une fois l'essai de traction terminé. Ainsi, l'étude *a posteriori* de la largeur de la zone d'endommagement ne permet pas d'étudier son comportement au cours de la rupture. L'objectif de cette partie est de proposer une méthode pour étudier expérimentalement l'évolution de la zone d'endommagement lors de la propagation d'une fissure dans un milieu hétérogène. Pour cela, le papier étudié dans le chapitre précédent est utilisé ici dans des essais de fracture. Ces essais sont filmés par une caméra synchronisée avec la machine de traction. Par éclairage en transmission, on peut révéler la mésostructure de flocs et d'antiflocs du papier, le trajet de fissure et la zone d'endommagement. Ces observations à l'échelle mésoscopique peuvent, par synchronisation, être reliées à des quantités macroscopiques qui se déduisent de la courbe de traction, telles que l'énergie libérée au cours de l'essai. En d'autres termes, ces essais permettent d'observer le développement de la FPZ au sein de la mésostructure pendant l'essai tout en connaissant l'énergie dissipée.

3.2.1. Matériaux et méthodes

La campagne expérimentale initialement prévue prévoyait une série d'essais de fracture filmés et synchronisés sur 6 échantillons avec une entaille et 6 échantillons sans entaille, de largeur $w = 50 \text{ mm}$ et de hauteur $h = 20 \text{ mm}$ (Figure 3-1-a). La largeur retenue correspond à la largeur des mors de traction, afin de prendre des échantillons aussi larges que possible pour une propagation de fissure suffisante. La hauteur a été prise suffisamment petite afin de rester dans le cadre d'une propagation de fissure quasi-statique et éviter ainsi les phénomènes de snap-back apparaissant pour les grandes structures.

A cause du contexte dans lequel s'est déroulée la fin de la thèse (incendie du laboratoire 3SR et pandémie de COVID-19), la campagne expérimentale telle que décrite ci-dessus n'a pas pu être réalisée dans son intégralité, certains dispositifs ayant été détruits durant l'incendie. La campagne expérimentale qui est proposée dans cette section s'est déroulée en plusieurs fois et sur différentes machines de traction. Nous avons donc dû adapter les dimensions des échantillons en conséquence. Pour plus de clarté, les échantillons sont regroupés par « série d'échantillons », chaque série correspondant à un dispositif d'expérience, à savoir :

- Des essais de traction sur des échantillons sans entaille et entaillés sans enregistrement d'images synchronisées (séries 1 et 2).
- Un essai de traction entaillé avec enregistrement d'images synchronisées (série 3). Il s'agit d'un essai préliminaire réalisé avant l'incendie.
- Un essai de traction piloté par ouverture de fissure (série 4). Il s'agit également d'un essai préliminaire réalisé avant l'incendie.

Le tableau 3-1 ci-dessous détaille les propriétés de chaque série d'échantillons.

Série d'échantillons	Type	Type de fibres	Epaisseur (μm)	Grammage ($g.m^{-2}$)	Temps d'amortissement de la turbulence (sec)	Entaille de longueur a (mm)	Dimensions $h \times w$ (mm^2)	Nombre d'échantillons
1	Formeur de feuilles Rapid-Köthen	Résineux / Non-raffinés	127	60	60 (i.e. formation hétérogène)	–	20 × 35	6
2			127	60	60 (i.e. formation hétérogène)	10	20 × 35	6
3		Résineux / Raffinés	113	50	0 (i.e. formation la plus homogène possible)	3.5	50 × 25	1
4	Papier industriel	–	103	80	-	5	190 × 190	1

Tableau 3 - 1 : Propriétés et dimensions des différents échantillons utilisés. h et w représentent respectivement la hauteur et la largeur des échantillons. Le temps d'amortissement de la turbulence est donné lorsque les échantillons sont générés par le procédé Rapid-Köthen.

3.2.1.1. Préparation des échantillons et essais mécaniques

Le papier utilisé pour les séries 1, 2 et 3 a été fabriqué avec le formeur de feuilles de type Rapid-Köthen et composé de fibres de résineux. Les échantillons des séries 1 et 2 ont un grammage de $60 g.m^{-2}$ et un temps d'amortissement de la turbulence de 60 secondes. Il s'agit du papier qui a déjà été utilisé dans le chapitre 2. L'échantillon de la série 3 a un grammage de $50 g.m^{-2}$ et sans amortissement de la turbulence (afin de créer un papier le plus homogène possible). Ce papier a été utilisé lors de tests préliminaires sur le dispositif de traction synchronisé avec caméra. Un papier impression industriel de grammage de $80 g.m^{-2}$ a été également étudié (série 4) dans un test de traction piloté en ouverture de fissure.

Tous les échantillons ont été découpés en utilisant un cutter. Les séries 1 et 2 sont composées chacune de 6 échantillons de largeur $3,5 cm$ et de hauteur $2 cm$ (Figure 3-1-a). Pour garantir que la fissure se propage dans au moins plus qu'un flocc ou un antiflocc, la largeur des échantillons doit être plus grande

que la longueur d'autocorrélation de la mésostructure (soit plus grande que $2,1\text{ cm}$, la portée pratique trouvée pour ce type de papier, cf. chapitre 2) tout en étant moins larges que la largeur des mors de traction (ici de 4 cm). La hauteur des échantillons quant à elle a été choisie suffisamment petite pour garantir une propagation stable de la fissure. Les échantillons de la série 1 ne sont pas entaillés. Afin de garantir l'amorçage de l'endommagement en un point donné de l'échantillon, une entaille de $1,5\text{ cm}$ est réalisée sur le côté à mi-hauteur des échantillons de la série 2. Les entailles ont été faites de manière reproductible en utilisant une guillotine. Les échantillons d'une même série sont structurellement similaires entre eux en termes d'hétérogénéité.

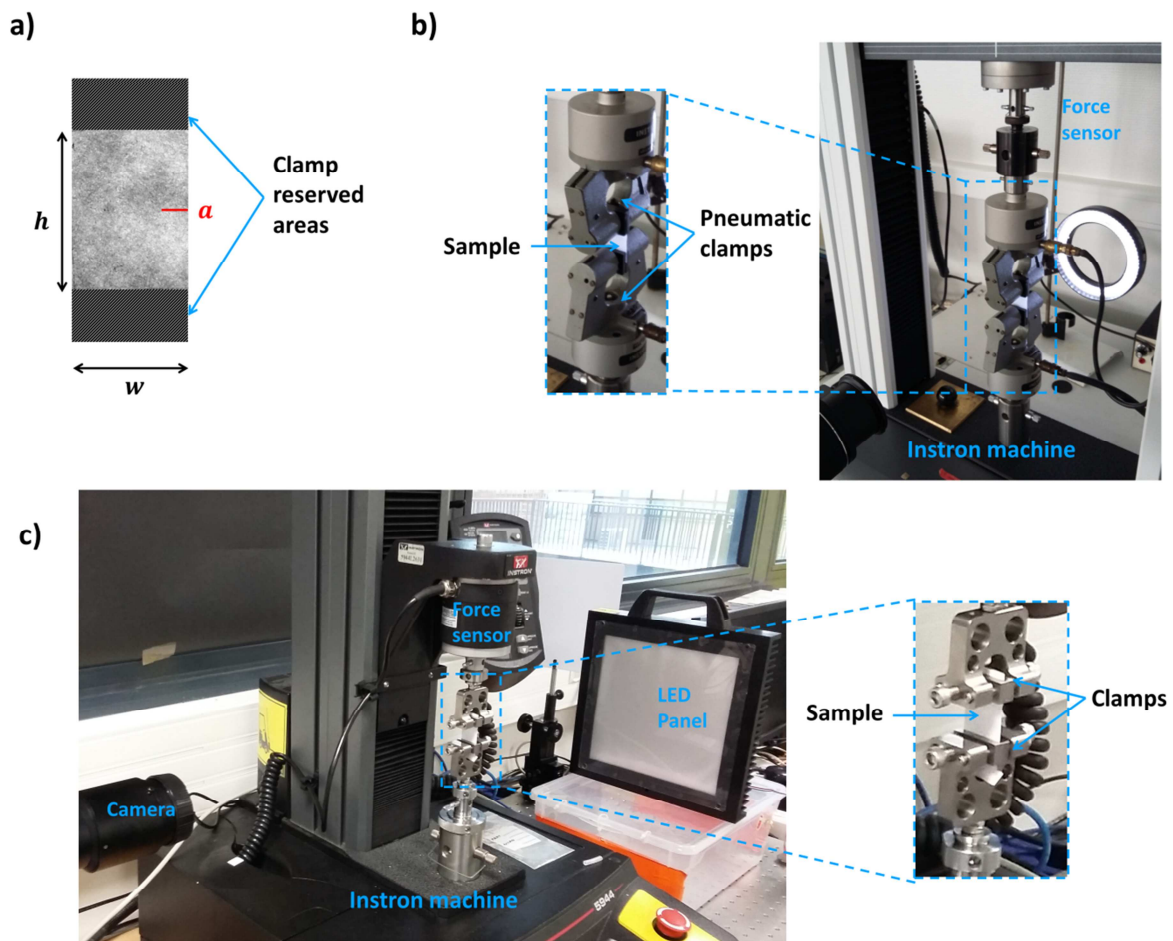


Figure 3 - 1 : Géométrie des échantillons et dispositifs de traction pour les séries 1, 2 et 3. (a) Géométrie des échantillons. La partie utile des échantillons mesure $h \times w$ (hauteur et largeur). Pour les échantillons entaillés, une entaille de longueur a est faite à mi-hauteur sur le côté droit. (b) Dispositif de traction (pour les séries 1 et 2). L'échantillon est maintenu par des mors pneumatiques. (c) Dispositif de traction synchronisé avec caméra (pour la série 3). L'échantillon est maintenu par des mors mécaniques. Une caméra enregistre les images de l'échantillon éclairé par transmission à l'aide d'un panneau LED.

La série 3 est composée d'un échantillon de largeur $2,5\text{ cm}$ et de hauteur 5 cm avec une entaille de 3 mm de long faite sur le côté à mi-hauteur. Le papier utilisé présente la mésostructure la plus homogène de toutes les séries. On observera par la suite que les dimensions de l'échantillon sont adaptées pour suivre le développement de la zone d'endommagement tout en ayant une propagation stable de la fissure.

Comme expliqué par la suite, on souhaite montrer la faisabilité d'un essai piloté en ouverture de fissure. La série 4 est composée d'un échantillon de 19 cm de largeur et de 19 cm de hauteur avec une entaille de 5 mm sur le côté et à mi-hauteur. Ce pilotage permet de garantir la propagation quasi-statique de fissure, quelque soit la géométrie de l'échantillon. Il a donc été fait le choix de prendre un échantillon de grande taille par rapport aux autres séries d'échantillons, afin de s'affranchir des effets de bord et faciliter la visualisation.

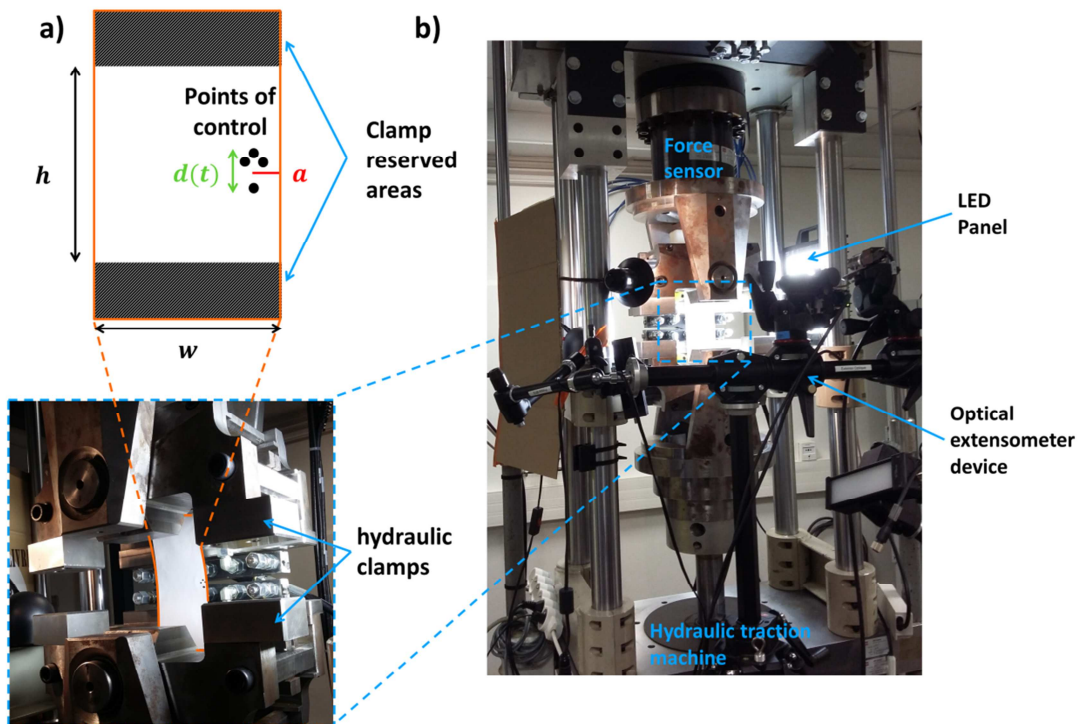


Figure 3 - 2 : Dispositif de traction pilotée en ouverture de fissure par extensomètre optique (pour la série 4) (a) Géométrie de l'échantillon. Une entaille de longueur a est faite à mi-hauteur. Des points de contrôle utilisés par l'extensomètre sont dessinés de part et d'autre de l'entaille. (b) L'échantillon est monté sur la machine de traction par des mors hydrauliques. Un panneau LED éclaire les points de contrôle. Un extensomètre optique (caméra et dispositif de traitement d'images) permet de contrôler la traction selon la distance $d(t)$ entre les points de contrôle.

Les tests de traction ont été effectués sur trois dispositifs différents présentés sur les Figures 3-1-b, c et 3-2. Des tests de traction sans enregistrement des images de l'échantillon ont été réalisés sur les

échantillons des séries 1 et 2 qui ont été montés à l'aide de mors pneumatiques sur une machine d'essai Instron® équipé d'un capteur de 5 kN (Figure 3-1-b). Afin de suivre l'évolution de la fissuration lors de l'essai de traction, l'échantillon de la série 3 a été éclairé par transmission avec un panneau LED de $20 \times 20\text{ cm}^2$ et filmé par une caméra CCD (13 images par secondes) lors d'un essai de traction sur une machine Instron® équipée d'un capteur de 2 kN . Les mors utilisés pour cet essai sont à serrage mécanique. Les acquisitions des données de la caméra et de la machine de traction ont été synchronisées. Les essais de traction sur les séries 1, 2 et 3 ont été pilotés en déplacement avec un taux de déformation de $0,2\text{ min}^{-1}$. Cette vitesse a été choisie car elle est suffisamment faible pour ne négliger les efforts inertiels dans l'équilibre du système tout en minimisant le fluage dû au comportement viscoélastique du papier. Un dernier dispositif est utilisé sur la série 4 avec une presse hydraulique MTS® (100 kN). Nous anticipons l'apparition de ruptures brutales avec snap-back sur les échantillons de grande taille. Nous avons donc voulu mettre au point une méthode de pilotage indirecte par mesure de l'ouverture de fissure à l'aide d'un extensomètre optique. Des points de contrôle sont dessinés à l'aide d'un feutre noir sur la feuille de papier de part et d'autre de l'entaille (Figure 3-2-a). Un panneau LED éclaire l'échantillon par transmission et permet d'obtenir un contraste optique suffisant. Une caméra enregistre, au cours de l'essai, les images de la zone autour de l'entaille et met en évidence l'évolution de la position des points de contrôle. La distance $d(t)$ et la vitesse de déplacement \dot{d} sont calculées par le logiciel de pilotage au cours de l'essai. L'essai est piloté en ouverture de fissure, *i.e.* tel que \dot{d} soit une constante (le taux de déformation $\dot{d}/d_{t=0}$ a été pris égale à $0,2\text{ min}^{-1}$ comme pour tous les autres essais réalisés dans ce chapitre). La presse hydraulique est dimensionnée pour de la traction sur des échantillons métalliques, le capteur de force n'est donc pas le plus adapté à nos échantillons. Néanmoins, elle permet de faire les premiers essais en ouverture de fissure sur un dispositif existant.

3.2.1.2. Acquisition d'images et traitement des données

Une méthode a été développée et appliquée lors de la traction de l'échantillon de la série 3 pour déterminer l'évolution de la zone d'endommagement au cours d'un essai de traction à partir d'images optiques. Cette méthode repose sur la différence d'images successives (*i.e.* pour deux déformations imposées ϵ et $\epsilon + \Delta\epsilon$) de l'échantillon éclairé par transmission au cours du développement de la fissure (Figure 3-3). La Figure 3-3-a montre la propagation de la fissure entre deux images successives (A et B) de l'essai. On observe l'assombrissement d'une zone à l'avant de la pointe de fissure (Figure 3-3-b). Lors de la rupture des liens inter-fibres, de nouvelles surfaces de fibres sont exposées à l'air libre. Le trajet de la lumière transmise est modifié, car le coefficient de diffusion du papier augmente. En effet, avec la rupture des liens inter-fibres, de nouvelles portions de fibres se retrouvent à l'aire libre et augmentent ainsi la surface spécifique réfléchissant la lumière incidente. Ainsi, la zone qui s'assombrie est la zone où l'endommagement se produit entre les deux images. On appelle cette zone la « FPZ active », que nous mettons ici en évidence. La différence de ces deux images permet de visualiser la

zone où il y a assombrissement (en bleu) à l'avant de la pointe de fissure (en rouge). Le papier se déforme élastiquement à l'extérieur de la FPZ active, faisant apparaître des artefacts sur les différences d'images (Figure 3-3-b). Néanmoins, on considère que deux images successives sont prises à des déformations suffisamment proches ($\Delta\epsilon = 2 \times 10^{-4}$, voir Figure 3-3-c) pour que la présence des artefacts soit modérée. La contribution de ces artefacts est ponctuelle ce qui nous permet de les éliminer par filtrage (filtre moyenneur). On ne conserve ainsi que la FPZ active.

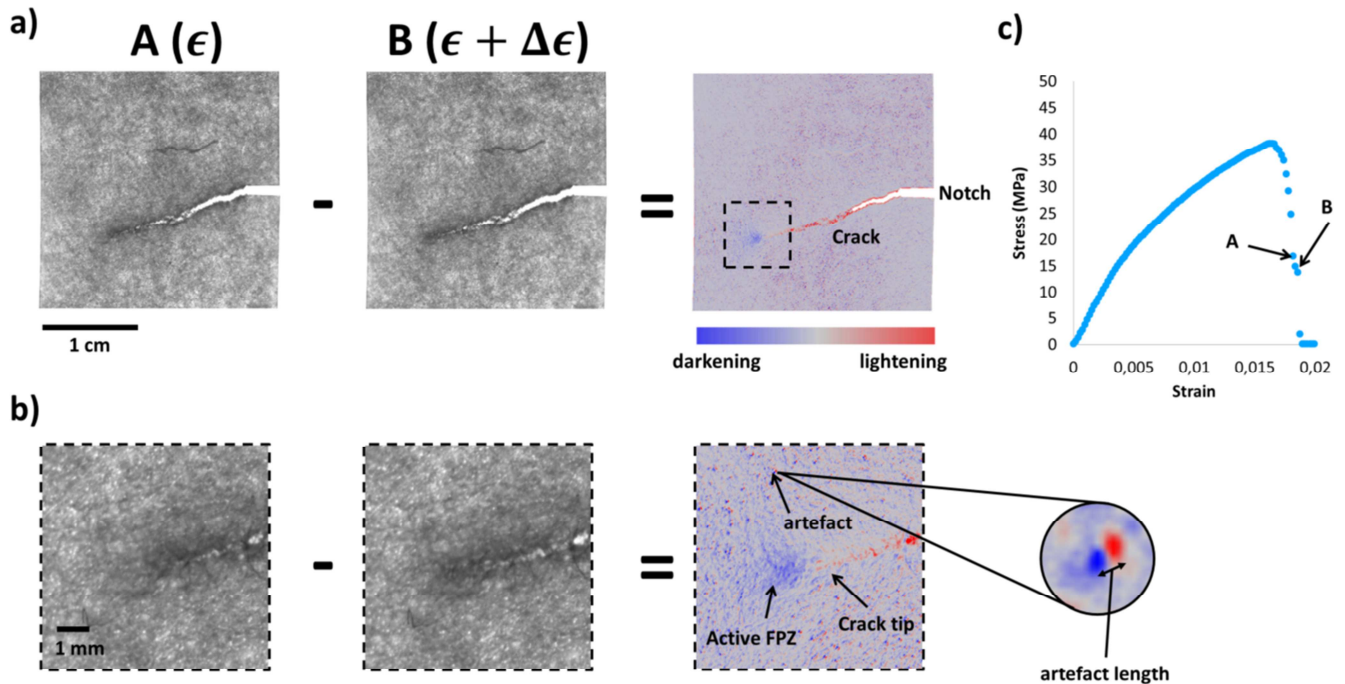


Figure 3 - 3 : Illustration du traitement d'image pour visualiser la FPZ. (a) A et B sont deux images optiques de l'échantillon en niveaux de gris prises successivement au cours d'un essai de traction (*i.e.* pour deux déformations ϵ et $\epsilon + \Delta\epsilon$). La différence de ces images montre les zones qui s'assombrissent (en bleu) et qui s'éclaircissent (en rouge). (b) Zoom sur le voisinage de la pointe de fissure. La fissure correspond à une zone qui s'éclaircit. Une zone bleue s'étend à l'avant de la pointe de fissure. Cette zone est appelée FPZ active. Les artefacts sont dus à la déformation élastique du papier. (c) Courbe de traction de l'essai. Les instants correspondants aux images A et B sont rajoutés sur la courbe.

La Figure 3-4 détaille les étapes successives pour déterminer les propriétés géométriques de la FPZ active. L'ensemble du traitement d'image a été réalisé en utilisant le logiciel ImageJ. A partir de la différence originale d'images (a), un filtre moyenneur (moyenne mobile) est appliqué pour enlever les artefacts (b). La largeur du filtre correspond à la largeur caractéristique des artefacts (Figure 3-3-b).

Le trajet final de la fissure est obtenu à partir de l'image à la fin de l'essai. On superpose ce trajet à l'image en cours. On en déduit l'orientation locale de la fissure au niveau de la pointe de fissure (c). Un seuillage est réalisé sur l'image filtrée (b) afin de ne garder que les zones correspondant à

l'assombrissement (d). La zone seuillée est ensuite approximée par une ellipse via l'outil « Analyse Particules » disponible sous ImageJ. L'ellipse trouvée est ensuite ajustée afin que son grand axe soit orienté selon la direction locale de la fissure précédemment identifiée (e). La FPZ active est finalement représentée par une ellipse dont on peut calculer l'aire et la largeur (f).

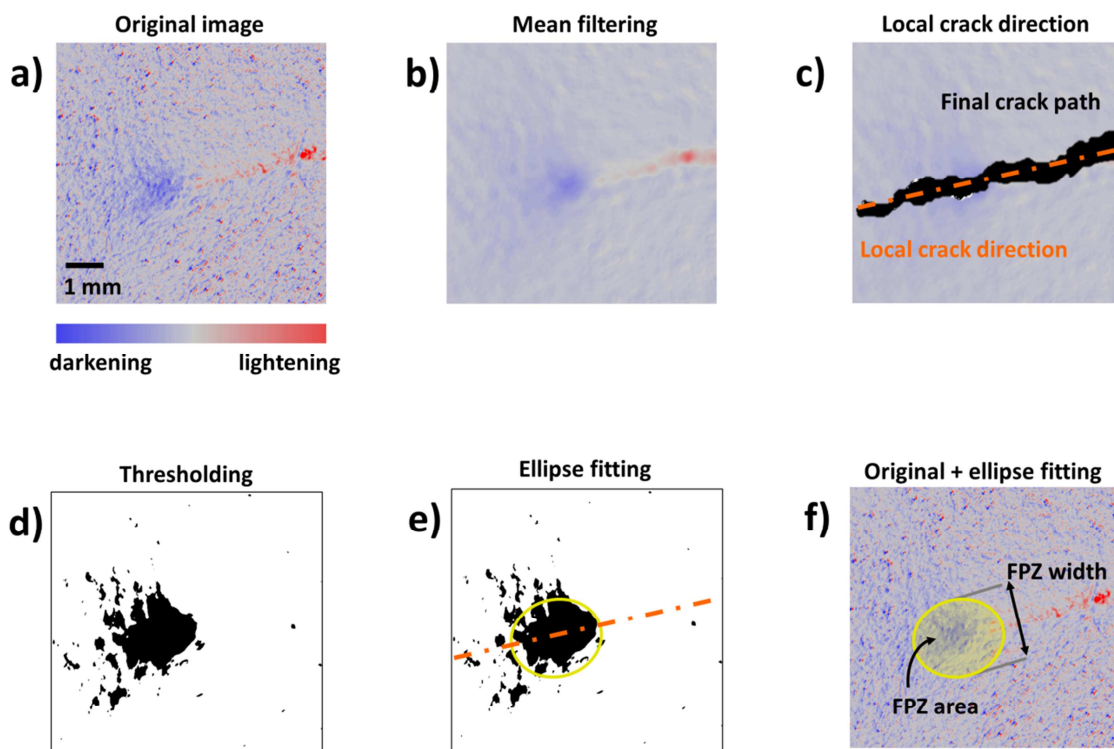


Figure 3 - 4 : Etapes successives du traitement d'image pour approximer la FPZ par une ellipse. (a) Différence d'images originale. (b) Filtre moyenneur. (c) La direction locale de la fissure est obtenue à partir du chemin final de la fissure (image de l'échantillon entièrement fissuré). (d) Seuillage. (e) Calage de la zone seuillée par une ellipse. Le grand axe de l'ellipse est pris selon la direction locale de la fissure. (f) Image originale avec l'ellipse calée. L'aire de la FPZ correspond à l'aire de l'ellipse et la largeur de la FPZ correspond au petit axe de l'ellipse.

3.2.2. Analyse macroscopique

L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation globale des échantillons est représentée sur la Figure 3-5 pour les échantillons des séries 1 (sans entaille, Figure 3-5-a) et 2 (avec entaille, Figure 3-5-b). La contrainte a été obtenue en divisant la force par l'épaisseur standard de la feuille ($127 \mu\text{m}$) et la largeur des échantillons (35 mm).

Des imageries illustrent l'évolution de la structure au cours de la traction. On observe que l'endommagement des échantillons commence à être visible à partir du pic pour les échantillons entaillés et non entaillés. L'endommagement est ainsi uniquement visualisé à partir d'images prises en

transmission. Néanmoins, il est connu pour le papier, en utilisant l'émission acoustique, que l'endommagement commence généralement avant le pic (Salminen et al. 2002). Tous les échantillons montrent ici un comportement post-pic sans snap-back. Dans la plupart des cas, pour les échantillons sans entaille, l'endommagement s'amorce en même temps sur toute la largeur de l'échantillon (Figure 3-5-a) contrairement aux échantillons avec entaille où l'endommagement s'amorce préférentiellement au niveau de l'entaille et se propage progressivement sur le restant de la largeur (Figure 3-5-b). On vérifie donc ici que l'entaille permet un amorçage de la fissure à un endroit donné.

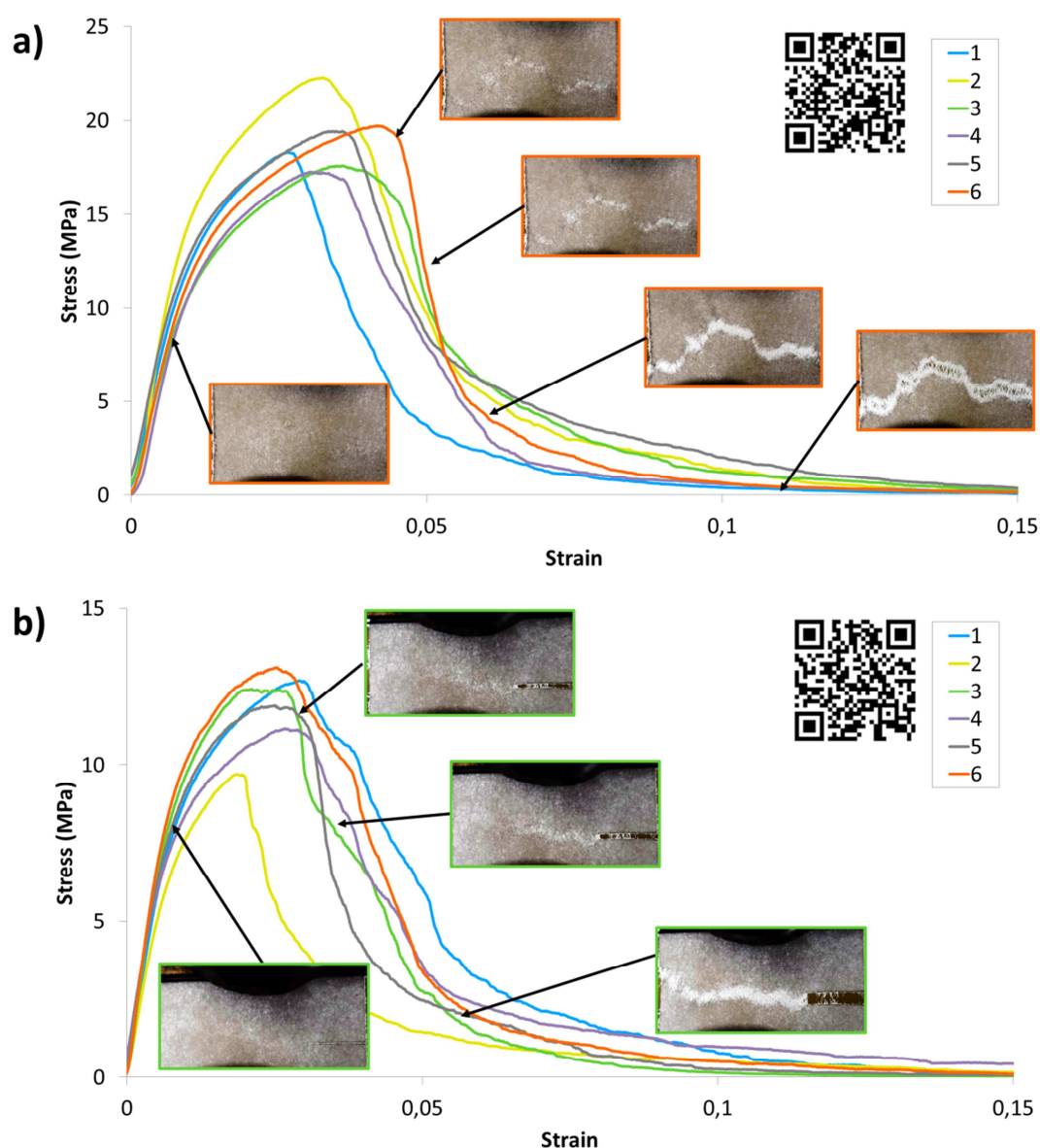


Figure 3 - 5 : Courbes de traction pour : (a) des échantillons non entaillés (série 1). (b) des échantillons entaillés (série 2). Les imageries montrent l'état des échantillons à différents instants de l'essai. Les QR codes permettent d'avoir accès aux liens YouTube pour les vidéos des essais.

3.2.3. Observation de l'évolution de la FPZ au cours de la fissuration

La Figure 3-6-a montre la courbe de traction de l'échantillon de la série 3. Pour chaque point de mesure de la courbe, une image de l'échantillon est enregistrée par la caméra. Des différences d'images obtenues par la méthode décrite dans le paragraphe 3.2.1.2 sont présentées permettant le suivi du développement de la FPZ active au cours de la traction. On observe que la FPZ active apparaît à partir du pic de contrainte et que ses dimensions changent au cours du post-pic. La Figure 3-6-b présente les évolutions de la largeur et de la surface (a_{FPZ}) de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte $\Delta\sigma$. Cette dernière est normalisée par la résistance à la traction σ_0 ³.

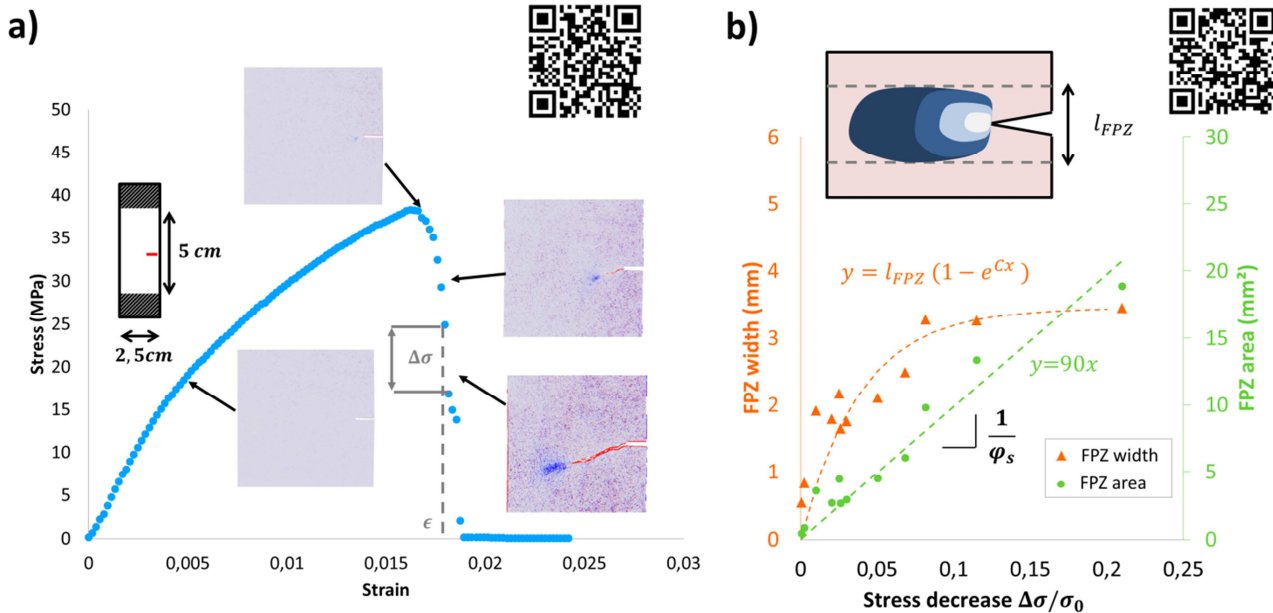


Figure 3 - 6 : (a) Courbe de traction. Les différences d'images permettant de voir l'évolution de la FPZ active sont affichées à différents instants de l'essai. Le QR code permet d'avoir accès au lien YouTube pour l'évolution de la FPZ au cours du post-pic. (b) Dimensions de la FPZ (aire et largeur) en fonction de la chute de contrainte normalisée $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points d'acquisition successifs sur le courbe de traction, où σ_0 est la résistance à la traction. L'aire est proportionnelle à la chute de contrainte et de coefficient $\frac{1}{\varphi_s} = 90 \text{ mm}^2$. La loi d'évolution de la largeur est exponentielle et bornée par sa valeur limite l_{FPZ} . L'insert montre le profil typique de la FPZ pour différentes chutes de contrainte. Le QR code permet d'avoir accès au lien YouTube pour l'évolution de la FPZ au cours du post-pic en se plaçant dans le référentiel de la pointe de fissure.

³ On fait ici l'hypothèse que la FPZ active se développe dans toute l'épaisseur du papier de façon homogène. Ainsi la surface $a_{FPZ} = \frac{v_{FPZ}}{e}$ avec v_{FPZ} le volume de la FPZ active et e l'épaisseur de la feuille.

- On observe sur la Figure 3-6-b que l'aire de la FPZ active est proportionnelle à la chute de contrainte normalisée $\Delta\sigma/\sigma_0$. L'énergie volumique $\Delta\Sigma$ qui est dissipée lors une chute de contrainte s'exprime comme : $\Delta\Sigma = 1/2 \times \epsilon \times \Delta\sigma$. La chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ peut être ainsi considérée comme une mesure indirecte de l'énergie libérée au sein de la FPZ active⁴.
- Nous retrouvons qu'au cours de l'endommagement, la quantité d'énergie libérée dans la FPZ active croit avec le volume de la FPZ active. On peut ainsi définir $\varphi_s = \frac{\varphi_v}{e}$, la quantité d'énergie surfacique libérée dans la FPZ active (φ_v , la quantité d'énergie volumique libérée) qui est constante au cours de l'endommagement.
- On observe également que la largeur de le FPZ active varie avec la chute de contrainte. A première vue, cette observation ne correspond pas aux théories d'endommagement non linéaires qui prévoient que la largeur de la FPZ reste constante. Mais dans notre cas, il faut rappeler que la FPZ se propage dans un milieu hétérogène de fibres. On met en évidence dans le cas présent un régime d'établissement de la zone d'endommagement en largeur.

Le QR code de la Figure 3-6-b permet de visualiser le développement de la FPZ active en prenant comme référentiel la pointe de fissure. Les différents profils de la FPZ active sont représentés de manière schématique dans l'insert de la Figure 3-6-b. On observe que la FPZ active se développe en largeur et en longueur avec la chute de contrainte. Nous proposons ici une description du développement de la FPZ au cours de l'endommagement : si l'aire de la FPZ active augmente proportionnellement avec la chute de contrainte, sa largeur quant à elle, augmente progressivement et se stabilise pour atteindre une largeur limite l_{FPZ} . Sur la Figure 3-6-b, l'évolution de cette largeur a été illustrée. On peut par exemple l'approximer par une loi empirique de type exponentielle et montrer que la largeur de la FPZ augmente jusqu'à une valeur seuil.

Ainsi, on peut résumer l'évolution de la zone d'endommagement de la manière suivante : Due aux constituants du matériau (les fibres), la fissure se propage de manière intermittente. La propagation intermittente d'une fissure dans le papier est connue et mise en évidence par l'émission acoustique (Rosti et al. 2010). Dans un premier régime, depuis l'amorçage de la propagation de fissure où la largeur de la FPZ active est nulle et la chute de contrainte faible, la FPZ se développe progressivement, aussi bien en largeur qu'en longueur. Puis, dans un second régime, lorsque la FPZ a atteint sa largeur limite, elle continue de se développer uniquement en longueur, afin de satisfaire la conservation de l'énergie surfacique dépensée φ_s . L'endommagement dans la direction de la fissure progresse plus rapidement dans le second régime.

⁴ Notons qu'il y a proportionnalité entre $\Delta\Sigma$ et $\Delta\sigma$ sur l'ensemble du post-pic uniquement en considérant ϵ constant. Dans le cas présent, nous considérons que ϵ ne varie pas significativement dans le post pic pour faire l'approximation $\Delta\Sigma \propto \Delta\sigma$.

3.2.4. Essais de fissuration par pilotage en ouverture de fissure

Dans le but de visualiser l'évolution de la FPZ active dans un papier avec formation hétérogène, il est nécessaire d'avoir des échantillons comprenant de nombreux floes, ce qui implique une taille d'échantillon importante. Au-delà d'une certaine taille d'échantillon et dû aux effets d'échelles, la fissure se propage de manière dynamique et non plus de manière quasi-statique. Dans ce cas, une partie de l'énergie est dissipée sous forme d'énergie cinétique et il n'est alors plus possible de remonter à l'énergie nécessaire à la création de la FPZ active. Pour garantir la propagation quasi-statique de la fissure, il convient alors de piloter l'essai en ouverture de fissure. Le développement réalisé au cours de la thèse est présenté dans cette partie.

Dans un premier temps, des essais préliminaires sont réalisés afin de conclure sur la pertinence d'utiliser la machine hydraulique MTS® malgré le surdimensionnement de son capteur de force. Ces essais ont été réalisés sur (i) une machine de type Instron avec un capteur de 2 kN et (ii) sur une machine hydraulique MTS® (Figure 3-2). La longueur de 18 cm étant la longueur d'échantillon minimale que peut accepter la machine hydraulique MTS® et la largeur de $2,5\text{ cm}$ est la largeur maximale que peut admettre les mors utilisés sur l'Instron®. La Figure 3-7 présente les résultats d'essais préliminaires de traction pour un échantillon de papier industriel. Le pilotage a été fait en déplacement avec un taux de déformation de l'échantillon de $0,2\text{ min}^{-1}$. Malgré le bruit lié au surdimensionnement de la machine hydraulique, la courbe de traction est cohérente avec celle obtenue sur une machine dédiée. La différence de contrainte et de déformation à rupture est due aux aléas de résistances de la feuille de papier et correspond à ce qui est attendu pour ce type de matériau (Gustafsson and Niskanen 2012)

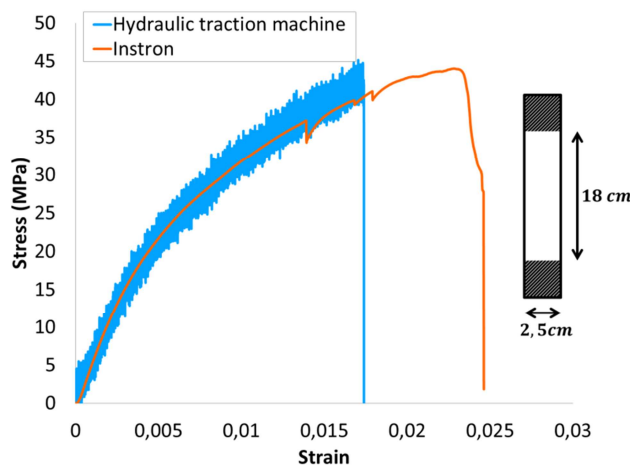


Figure 3 - 7 : Comparaison des courbes de traction dans le sens machine (MD) pour un essai sur l'Instron et la machine de traction hydraulique MTS.

Dans un second temps, un essai piloté en ouverture de fissure a été réalisé sur la machine hydraulique MTS® avec l'échantillon de la série 4. Les snapbacks présents sur la courbe (Figure 3-8) mettent en évidence que la fissuration est contrôlée sur quasiment toute la durée de l'essai de traction et reste dans un régime quasi-statique. En effet, en pilotant en ouverture de fissure, la machine de traction peut soutirer de l'énergie à l'échantillon afin de garantir une propagation stable de la fissure. La courbe de traction n'admet pas donc pas de chute brutale de contrainte. On notera néanmoins que la décharge jusqu'à la contrainte nulle montre que le système de pilotage est encore perfectible (sans doute un système d'acquisition et de traitement d'images pas assez rapides pour assurer un contrôle satisfaisant sur toute la durée de l'essai). On rappelle que dans notre cas, on a fait le choix d'utiliser une machine de traction non-dédiée pour le papier mais existante au 3SR afin de montrer la faisabilité d'un pilotage en ouverture de fissure mesurée par caméra optique dans la perspective d'étudier le développement de la FPZ active au cours d'une fissuration sur des papiers de grandes dimensions.

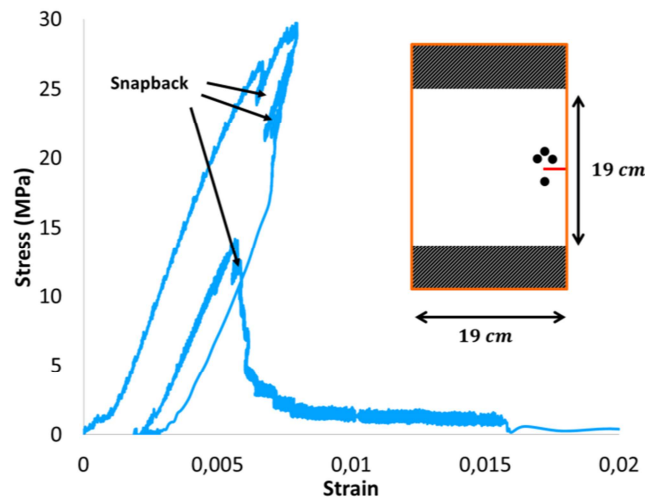


Figure 3 - 8 : Courbe de traction pour un essai piloté en ouverture de fissure (échantillon de la série 4).

Dans cette partie, des essais de traction sur du papier ont montré que la rupture d'un échantillon pouvait se présenter à la suite d'une propagation d'un front de fissure ou par un endommagement simultané sur la largeur de l'échantillon. Un essai de traction filmé d'un échantillon entaillé a permis de mettre en évidence le développement de la zone d'endommagement au cours de la rupture. On a défini la notion de FPZ active qui correspond à la zone qui s'endommage entre deux instants de l'essai. Les propriétés géométriques (aire et largeur) de la FPZ active ont été tracées en fonction de la chute de contrainte entre ces deux instants et ont montrés que (i) l'aire de la FPZ active est proportionnelle à la chute de contrainte et que (ii) la largeur de la FPZ active augmente jusqu'à une valeur limite l_{FPZ} définissant la valeur de la FPZ pleinement développée. On a enfin montré la faisabilité d'un essai de traction piloté par ouverture de fissure ouvrant la perspective d'essais sur des échantillons de grande taille.

3.3. Modélisation de la propagation de fissure dans un milieu hétérogène en utilisant un modèle d'endommagement non local

L'une des ambitions de la thèse est de relier la longueur interne utilisée dans les modèles d'endommagement continu non locaux aux longueurs caractéristiques présentes dans le matériau.

Un modèle d'endommagement continu non local a été utilisé dans cette partie, et permet de comparer les résultats du modèle aux résultats expérimentaux. On rappelle que la longueur interne la plus adaptée est susceptible de changer en fonction de la longueur des fibres et du nombre de liens par fibres (Isaksson and Hägglund 2009). A l'heure actuelle, dans les modélisations d'endommagement continu non locales, la longueur interne ne dépend pas de la variabilité des propriétés structurales que peut rencontrer la zone d'endommagement au cours de la propagation de fissure. Or, le chapitre précédent a montré que les propriétés structurales variaient à l'échelle de la mésostructure. Il paraît donc important de pouvoir déterminer la longueur interne à partir de mesures au cours de l'essai. La partie précédente a montré que la chute de contrainte dans le post-pic était liée à l'aire de la FPZ active par la quantité d'énergie surfacique φ_s constante.

L'objectif de cette partie est donc maintenant de proposer une modélisation qui reproduit la propagation de fissure dans un matériau hétérogène, afin de mieux comprendre le rôle de la mésostructure et de son influence sur la largeur de la FPZ. L'influence de la longueur interne utilisée dans les modèles d'endommagement continu non locaux sera étudiée en s'appuyant sur la quantité d'énergie surfacique φ_s . La modélisation numérique a été réalisée en utilisant la méthode des éléments finis avec une loi d'endommagement de type Mazars à l'aide de CAST3M 2017. La méthode non locale basée sur l'état de contrainte (Giry et al. 2011) sera utilisée.

3.3.1. Géométrie des échantillons

La Figure 3-9 présente la géométrie des échantillons. Les échantillons sont modélisés en 2D avec l'hypothèse de contraintes planes. Les échantillons mesurent 5 cm de large et 2 cm de long. Pour le calcul des contraintes, on considère l'épaisseur utilisée pour déterminer le module d'Young apparent dans le chapitre 2, soit une épaisseur de $107\text{ }\mu\text{m}$. Les déplacements selon l'axe y sont bloqués sur l'arête inférieure ainsi que le déplacement selon l'axe x sur le coin inférieur droit. Les échantillons sont mis en traction en imposant un déplacement sur l'arête supérieure. En réalité, les mors se comportent comme deux liaisons encastrement. Cependant, des simulations préliminaires ont montré qu'en prenant de telles conditions limites, les échantillons craquaient systématiquement dans les mors, à cause de la bi-traction dans des coins de l'échantillon. Les conditions limites choisies évitent ainsi les

bi-tractions. Le maillage est constitué d'éléments triangles de degré 1. La taille des éléments est fixée égale à 1 mm .

On étudie dans une première partie le comportement mécanique des échantillons sans entaille pour caler les paramètres de la loi d'endommagement. Dans une seconde partie, une entaille de 15 mm de long pour 1 mm de large est ajoutée à mi-hauteur de l'échantillon.

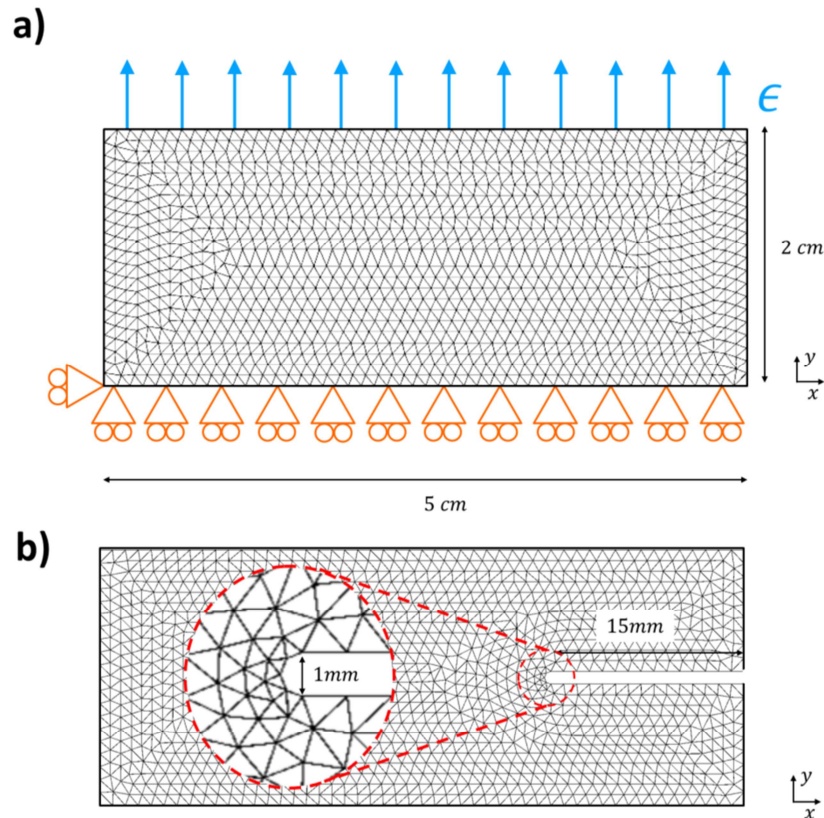


Figure 3 - 9 : Représentation schématique d'un échantillon : (a) sans entaille. (b) avec entaille.

3.3.2. Modélisation du comportement mécanique du papier : du matériau réel au matériau modèle.

Le papier est un matériau complexe à modéliser en raison des nombreux effets qui influencent son comportement mécanique dont entre autres les déformations élastiques non linéaires, les déformations plastiques, le comportement viscoélastique ou son endommagement.

Le comportement du papier a été simplifié pour se ramener à un matériau élasto-endommageable. Le modèle d'endommagement isotrope de Mazars est appliqué aux échantillons modélisés. L'identification

des paramètres A_{tra} , B_{tra} et ϵ_{d0} de la loi d'endommagement (voir 1.2.3.2) par rapport à une courbe expérimentale est détaillée par la suite.

3.3.2.1. Modélisation de la distribution spatiale de module d'Young par un champ aléatoire autocorrélé

L'étude de la variabilité de module d'Young de la mésostructure dans le Chapitre 2 a permis de mettre en évidence que les flocs et les antiflocs ont des modules d'Young différents et avec des fonctions de répartitions lognormales.

Afin de représenter les hétérogénéités du matériau, le module d'Young est modélisé par un champ aléatoire projeté sur les éléments finis. Dans le cas présent, on génère une distribution spatiale de module d'Young en se basant sur les valeurs de module d'Young apparentes trouvées dans le chapitre précédent et en considérant arbitrairement que l'échantillon possède 50% de flocs et 50% d'antiflocs, ce qui correspond visuellement à ce qu'on a pu observer dans les papiers analysés.

- Identification du champ aléatoire théorique

Premièrement, le champ aléatoire Z qui représente la variabilité spatiale de module d'Young est identifié. Le champ aléatoire est complètement décrit par sa moyenne μ_Z , son écart-type σ_Z et sa fonction d'autocorrélation (modèle avec sa longueur d'autocorrélation l_{corr} associée).

La moyenne et l'écart-type du champ aléatoire sont d'abord déterminés. La Figure 3-10-c présente la fonction de répartition du module d'Young d'une population de 19 flocs et de 19 antiflocs pris au hasard parmi l'ensemble des flocs et des antiflocs testés dans la partie 2.6. La distribution est approximée par une loi lognormale de moyenne **1,3 GPa** et d'écart-type **0,5 GPa**. Ces valeurs sont directement prises comme étant respectivement la moyenne et l'écart-type du champ aléatoire. Comme la fonction de répartition de module d'Young apparent est lognormale, on prend également une distribution lognormale pour le champ aléatoire. Il est important de préciser ici que, même si l'utilisation des termes flocs et antiflocs peut prêter à confusion et faire penser à un matériau bimodal, le papier est un matériau à une seule phase dont les propriétés mécaniques sont statistiquement distribuées et spatialement corrélées, c'est ce que le champ aléatoire modélise ici. Les flocs et les antiflocs s'identifient respectivement aux zones de forts et de faibles modules d'Young sur le champ aléatoire.

Il reste maintenant à déterminer la fonction d'autocorrélation du champ aléatoire et sa longueur d'autocorrélation l_{corr} . L'étude du variogramme d'images en niveaux de gris d'un échantillon de papier (rappelée dans la Figure 3-10-b) a montré que la variabilité spatiale de niveau de gris était de forme

exponentielle. On prend donc un modèle exponentiel comme fonction d'autocorrélation de même longueur d'autocorrélation, c'est-à-dire $l_{corr} = 7 \text{ mm}$.

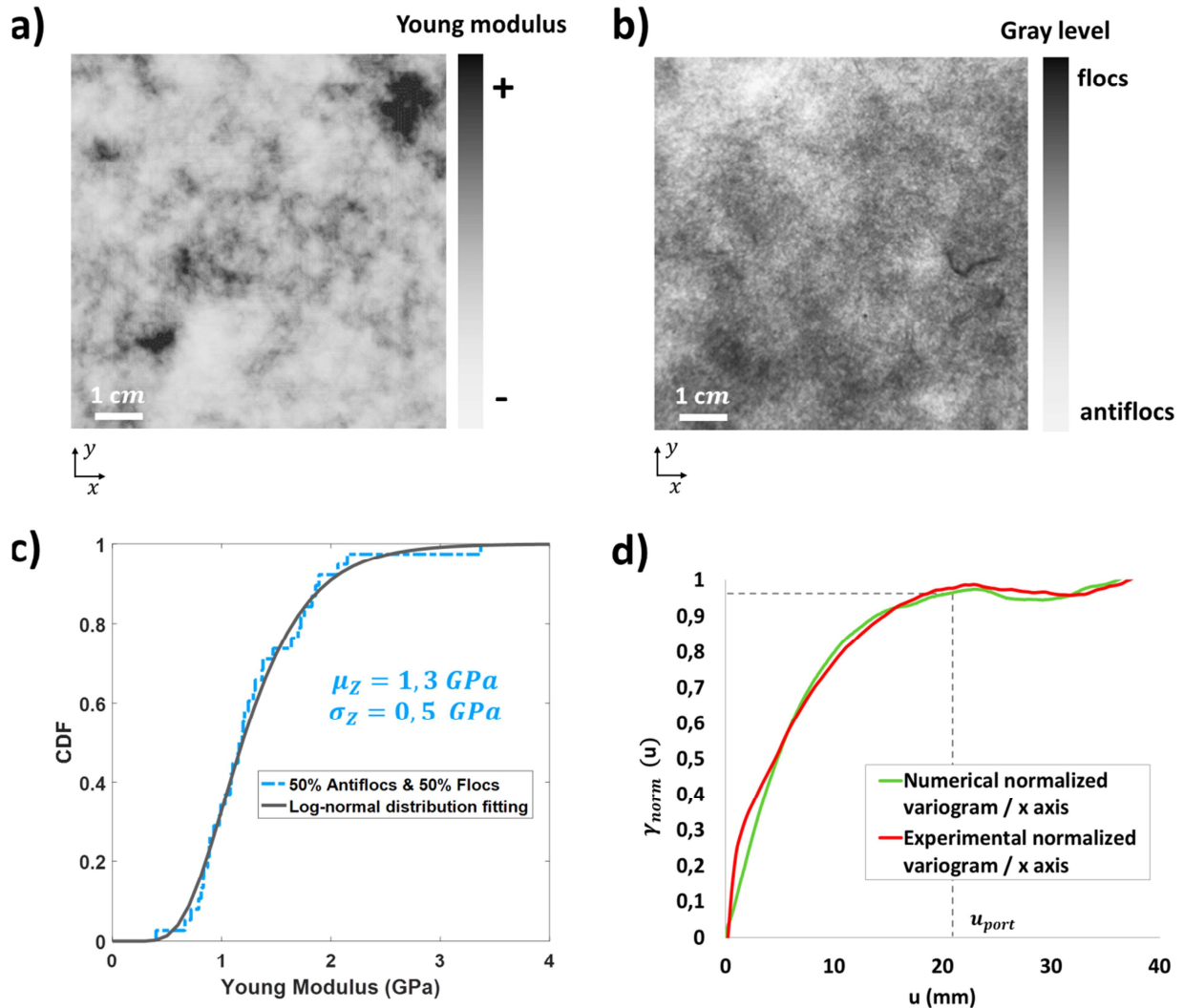


Figure 3 - 10 : (a) Exemple de cartographie de module d'Young (échelle arbitraire) (b) Image en niveaux de gris du papier éclairé en transmission. (c) Fonction de répartition d'une population de 19 flocs et 19 antiflocs. La fonction de répartition est approximée par une loi lognormale. (d) Variogrammes normalisés γ_{norm} selon l'axe x des cartographies (a) et (b). La portée pratique u_{port} de la distribution expérimentale est indiquée.

- Projection du champ aléatoire théorique sur le maillage par la méthode des bandes tournantes.

Le champ aléatoire théorique identifié est ensuite projeté sur le maillage en utilisant la méthode des bandes tournantes (Matheron 1973), méthode déjà présente sur CAST3M.

La Figure 3-10-a montre un exemple de distribution de module d'Young générée et représentée en niveaux de gris. On fera l'hypothèse ici que les flocs sont toutes des zones de fort module d'Young et les antiflocs, toutes les zones de faible module d'Young.

La Figure 3-10-d présente les variogrammes selon l'axe x de la distribution des niveaux de gris observée et de la distribution spatiale du module d'Young. On observe que la distribution de niveaux de gris observée et la distribution de module d'Young modélisée suivent la même corrélation spatiale, montrant ainsi la pertinence du modèle et de la longueur d'autocorrélation choisis.

3.3.2.2. Méthode d'identification des paramètres de la loi d'endommagement.

La loi d'endommagement de Mazars (Equation 1.4) fait intervenir un certain nombre de paramètres. Dans le cas de la traction pure, ce qui est le cas ici, ces paramètres sont réduits au nombre de trois, à savoir : A_{tra} , B_{tra} et ϵ_{d0} . Ces paramètres sont à identifier en comparant les courbes de traction issues de la modélisation à une courbe de traction expérimentale prise pour référence. Un jeu de paramètres adapté permet de reproduire la courbe de traction dans son intégralité.

Le comportement du papier est modélisé ici de manière élastique linéaire endommageable. Or, le papier a notamment des déformations élastiques non linéaires et plastiques non prises en compte dans la modélisation. Les courbes de traction issues des simulations ne peuvent donc pas être directement comparées à une courbe expérimentale si l'on souhaite négliger ces déformations non linéaires dans le modèle.

La Figure 3-11-a montre une courbe de traction typique du papier que l'on souhaite modéliser (papier fabriqué par le formeur de feuille Rapid-Köthen (voir 1.4.1.2), similaire à celle présentée dans la thèse de Tryding (1996)). L'énergie de fissuration w_f est représentée par l'aire sous la courbe en gris et l'énergie dissipée en déformations plastiques w_p est représentée par l'aire sous la courbe en blanc. Caler un modèle élasto-endommageable sur une telle courbe revient à prendre en compte w_p non pas comme une dissipation d'énergie plastique mais comme de l'énergie de fissuration. Un modèle élasto-endommageable ne prenant pas en compte les déformations plastiques, on a fait le choix de comparer les courbes de traction des simulations à une modification de la courbe expérimentale dont les déformations plastiques ont été préalablement retranchées pour la partie de la courbe avant le pic (Figure 3-11-b). Notons que le découplage entre rupture et irréversibilités plastiques i.e. il n'y a que des déformations plastiques avant le pic et que de l'endommagement après le pic, est une hypothèse simplificatrice qui est faite ici.

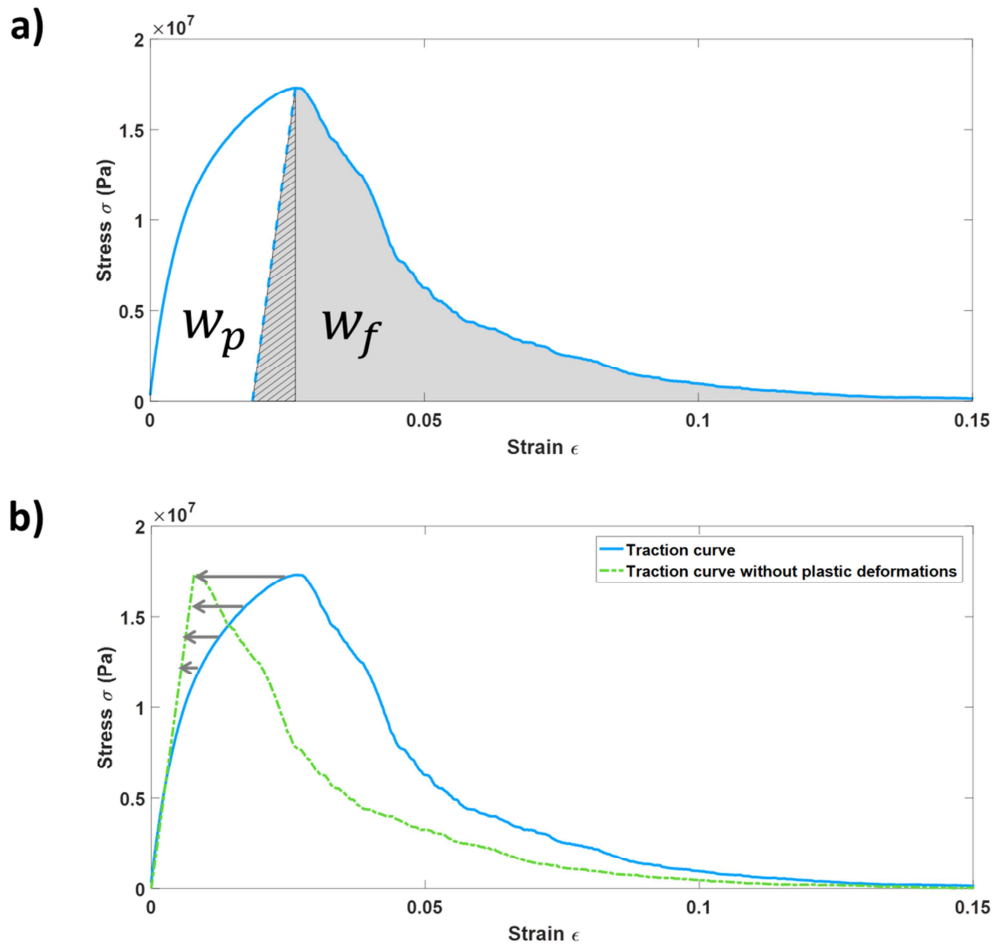


Figure 3 - 11 : a) Courbe de traction expérimentale du papier. L'énergie de fissuration w_f correspond à l'aire en gris. L'énergie élastique stockée au pic est représentée en hachurée et l'énergie de déformations plastiques w_p est représentée en blanc. b) Transformation de la courbe de traction initiale en lui retranchant les déformations plastiques égales à $\epsilon - \sigma/E$ (E est le module d'Young) sur la partie pré-pic.

On rappelle que la réponse expérimentale admet un régime élastique linéaire (*I*), un régime élastique non linéaire (*II*) et enfin un régime plastique (*III*). Dans ce cas, les déformations plastiques correspondent à la distance qui sépare la courbe de la partie élastique non linéaire prolongée. Il est nécessaire de connaître la déformation à partir de laquelle le régime plastique commence, ce qui n'est possible qu'à partir d'essais cycliques de traction. Cette approche n'est pas utilisée ici. La deuxième approche consiste à simplifier le comportement mécanique en négligeant le régime élastique non linéaire (Figure 3-12-a). Cette approche n'est également pas retenue car il se pose toujours le problème des déformations élastiques non linéaires non prises en compte dans la modélisation. La troisième approche simplifie le comportement mécanique en négligeant les déformations élastiques non linéaires. Il y a donc des déformations plastiques dès qu'apparaissent les non-linéarités de la courbe (Figure 3-12-b). Cette dernière approche a été retenue et permet de transformer une courbe de traction en une courbe équivalente élasto-endommageable (Figure 3-11-b).

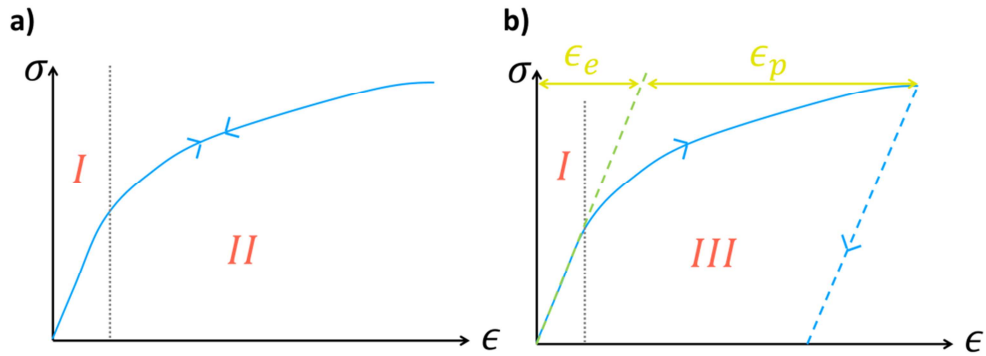


Figure 3 - 12 : a) Loi de comportement simplifiée en négligeant la partie plastique. b) Loi de comportement simplifiée en négligeant la partie élastique non linéaire. L'asymptote à l'origine (droite en pointillés) permet de déterminer l'évolution des déformations plastiques ϵ_p et des déformations élastiques ϵ_e .

3.3.3. Etude de la propagation de fissure et du développement de la zone d'endommagement

Afin d'avoir des résultats sur plusieurs échantillons, quatre réalisations d'un champ aléatoire autocorrélé portant sur le module d'Young sont étudiées dans cette partie. Les réalisations de champs de module d'Young sont représentées sur le Figure 3-13. La méthode non locale basée sur l'état de contrainte est utilisée ici pour calculer l'endommagement avec une longueur interne l_c choisi arbitrairement égale à 6 mm dans cette partie. L'influence de la longueur interne sur les résultats sera discutée à la fin de cette partie.

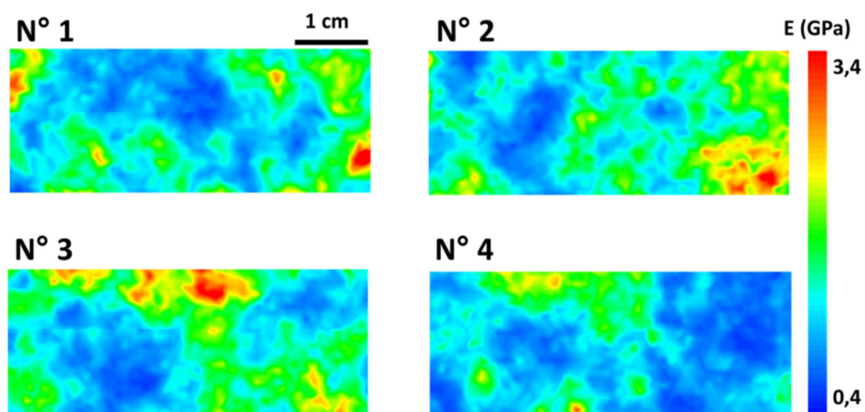


Figure 3 - 13 : Réalisations de quatre champs de module d'Young, toutes choses égales par ailleurs, engendrées par la méthode des bandes tournantes.

3.3.3.1. Identification des paramètres de la loi d'endommagement

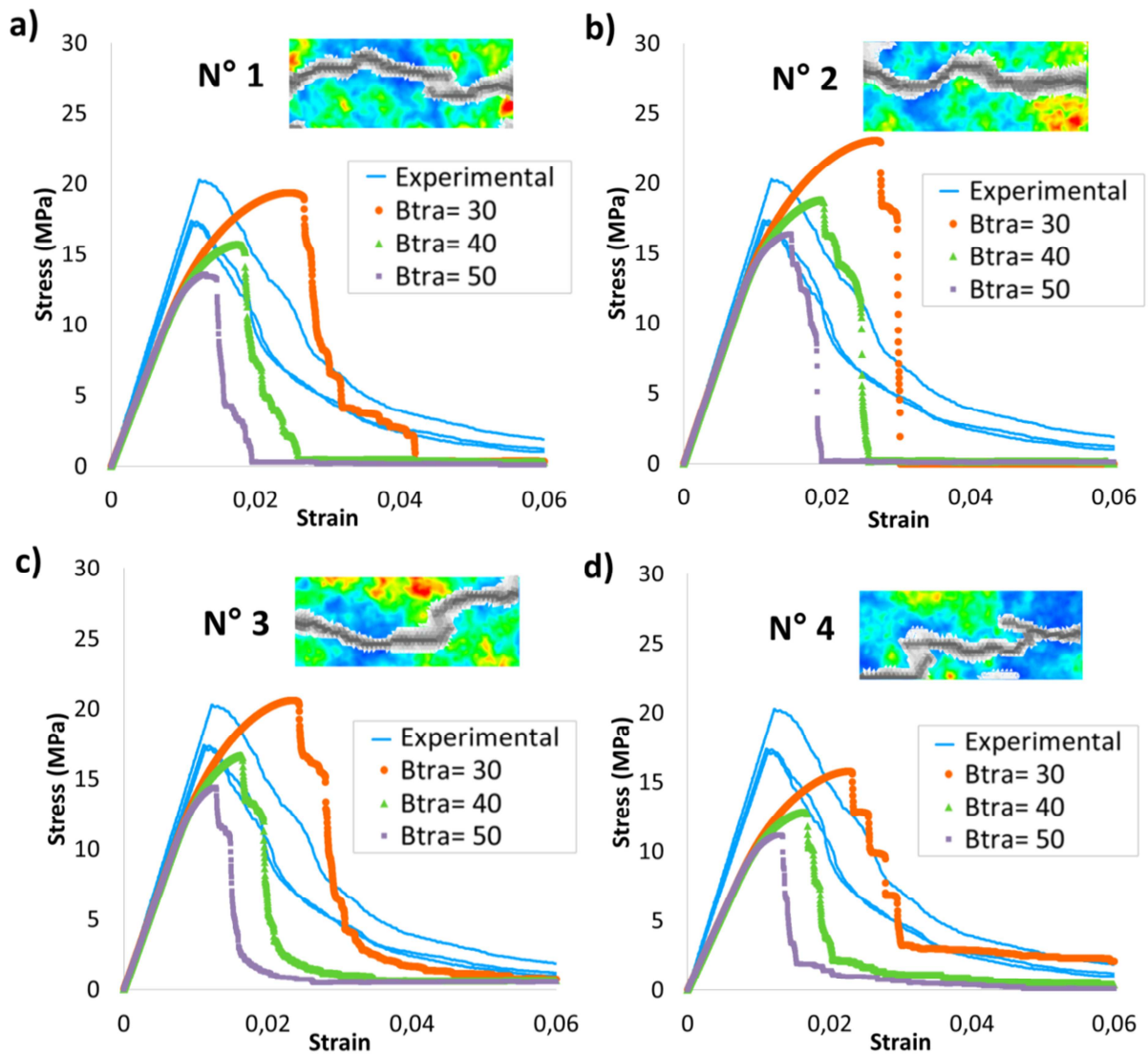


Figure 3 - 14 : Calage du paramètre B_{tra} pour les réalisations de champs de module d'Young n°1, 2, 3 et 4. Les courbes sont comparées à trois des essais expérimentaux (courbes équivalentes élasto-endommageable). Dans chaque cas, le trajet de fissure pour $B_{tra} = 40$ est tracé sur les réalisations de champs de module d'Young.

Les paramètres, A_{tra} , B_{tra} et ϵ_{d0} de la loi d'endommagement de Mazars sont identifiés à partir de trois essais expérimentaux de traction sur un échantillon de papier de mêmes dimensions ayant servi de référence pour la modélisation des propriétés mécaniques. Les déformations plastiques de la courbe expérimentale ont été retranchées d'après la méthode expliquée plus haut. L'essai expérimental a été réalisé à un taux de déformation de $0,2 \text{ min}^{-1}$.

Le paramètre ϵ_{d0} correspond à la déformation à partir de laquelle l'endommagement commence. Le choix de ϵ_{d0} est un compromis entre un endommagement qui commence au pic et un post-pic plus ou moins abrupt. Après plusieurs essais de valeurs, on choisit de prendre $\epsilon_{d0} = 0,01$.

Les coefficients A_{tra} et B_{tra} agissent sur la forme du post-pic. A_{tra} définit la valeur de l'asymptote de la courbe pour $\epsilon \rightarrow \infty$ (valeur des contraintes résiduelles). Dans le cas présent, il n'y a pas de contraintes résiduelles car l'échantillon est totalement fissuré à la fin de l'essai. Cela revient à prendre $A_{tra} = 1$.

Ainsi, il ne reste plus que B_{tra} pour déterminer la forme du post-pic. Cette valeur est déduite par un calage de la courbe modélisée sur la courbe expérimentale. La Figure 3-14 présente les courbes de traction pour les quatre échantillons engendrés et pour trois valeurs de B_{tra} différentes ($B_{tra} = 30 ; 40 \text{ et } 50$) dans chaque cas. On observe que les courbes suivent la partie pré-pic de la courbe expérimentale. On remarque que les courbes de la distribution n°4 possèdent un module d'Young plus faible que celui de la courbe expérimentale qui peut s'expliquer par le fait que cette distribution contient moins de floes que les autres. On remarque également que pour l'ensemble des valeurs de B_{tra} simulées, le post-pic est plus fragile que celui de la courbe expérimentale. Cela pourrait venir du fait que les déformations plastiques ont été négligées dans le post pic ou des effets visqueux qui n'ont pas été pris en compte ou encore de la fragilité intrinsèque du modèle d'endommagement de Mazars.. Malgré ces différences, et de la variabilité des courbes de réponses d'un champ aléatoire à l'autre, la valeur de B_{tra} qui semble la plus adaptée et qui est retenue est égale à 40. Une valeur de B_{tra} plus faible aurait engendrée trop d'endommagement avant le pic et aurait modifié sa valeur.

Les paramètres de la loi d'endommagement ayant été identifiés, on s'intéresse maintenant aux résultats qualitatifs des essais de traction. En particulier, on étudie l'activation de l'endommagement au pic et du trajet de fissure sur des échantillons sans entaille. L'influence du maillage sera également étudiée. Dans un second temps, l'influence de la longueur interne sera étudiée sur un échantillon entaillé.

3.3.3.2. Activation de l'endommagement

La Figure 3-15 présente le champ d'endommagement au pic de contrainte de chaque distribution. On observe que l'endommagement se concentre dans les zones de faible module d'Young et sur toute la largeur de l'échantillon, ce qui est cohérent avec les observations expérimentales (Figure 3-5-a).

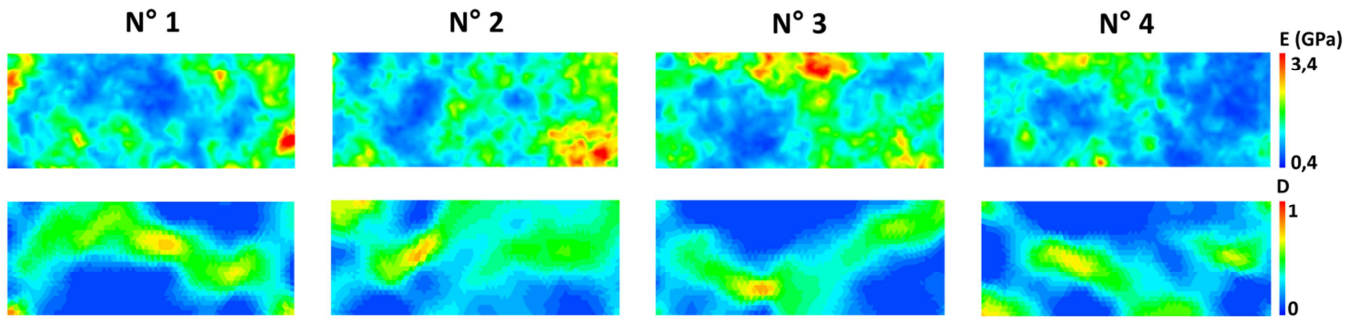


Figure 3 - 15 : Ligne du haut, Réalisations de champs de modules d'Young. Ligne du bas, endommagement local au pic.

3.3.3.3. Propagation de la fissure

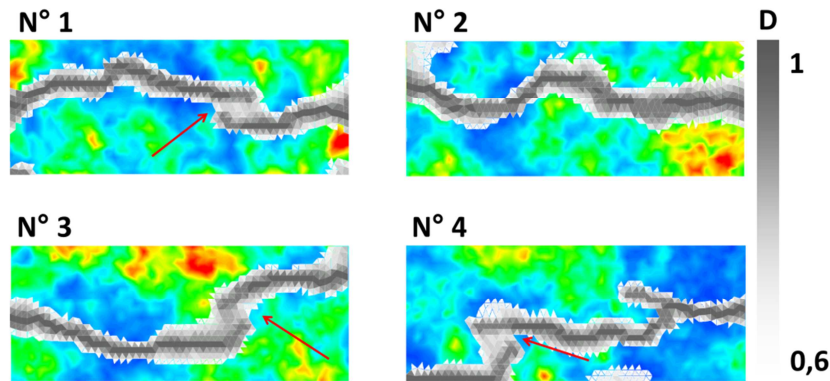


Figure 3 - 16 : Trajets de fissure sur les réalisations de module d'Young engendrées. La cartographie d'endommagement local pour $0,6 < D < 1$ est superposée à la cartographie de module d'Young (le chemin de fissure correspond aux zones où l'endommagement local est égal à 1). Les distributions 1, 2 et 4 ont des branches de fissures qui n'ont pas encore totalement fusionnées (flèches rouges).

La Figure 3-16 montre les chemins de fissure à 6% de déformation globale pour les quatre réalisations de champ de module d'Young engendrées. Dans chaque cas, la fissure évite les zones de fort module d'Young (flocs) pour passer par les zones à faible module d'Young (antiflocs). On notera que sur l'échantillon n°4, la fissure passe localement par le bord inférieur de l'échantillon. Ce phénomène pourrait être évité en prenant des échantillons plus hauts afin que des points faibles existent loin des bords. Il est également intéressant de voir que sur cette même réalisation, le trajet de fissure admet plusieurs branches, qui essaient de se rejoindre ce qui explique la non-fragilité de la réponse globale observée sur la Figure 3-14-d. La même remarque peut être faite dans une moindre mesure pour les réalisations n°1 et 3 qui possèdent deux branches qui n'ont pas encore fusionnées (flèches rouges sur la Figure 3-16).

3.3.3.4. Influence du maillage

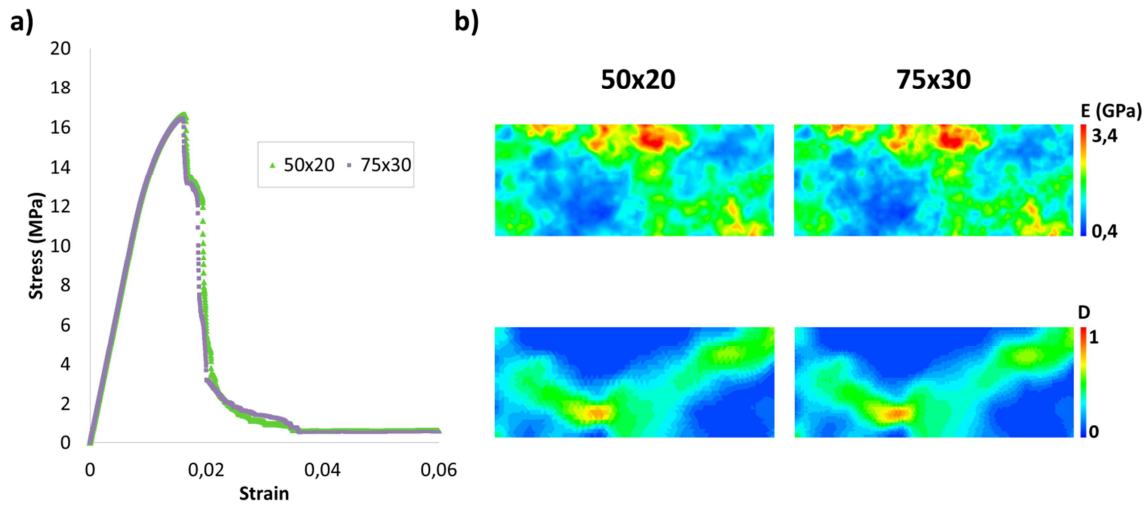


Figure 3 - 17 : Influence du raffinement du maillage sur les résultats. (a) Courbes de l'essai de traction sur la génération n°3 avec des maillages de 50×20 et 75×30 éléments. (b) Ligne du haut, réalisations de champs de module d'Young. Ligne du bas, Endommagement local au pic de traction.

Comme le champ aléatoire est projeté sur le maillage des éléments finis, la dépendance au maillage doit être étudiée. La Figure 3-17 présente les courbes de traction et les cartographies d'endommagement au pic pour la réalisation de module d'Young n°3 discrétisée avec 50×20 et 75×30 éléments et avec les mêmes paramètres de la loi d'endommagement que précédemment. On n'observe pas de différence notable sur les courbes de traction entre les maillages 50×20 et 75×30 . La même observation est faite pour le champ d'endommagement local. Les légères différences peuvent s'expliquer par le fait que l'on utilise un champ aléatoire discrétisé sur le maillage. En raffinant le maillage, le champ aléatoire n'est plus exactement le même, se rapprochant du champ aléatoire théorique.

On vérifie ainsi que le modèle non local permet de s'affranchir de la dépendance au maillage de l'endommagement dès lors que la longueur interne est supérieure à la taille de maille, ce qui est le cas ici.

L'analyse des résultats sur des échantillons non entaillés a permis d'identifier les paramètres adéquats de la loi d'endommagement ainsi que de mettre en évidence les similitudes avec les essais expérimentaux. En particulier, au pic, l'endommagement se concentre en de multiples points faibles sur toute la largeur des échantillons. Expérimentalement, il a été observé qu'une entaille faite préalablement favorise l'apparition de l'endommagement en pointe de fissure et favorise une rupture globale par une propagation de fissure plutôt que par une rupture sans propagation de front de fissure

(Figure 3-5). Ainsi, pour se rapprocher du cadre expérimental qui a servi à étudier le développement de la FPZ active, une entaille a été réalisée sur une réalisation de module d'Young.

3.3.3.5. Influence de la longueur interne

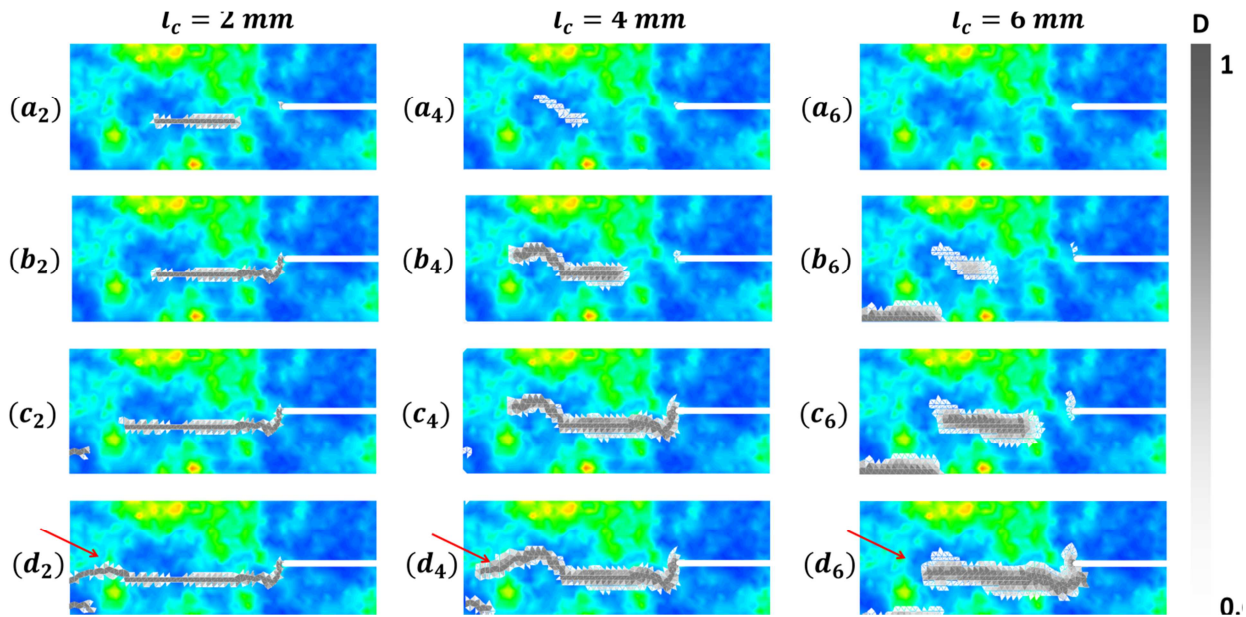


Figure 3 - 18 : Evolution de l'endommagement local sur un échantillon entaillé pour différentes longueurs internes l_c . La cartographie d'endommagement local pour $0,6 < D < 1$ est superposée à la cartographie de module d'Young. Le chemin de fissure correspond aux zones où l'endommagement local est égal à 1. Les flèches rouges montre la partie de la trajectoire de la fissure qui est modifiée suivant la valeur de la longueur interne. Les courbes de traction associées à ces cartographies ($a_{2,4,6}/b_{2,4,6}/c_{2,4,6}/d_{2,4,6}$) sont tracées sur la Figure 3-19.

Dans cette partie est étudiée l'influence de la longueur interne sur une des générations étudiées précédemment. Une entaille est faite sur la génération n°4. La Figure 3-18 présente l'évolution de l'endommagement local pour différentes valeurs de longueur internes ($l_c = 2 ; 4$ et 6 mm).

Pour les différentes longueurs l_c simulées, l'amorce de l'endommagement ne se fait pas au niveau de la pointe d'entaille. En effet, le lieu où l'endommagement s'amorce est le résultat de la compétition entre la pointe d'entaille qui génère une concentration de contraintes (non singulière car l'entaille a une certaine épaisseur) et l'hétérogénéité du matériau qui admet des points faibles où l'endommagement tend à se concentrer. Ici, la réalisation du module d'Young admet un floc au niveau de la pointe d'entaille, la rendant plus rigide et un antifloc à l'avant de la pointe d'entaille. Dans le cas présent, l'endommagement s'amorce dans l'antifloc, plutôt qu'en pointe d'entaille. Une fois l'endommagement propagé dans les points faibles, la fissure rejoint la pointe d'entaille et se propage progressivement sur le reste de l'échantillon.

On peut aussi remarquer des différences de trajet de fissure selon la longueur interne choisie. Pour $l_c = 2\text{ mm}$, la fissure peut passer dans une vallée étroite entre 2 flocs. Lorsque l_c augmente, la zone de fissuration devient plus large et ne peut plus passer dans une vallée étroite (flèches rouges sur la Figure 3-18) car la grande longueur interne va moyenner des déformations plus petites dans les flocs. Par conséquent, une grande longueur interne va privilégier le passage par les vallées larges.

Dans la partie expérimentale, l'étude d'images successives d'un échantillon au cours de la traction a permis de visualiser une zone d'endommagement appelée FPZ active qui correspond à la zone où l'endommagement se produit entre deux instants considérés. On a montré que la chute de contrainte était liée à l'aire de la FPZ active par un coefficient φ_s correspondant à la libération d'énergie surfacique dans la FPZ active. La largeur de la FPZ active était quant à elle croissante avec la chute de contrainte jusqu'à une valeur maximale l_{FPZ} correspondant à une largeur de FPZ pleinement développée. On propose ici de faire la même analyse pour les essais à différentes longueurs internes testées en déterminant la FPZ active à partir des cartographies d'endommagement local. On notera qu'expérimentalement, l'étude de la FPZ active est obtenue sur des images à partir des variations de propriétés optiques qui sont dues à la rupture des liens inter fibres. Le parallèle avec l'expérimental peut donc être fait malgré l'absence de plasticité dans le modèle numérique.

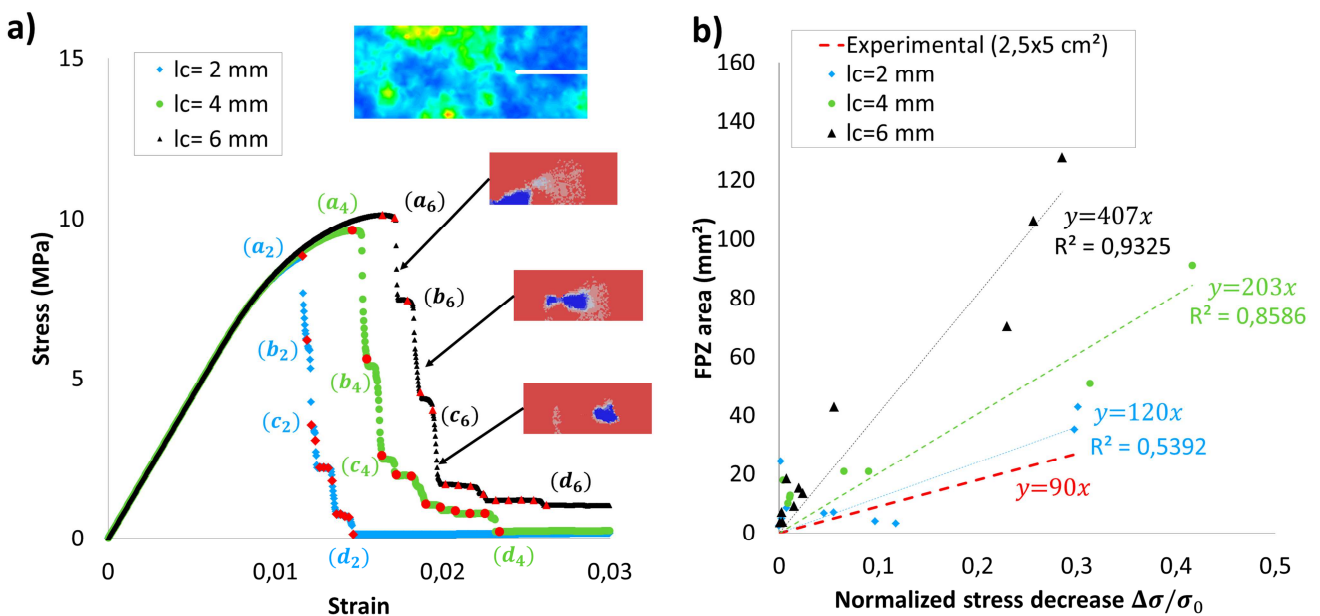


Figure 3 - 19 : (a) Courbe de traction de l'échantillon entaillé pour différentes longueurs internes l_c . Pour chaque courbe, les points de mesures servant à calculer l'évolution de la FPZ active sont repérés par les points rouges ($a_{2,4,6}/b_{2,4,6}/c_{2,4,6}/d_{2,4,6}$). Les imageries montrent quelques exemples de différences d'images pour $l_c = 6\text{ mm}$. (b) Aire de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points de mesure (en rouge). σ_0 est la résistance à la traction. La pente trouvée expérimentalement est tracée ici pour comparaison. Les coefficients de corrélation R^2 pour chaque régression linéaire sont affichés.

La Figure 3-19-a présente les courbes de traction de l'échantillon entaillé (distribution de module d'Young rappelée en haut de la figure) pour les différentes longueurs internes testées ($l_c = 2 ; 4$ et 6 mm). Les instants correspondant aux différentes images de la Figure 3-18 sont marqués par les points ($a_{2,4,6}/b_{2,4,6}/c_{2,4,6}/d_{2,4,6}$). Seuls les points rouges sur les courbes seront considérés, afin d'avoir des chutes de contraintes significatives. La FPZ active est déterminée à partir des cartographies d'endommagement et par la même méthode que celle utilisée dans la partie expérimentale (Figure 3-4). Quelques différences d'images montrant l'étendue de la FPZ active (zone bleue sur les imagettes de la Figure 3-19-a) sont affichées pour illustration. Le seuillage qui a été pris pour déterminer les ellipses a été fait sur les incréments d'endommagement pour ne considérer que les zones qui ont un incrément d'endommagement $\Delta D > 0,05$.

La Figure 3-19-b montre l'aire de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte normalisée par la résistance à la traction pour les essais aux différentes longueurs internes testées. Dans le cas particulier où la fissure se propage dans deux directions différentes (par exemple entre les points a_4 et b_4 sur la Figure 3-18) l'aire considérée est la somme des aires des ellipses calées au niveau des deux endroits qui s'endommagent. On observe une proportionnalité entre l'aire de la FPZ active et la chute de contrainte. Ce résultat est cohérent avec ce que l'on a observé expérimentalement. On observe également que la pente augmente avec la longueur interne. Comme la pente a une valeur de $1/\varphi_s$, cela signifie que plus la longueur interne est grande, plus l'énergie surfacique libérée dans la FPZ active est petite. L'énergie surfacique $\varphi_s(l_c)$ est donc directement fonction de la longueur interne du modèle.

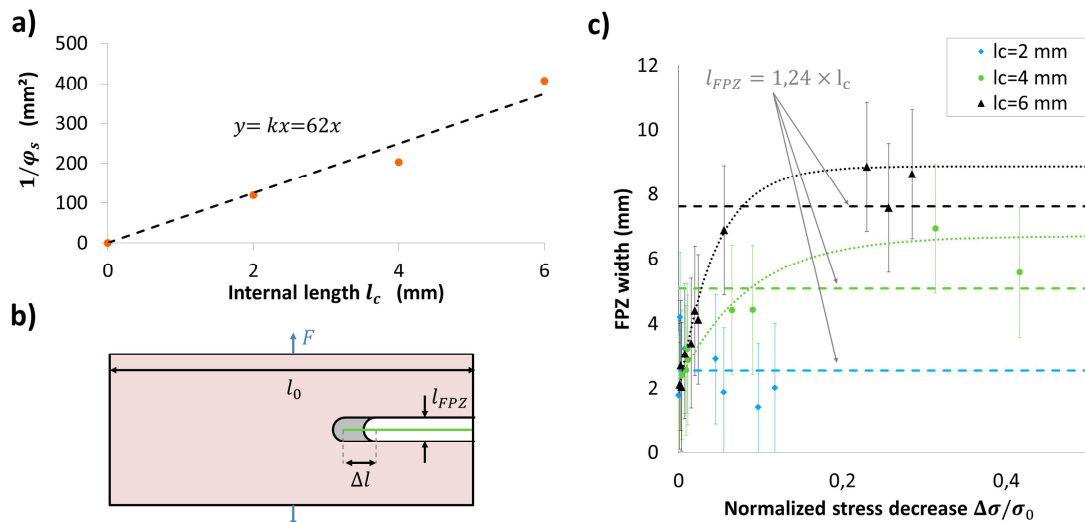


Figure 3 - 20 : Etude de l'influence de la longueur interne l_c sur la largeur de la FPZ active. (a) Coefficient $1/\varphi_s$ de la pente reliant chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ à l'aire de la FPZ active vs. longueur interne l_c . (b) représentation schématique d'une avancée de fissure de largeur de FPZ l_{FPZ} sur une longueur Δl . (c) Largeur de la FPZ active en fonction de la chute de contrainte $\Delta\sigma/\sigma_0$ entre deux points de mesure pour différentes longueurs internes. σ_0 est la résistance à la traction. Les asymptotes horizontales représentent pour chaque courbe la largeur de la FPZ $l_{FPZ} = 1,24l_c$. Pour $l_c = 4$ et 6 mm , les distributions de points sont approximées par une loi exponentielle.

La Figure 3-20-c présente l'influence de la longueur interne sur la largeur de la FPZ active. Des barres d'erreurs correspondant à 2 fois la taille de maille (soit 2 mm) sont ajoutées aux points de mesure afin de représenter l'erreur possible de mesure due à la discrétisation du maillage. Il avait été observé expérimentalement que la largeur de la FPZ augmentait avec la chute de contrainte jusqu'à une valeur limite l_{FPZ} correspondant à la largeur d'une FPZ pleinement développée. Nous retrouvons numériquement ce comportement pour $l_c = 4$ et 6 mm (Figure 3-20-c). Pour $l_c = 2 \text{ mm}$, la taille de l'erreur de mesure est trop importante pour distinguer une évolution de la largeur de la FPZ. La solution serait alors de refaire dans de futures recherches les simulations en prenant un maillage plus fin afin de diminuer les barres d'erreur.

La valeur limite l_{FPZ} de la FPZ peut d'ailleurs se retrouver via un modèle analytique explicatif basé sur les théories de l'endommagement des milieux continus. Considérons un solide d'épaisseur e ayant une zone fissurée de largeur de l_{FPZ} et se propageant sur une longueur Δl au moment où le solide est soumis à une déformation engendrant une force de traction F (Figure 3-20-b). La variation de section résistante ΔS s'écrit :

$$\Delta S = e \times \Delta l \quad (3.1)$$

La variation de la force à laquelle est soumise le solide durant la propagation de la fissure s'écrit :

$$\Delta F = \sigma_0 \times \Delta S \quad (3.2)$$

où σ_0 est la résistance à la traction du matériau.

Se déduit des équations (3.1) et (3.2) l'incrément de contrainte apparente :

$$\Delta \sigma = \frac{\Delta F}{S_0} = \sigma_0 \times \frac{\Delta S}{S_0} = \sigma_0 \times e \times \frac{\Delta l}{S_0} \quad (3.3)$$

où S_0 est la section de l'échantillon.

En prenant $l_0 = \frac{S_0}{e}$, la largeur initiale de l'échantillon, on en déduit :

$$\frac{\Delta \sigma}{\sigma_0} = e \times \frac{\Delta l}{S_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3.4)$$

D'autre part, l'aire a_{FPZ} de la FPZ active qui est mesurée dans le plan du solide s'écrit :

$$a_{FPZ} = \Delta l \times l_{FPZ} \quad (3.5)$$

On en déduit :

$$a_{FPZ} = l_{FPZ} \times l_0 \times \frac{\Delta \sigma}{\sigma_0} \quad (3.6)$$

On retrouve que l'aire de la FPZ active et la chute de contrainte sont reliées par une dépendance linéaire de pente $\frac{1}{\varphi_s} = l_{FPZ} \times l_0$.

La Figure 3-20-a trace le coefficient $\frac{1}{\varphi_s}$ des résultats de la Figure 3-19-b en fonction de la longueur interne l_c . Le point (0, 0) est rajouté en faisant l'hypothèse que pour une longueur interne nulle, l'aire de la FPZ active est nulle pour toute chute de contrainte (*i.e.* $\frac{1}{\varphi_s} = 0$). On trouve que $\frac{1}{\varphi_s}$ est proportionnelle à l_c par la relation :

$$\frac{1}{\varphi_s} = k \times l_c \quad (3.7)$$

Sachant que la largeur initiale de l'échantillon $l_0 = 50 \text{ mm}$, et $k = 62 \text{ mm}$ (voir Figure 3-20-a), on en déduit simplement que :

$$l_{FPZ} = k \times \frac{l_c}{l_0} = 1,24 \times l_c \quad (3.8)$$

Sur la Figure 3-20-c sont ajoutées les valeurs prévues par ce modèle. On observe que ces valeurs sont cohérentes avec les distributions de points trouvées. Cette très bonne cohérence entre un modèle aux éléments finis avec champ aléatoire discrétisé et un simple modèle analytique quant à la largeur de la FPZ peut surprendre au premier abord. Toutefois, en regardant de plus près le trajet de la FPZ, il se déroule quasi uniquement dans les antiflocs (Figure 3-18). Autrement dit, du point de vue de la fissure, l'endommagement se produit dans un milieu relativement homogène constitué de l'ensemble des points faibles de l'échantillon.

Le rôle des hétérogénéités peut donc se résumer de la manière suivante. Elles influencent le trajet de fissure, la faisant passer par une série de points faibles et contourner les flocs. Cependant, si le chemin de fissure est plus important dans un matériau hétérogène, la fissure ne voit toujours qu'un milieu homogène d'antiflocs. Dans la mesure où la longueur de variation des hétérogénéités est plus grande que la largeur de la FPZ, celle-ci n'est pas influencée par les hétérogénéités au cours de l'endommagement et peut ainsi être retrouvée via la théorie des milieux continus homogènes.

Sur la Figure 3-19-b, la pente trouvée expérimentalement (pour un échantillon de $2,5 \times 5 \text{ cm}^2$) est rajoutée aux courbes. Si le papier qui a été utilisé n'admet pas de flocs et d'antiflocs, les considérations précédentes amènent à penser que la FPZ active se développe de la même manière dans un papier possédant une mésostructure ou non, pourvu que l'endommagement ne se produise qu'à l'intérieur des antiflocs. Il apparaît sur la Figure 3-19-b qu'une longueur interne l_c en dessous de 2 mm doit être prise pour avoir la même pente. Ce résultat est cohérent avec la longueur interne jugée la plus adaptée par Isaksson (Isaksson et al. 2004) dans une simulation éléments finis de papier Kraft et papier impression (*i.e.* une longueur interne $l_c = 2 \times l_f$ avec l_f la longueur moyenne des fibres). Dans le cas présent, on trouve que $l_c = 1,5 \times l_f$ ce qui correspond bien aux mêmes ordres de grandeurs. On notera que les paramètres de la loi d'endommagement ont été identifiés pour $l_c = 6 \text{ mm}$. Il faudrait donc refaire une identification de ces paramètres pour chaque longueur interne testée. Cependant, aux vues des différences observées entre les courbes expérimentales et le modèle, le calage de B_{tra} est très approximatif et il n'a pas été jugé utile de le recalculer pour les autres longueurs internes testées.

Dans cette partie, un modèle numérique 2D a été proposé à partir d'observations expérimentales réalisées dans le chapitre précédent. Les résultats sur une série d'échantillons engendrés et non entaillés ont été comparés aux résultats expérimentaux. Ils ont montré une bonne correspondance même si le comportement modélisé est plus fragile qu'en réalité, sûrement dû à une modélisation qui ne prend pas en compte les effets plastiques et/ou visqueux. Une analyse de la longueur interne a été proposée dans un second temps sur un échantillon entaillé. Les résultats sont cohérents avec ceux trouvés expérimentalement en montrant que :

- L'aire de la FPZ active et la chute de contrainte sont reliées par une énergie surfacique φ_s dissipée dans la FPZ active.
- Il a été également montré que l'énergie surfacique dissipée φ_s était fonction de la longueur interne l_c . Dès lors, une longueur interne peut être identifiée comme étant celle qui permet d'avoir une quantité φ_s conforme aux observations expérimentales.
- La largeur de la FPZ active augmente avec la chute de contrainte jusqu'à atteindre une valeur limite l_{FPZ} correspondant à une FPZ pleinement développée et qui peut être retrouvée en utilisant la théorie des milieux continus.
- Cette observation va dans le sens que la largeur de la FPZ n'est pas influencée par la mésostructure, à partir du moment où elle se développe durant toute la rupture uniquement dans des antiflocs.

L'ensemble de ces résultats demandent à être retrouvés sur d'autres réalisations de champs aléatoires, dans de futures recherches. On constate que certains échantillons voient une partie du chemin de fissuration sur leurs bords car la taille des échantillons n'est pas suffisamment grande, bien que la bi-traction ait été évitée. Une solution est donc d'augmenter la longueur de l'échantillon. Cependant, l'effet d'échelle déterministe rendrait le comportement de cet échantillon plus fragile et il y aurait possiblement une propagation dynamique de la fissure. Pour éviter cela, une perspective de ces travaux serait de piloter en ouverture de fissure les essais de traction. Nous avons notamment vu que cela était possible expérimentalement dans la partie 3.2.4. L'ensemble de ces résultats demandent à être retrouvés sur d'autres réalisations de champs aléatoires.

L'approche d'identification de la longueur interne mis en avant ici a l'avantage de ne demander qu'un seul essai expérimental (contrairement aux méthodes inverses) mais elle nécessite la mise en place de mesures optiques avec le risque pour des matériaux opaques d'avoir des mesures de surface non représentatives du comportement moyen du matériau. Il semble donc important de pouvoir se passer d'une mesure optique. A partir de ces constatations, une approche reposant sur une analyse statistique du post-pic de la courbe de traction est explorée dans la partie suivante.

3.4. Vers une analyse statistique de la courbe de traction

A l'échelle microscopique du papier, l'endommagement est dû à la rupture des liens inter-fibres (et plus rarement à la rupture des fibres). Ces événements de rupture peuvent être mis en évidence par émission acoustique (Salminen et al. 2002; Rosti et al. 2010) et ainsi être utilisée pour déterminer la taille de la FPZ (Isaksson and Hagglund 2012). L'émission acoustique permet également de mettre en évidence que la distribution en énergies et l'organisation temporelle des événements de rupture répondent à des lois caractéristiques des phénomènes critiques (Rosti et al. 2010). L'approche statistique de la fissuration a montré, à travers les Fiber Bundle Models, que la distribution des événements de rupture (appelés « avalanches » dans ces modèles, cf. Chapitre 1) suivaient une distribution composée de deux lois puissances lorsqu'une fissure se propage dans le matériau (Delaplace et al. 2001) et une seule loi puissance lorsqu'il n'y avait pas de propagation de fissure (Hansen and Hemmer 1994). Les statistiques de l'endommagement semblent donc changer en fonction de la nature de l'endommagement (propagation de fissure ou non). Si l'étude de la statistique des événements de rupture lors d'une propagation de fissure a été étudiée expérimentalement pour certains matériaux fragiles (Barés et al. 2014), la littérature ne fait pas état d'une étude similaire pour le papier.

Les sections précédentes se sont intéressées à l'évolution de la FPZ active et ont notamment mis en évidence le lien qui existe entre les chutes de contraintes du post pic de la courbe de traction et les propriétés géométriques (aire et largeur) de la FPZ active au cours de l'endommagement. La FPZ active correspondant à un ensemble d'événements de rupture. On s'intéresse dans cette partie aux liens qui existent entre les événements de rupture et la courbe de traction. L'étude sera basée sur les résultats des essais de traction des séries 1 et 2 présentés dans la section 3.2.

3.4.1. *Méthode d'analyse par distribution de chutes de contraintes*

La notion de chute de contrainte a montré son intérêt dans les sections précédentes pour l'étude de l'endommagement. La chute de contrainte est définie entre deux instants du post-pic et reliée à la taille de la FPZ active. Dans les parties précédentes, ces instants correspondaient à des points suffisamment distincts (Points A et B sur la Figure 3-21-a) pour que la chute de contrainte soit suffisante et que la FPZ active regroupe suffisamment d'événements de rupture pour être discernable sur les images optiques. Dans cette partie la chute de contrainte est définie entre deux points de mesure consécutifs du capteur de force de la machine de traction afin d'avoir suffisamment de points pour en étudier leur distribution sur tout le post pic.

3.4.1.1. Définition d'une chute de contrainte et de sa distribution

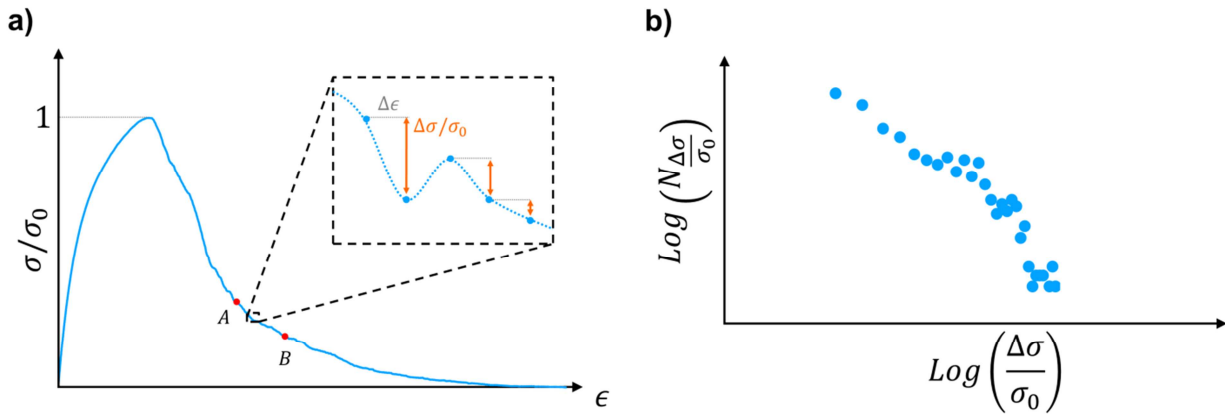


Figure 3 - 21 : Méthodologie d'obtention de la distribution de chute de contrainte. (a) Définition d'une chute de contrainte de taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ normalisées par la valeur au pic entre deux points de mesure consécutifs (*i.e.* pour un incrément de déformation $\Delta\epsilon$ donné). (b) Exemple de distribution des chutes de contraintes du post-pic pour illustration. Avec $N_{\Delta\sigma/\sigma_0}$ le nombre de chutes de contraintes d'amplitude $\Delta\sigma/\sigma_0$.

Un zoom sur le post-pic d'une courbe de traction montre que la courbe admet des fluctuations et des chutes plus ou moins brutales de contraintes. Ces fluctuations, pour les plus grandes d'entre elles, se distinguent des artefacts de mesure et correspondent à des événements de rupture (rupture de liens inter-fibre ou rupture de fibres) qui se produisent dans le matériau. Ces variations se traduisent sur la courbe de traction par une chute de contrainte.

Etant limité par la fréquence d'acquisition du capteur de force, la chute de contrainte normalisée $\Delta\sigma/\sigma_0$ est définie entre deux points d'acquisition consécutifs, avec σ_0 la résistance à la traction. La chute de contrainte est donc la manifestation sur la courbe de traction de l'énergie libérée par l'ensemble des événements de rupture qui ont lieu entre deux points d'acquisitions consécutifs. Dans le cas présent, la fréquence d'acquisition est de 100 Hz , qui correspond pour le taux de déformation utilisé pour les essais ($0,2 \text{ min}^{-1}$) à un incrément de déformation $\Delta\epsilon = 3,3 \times 10^{-5}$.

Les différentes chutes de contraintes enregistrées sont classées en fonction de leur amplitude $\Delta\sigma/\sigma_0$. On peut ainsi tracer leur distribution $N_{\Delta\sigma/\sigma_0}$, représentée sur la Figure 3-21-b en échelle log-log.

3.4.1.2. Bruit du capteur

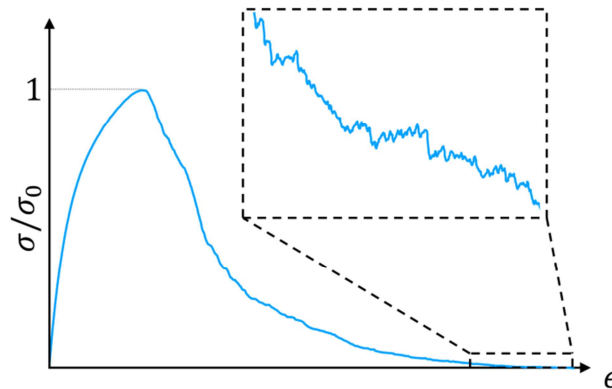


Figure 3 - 22 : Courbe de traction expérimentale. L'insert montre un zoom sur la queue de la courbe de traction.

Des fluctuations de contraintes sont observées en queue de la courbe de traction (Figure 3-22), lorsque l'échantillon est quasiment rompu. Il est donc important de se demander si ces fluctuations correspondent à une réelle libération d'énergie liée à un évènement de rupture ou alors au bruit de mesure du capteur.

L'objectif est ainsi de déterminer la chute de contrainte limite $A_{max\ bruit} = \left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$ au-delà de laquelle la contribution des chutes de contraintes liées au bruit deviennent négligeables. Afin de quantifier l'impact du bruit du capteur sur la distribution de chutes de contraintes, un essai de traction à vide (sans échantillon entre les mors) est réalisé à la même vitesse de traction que pour les essais des séries 1 et 2. Le signal du capteur de force est enregistré (Figure 3-23-a). Les chutes de contraintes sont calculées⁵ (Figure 3-23-b), puis leur distribution est tracée. La Figure 3-23-c représente la distribution typique du signal lié au bruit. La limite $\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$ est évaluée comme la plus grande chute de contrainte mesurée sur ce signal. On se fixe le critère suivant en ne jugeant pertinente que les chutes de contraintes supérieures à $\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$ par la suite.

⁵ A noter que comme on souhaite quantifier l'effet du bruit par rapport à une courbe de traction et que la résistance à la traction σ_0 est différente d'une courbe à l'autre, la contrainte limite $\left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$ est recalculée pour chaque courbe. Dans la Figure 3-22, σ_0 prend une valeur arbitraire.

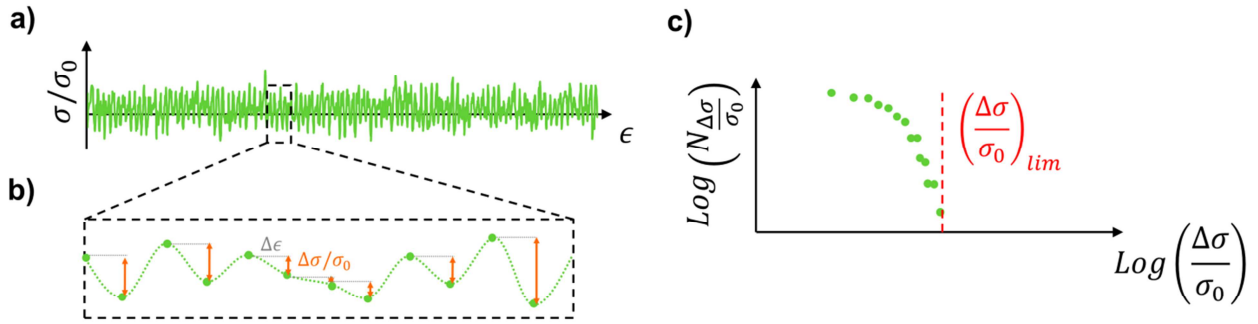


Figure 3 - 23 : Etude de la distribution de chute de contrainte du bruit de mesure du capteur de force (a) Bruit du capteur de force obtenu en faisant une traction à vide. (b) Illustration de la définition des chutes de contraintes. Ici σ_0 a une valeur arbitraire. (c) Profil typique de la distribution de chutes de contraintes du bruit. $(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0})_{lim}$ correspond à la plus grande amplitude calculée pour le bruit.

3.4.2. Distribution de chutes de contraintes du post-pic d'échantillons de papier

La distribution est étudiée sur des échantillons en traction présentant (ou pas) une entaille afin d'obtenir une rupture avec (ou sans) propagation de front de fissure.

3.4.2.1. Echantillons sans entaille

Les Figures 3-24- a et b présentent les distributions pour deux des 6 échantillons de la série 1 (échantillons sans entaille). L'ensemble des distributions des 6 échantillons est présentée dans l'Annexe 1. La Figure 3-24-c montre des images des échantillons correspondant au cours de la fissuration.

Pour les chutes de contraintes dont l'amplitude est plus petite que le critère $A_{max\ bruit} = (\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0})_{lim}$, le profil de la distribution a la même forme à celui trouvé pour le bruit. Pour des chutes de contraintes plus grandes que $A_{max\ bruit}$, une distribution en loi(s) puissance(s) est observée. Le critère qui a été fixé afin de déterminer les chutes de contraintes qui sont liées au bruit est donc adapté.

La distribution de l'échantillon n°3 suit un profil en loi puissance définissant un unique régime (I) tandis que la distribution de l'échantillon n°4 admet deux lois puissances, *i.e.* deux régimes (I) et (II). Deux justifications peuvent être avancées afin d'expliquer de telles différences entre les échantillons. Comme le papier possède une mésostructure, le profil de la distribution pourrait dépendre directement de la disposition des floes et antifloes dans l'échantillon. Cette hypothèse paraît peu probable dans la

mesure où la fissure passe essentiellement par les antiflocs (voir les résultats des sections précédentes). On rappelle que si les hétérogénéités ont une influence sur le trajet de fissure, elles n'influencent pas l'évolution de la zone d'endommagement à partir du moment où l'endommagement se produit uniquement dans les antiflocs. Une autre explication issue de l'observation de l'endommagement à l'échelle de l'échantillon peut être faite : l'endommagement sur l'échantillon n°3 se concentre sur toute la largeur de l'échantillon simultanément. Pour l'échantillon n°4 au contraire, l'endommagement s'amorce sur un côté de l'échantillon puis se propage progressivement sur le reste de la largeur. Dans ce cas, la rupture de l'échantillon fait suite à une propagation de fissure. La distribution de chutes de contraintes peut alors être vue comme une signature de l'endommagement à l'échelle macroscopique.

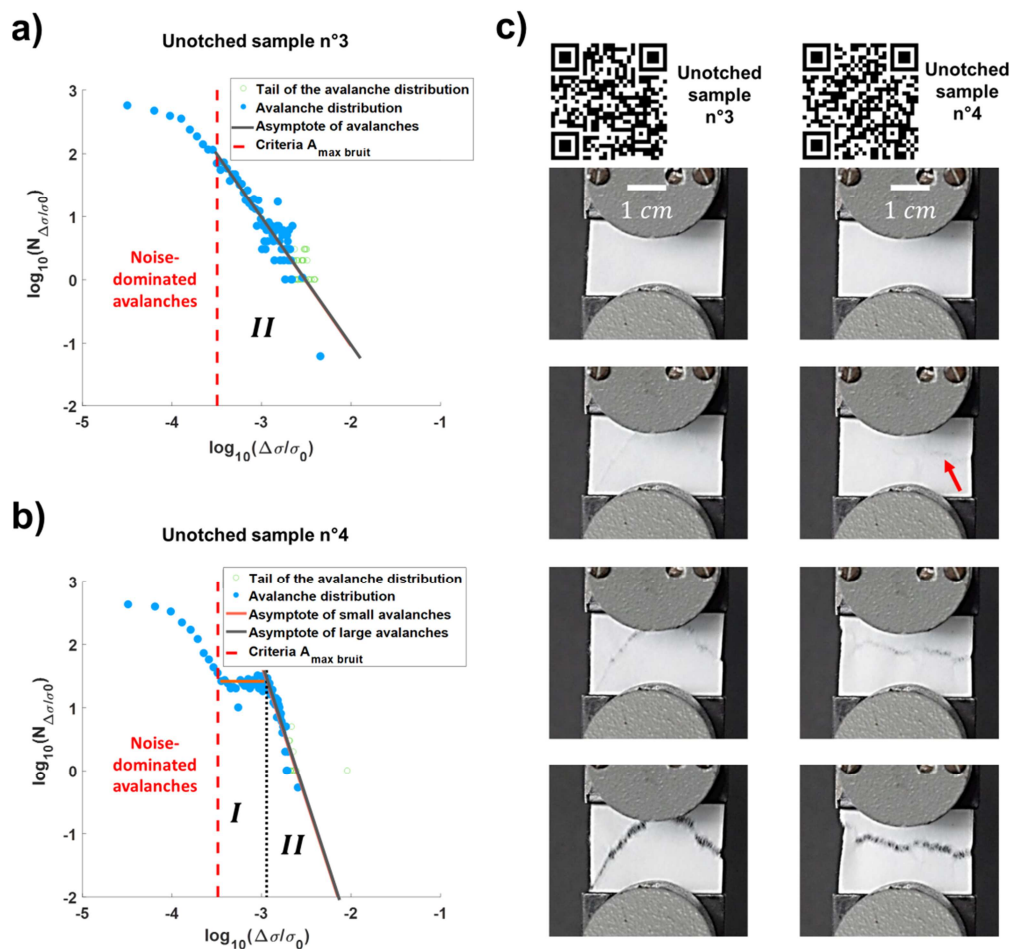


Figure 3 - 24 : Distributions du nombre $N_{\Delta\sigma/\sigma_0}$ de chute de contrainte en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour des échantillons de $3,5 \times 2 \text{ cm}^2$ sans entaille dont : la fissuration se fait sans propagation de fissure (a), avec propagation de fissure (b). Le critère $A_{\text{max bruit}}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II) (C) Images des échantillons correspondants à différents instants de la fissuration. La flèche rouge montre l'endroit où s'amorce la fissure. Les QR codes permettent l'accès aux vidéos de l'essai.

3.4.2.2. Echantillons avec entaille

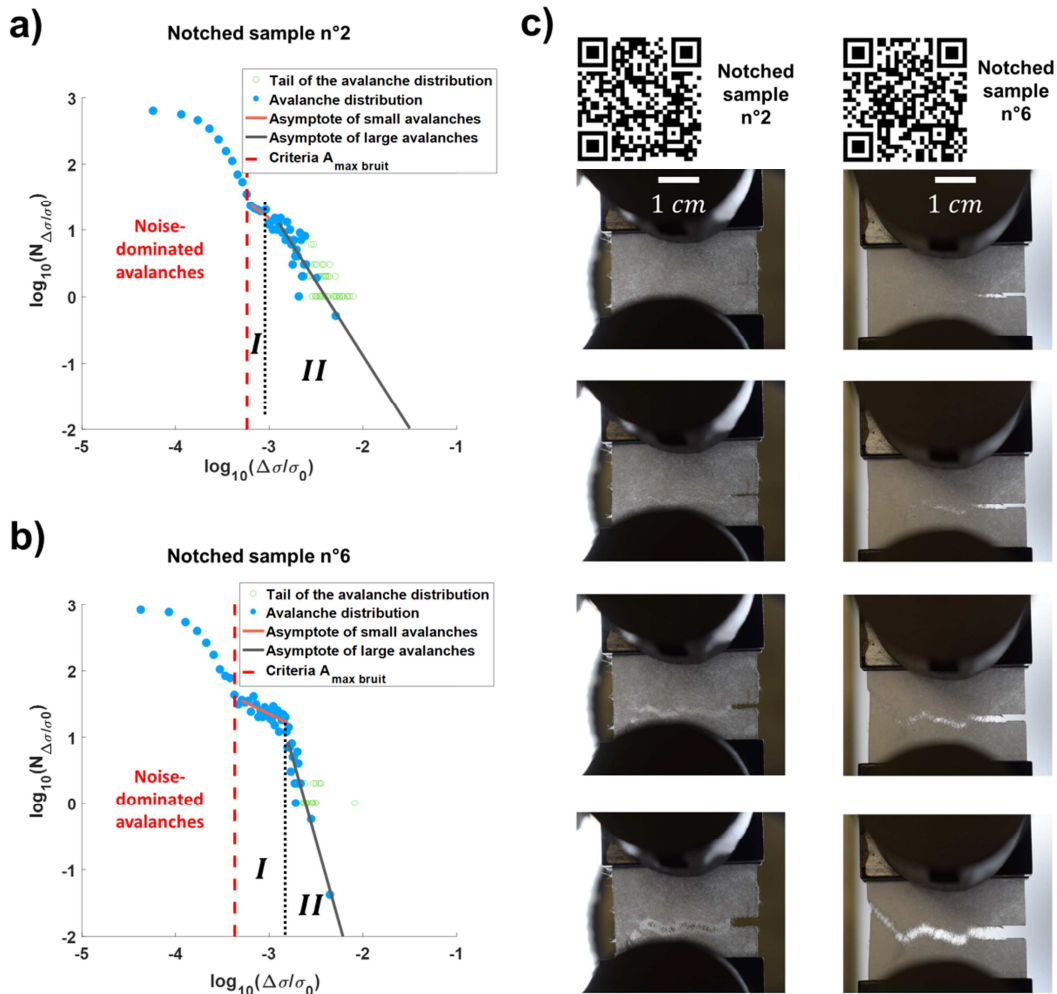
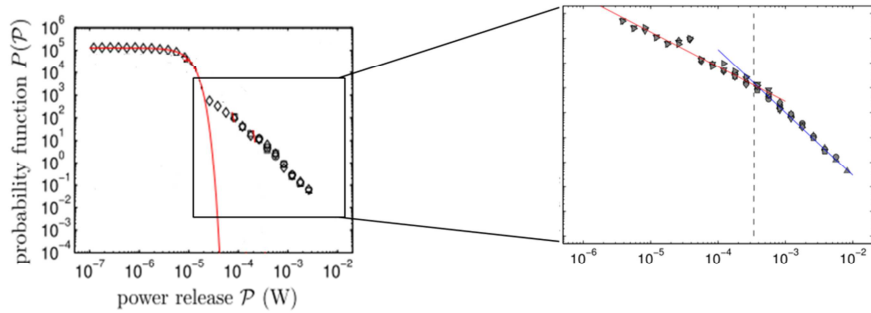


Figure 3 - 25 : Distributions du nombre $N_{\Delta\sigma/\sigma_0}$ de chutes de contraintes en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour des échantillons de $3,5 \times 2 \text{ cm}^2$ avec entaille dont : la fissuration se fait sans propagation de fissure (a), avec propagation de fissure (b). Le critère $A_{\text{max bruit}}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes *I* et *II*) (C) Images des échantillons correspondants à différents instants de la fissuration. Les QR codes permettent l'accès aux vidéos de l'essai.

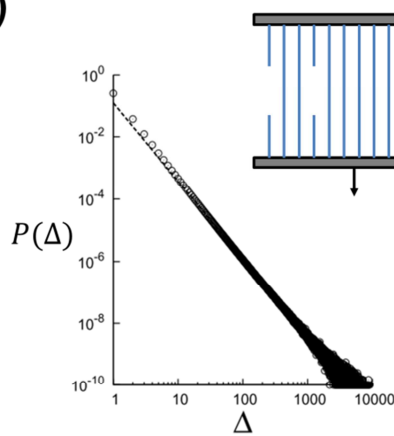
Les distributions de chutes de contraintes ont été également déterminées sur les échantillons entaillés (série 2), plus sujets aux propagations de fissures en raison de la présence de l'entaille. Sur l'ensemble des échantillons, certains comme l'échantillon n°6, présente une propagation significative de fissure. D'autres, comme l'échantillon n°2, n'admettent quasiment pas de propagation de fissure et s'endommagent sur toute la largeur simultanément. Sur un échantillon où l'endommagement s'effectue quasiment sans propagation de fissure, la distribution associée possède un seul régime (Le régime *II* sur la Figure 3-25-a, le régime *I* est considéré comme anecdotique, étant peu marqué). A contrario, un

échantillon qui engendre une propagation de fissure, possède une distribution à deux régimes (Figure 3-25-b).

a)



b)



c)

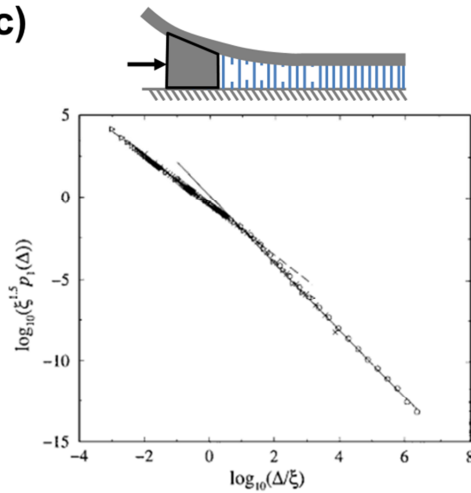


Figure 3 - 26 : Références bibliographiques montrant les différents profils des distributions d'avalanches. En fonction du type d'endommagement (a) Distribution d'avalanches comptées comme la puissance dissipée P dans la rupture d'une roche reconstituée avec propagation de fissure (Barés et al. 2014). (b) Distribution d'avalanches d'un Fiber Bundle Model classique (Pradhan et al. 2010). (c) Distribution d'avalanches dans le modèle ZIP (Delaplace et al. 2001).

Ces observations sont cohérentes avec les travaux expérimentaux sur la propagation de fissures dans des roches reconstituées (Barés et al. 2014). Les auteurs montrent qu'au cours de la propagation de fissure, la distribution de l'énergie relâchée suit deux lois puissances (résultats rappelés dans le Figure 3-26-a, cf. chapitre 1 pour plus de détails). Le même constat est fait dans des travaux théoriques utilisant des Fiber Bundle Models. Un Fiber Bundle Model classique ne génère pas de propagation de fissure lors de son endommagement. La distribution associée admet une loi puissance à pente unique (Pradhan et al. 2005) (Figure 3-26-b) tandis que le modèle ZIP (Delaplace et al. 2001), Fiber Bundle Model mimant une propagation de fissure et qui sera présenté en détails dans le chapitre suivant, aboutit à une distribution en loi puissances à deux pentes (Figure 3-26-c).

Nous avons vu dans la première partie de ce chapitre, que la largeur de la zone d'endommagement dépendait de la chute de contrainte. Pour les plus faibles chutes de contraintes, la zone d'endommagement n'est pas totalement développée et sa largeur varie avec la chute de contrainte. Au-delà d'une certaine chute de contrainte, la largeur de la zone d'endommagement atteint sa valeur limite l_{FPZ} et la zone d'endommagement ne se développe que dans la direction de la fissure.

On pourrait ainsi expliquer les différents régimes de la distribution des chutes de contraintes par les observations faites sur le développement de la FPZ. Le régime *I* correspond aux plus petites chutes de contraintes qui se produisent lorsque la zone d'endommagement n'est pas pleinement développée et qu'elle n'a pas atteint sa largeur maximale. Le régime *II* concerne les plus grandes chutes de contraintes, et correspond à une zone d'endommagement pleinement développée en largeur et qui s'étend dans l'axe du trajet de fissure. Nous aurions donc la signature du développement de la FPZ en largeur dans la distribution de chutes de contraintes. Cette explication a également été suggérée, dans les travaux sur le modèle ZIP (Delaplace et al. 2001) où Delaplace a postulé que la limite entre les deux régimes était reliée à la zone d'endommagement.

Dans cette partie, la notion de chute de contrainte a été étendue pour des points d'acquisition successifs lors d'essais de traction. Dans un premier temps, la distribution de chutes de contraintes a été déterminée pour des échantillons sans entaille. Dans un second temps, des échantillons avec entaille ont été utilisés. Qu'il y ait une entaille ou non, le constat reste le même, la distribution est sensiblement différente si il y a ou non propagation de fissure lors de la rupture. Lorsqu'il n'y a pas propagation, la distribution admet un seul régime tandis que lorsqu'il y a propagation, la distribution admet deux régimes. Dans le dernier cas, ces deux régimes peuvent être expliqués par le développement de la zone d'endommagement qui n'est soit pas totalement (régime I) ou totalement (régime II) développée. La transition entre ces deux régimes permettrait de définir une largeur de FPZ.

3.5. Conclusions

Dans ce chapitre, l'évolution de la zone d'endommagement a été étudiée expérimentalement sur des échantillons de papier en traction avec une formation hétérogène et un grammage de $60g.m^{-2}$. Dans un premier temps, on a observé que la rupture d'un échantillon se présentait soit sous la forme d'une propagation progressive d'une fissure soit par un endommagement qui se passe simultanément sur la largeur de l'échantillon. En réalisant un test de traction sur un échantillon entaillé tout en filmant son endommagement au cours de l'essai, nous avons pu visualiser la « FPZ active » correspondant à la zone où l'endommagement se produit entre deux instants donnés de la rupture. Cet endommagement correspond à une chute de contrainte sur la courbe de traction, proportionnelle à l'énergie dissipée lors de cet endommagement. L'étude conjointe de l'aire de la FPZ active, sa largeur, sa longueur et de la chute de contrainte qui est associée a montré deux choses :

- L'aire de la FPZ active est proportionnelle à la chute de contrainte. L'énergie dissipée par unité de surface, φ_s , est donc constante au cours de la rupture.
- La largeur de la FPZ active augmente avec la chute de contrainte jusqu'à une valeur limite l_{FPZ} définissant la largeur de la FPZ pleinement développée.

Ces résultats sont cohérents avec ceux trouvés numériquement en utilisant un modèle d'endommagement non local stress-based. Il a été aussi montré que l'énergie dissipée par unité de surface, φ_s , est fonction de la longueur interne l_c du modèle non local. On peut ainsi identifier une longueur interne qui est jugée adéquate lorsque la valeur de $\varphi_s(l_c)$ correspond à la valeur trouvée expérimentalement. De plus, on observe également, que la largeur de la zone d'endommagement varie avec la chute de contrainte jusqu'à sa valeur limite l_{FPZ} qui est cohérente à celle prévue par la théorie des milieux continus.

La FPZ n'est pas influencée par la mésostructure à partir du moment où cette dernière laisse de la place à la FPZ pour se développer entièrement dans les antiflocs. La largeur de la FPZ est donc déterminée par les éléments de la microstructure (les fibres). Dans ce cas, la longueur interne ne dépend que des caractéristiques du matériau à l'échelle de la microstructure.

Dans un troisième temps, à partir d'une méthode issue de la physique statistique, les post-pics des courbes de traction expérimentales ont été étudiés sous la forme de distributions de chutes de contraintes, connues en particulier dans les domaines de l'émission acoustique ou de la sismique. Il a été observé que cette distribution est modifiée par la présence d'une propagation de fissure dans le processus d'endommagement. Lors d'un endommagement sans propagation de fissure, cette distribution possède un régime unique ou deux régimes dans le cas d'une propagation de fissure. Les distributions correspondent bien à ce que prévoient les Fiber Bundle Models. Dans le cas de la propagation de fissure, les différents régimes peuvent être reliés au développement de la largeur de la zone d'endommagement.

Les différents résultats expérimentaux ont été obtenus à partir de différents dispositifs d'essais et il conviendrait de valider ces observations sur un dispositif unique permettant :

- Un enregistrement de la courbe de traction afin d'étudier les distributions.
- Une synchronisation de la machine de traction avec un enregistrement des images de l'échantillon permettant une étude conjointe du développement de la zone d'endommagement et de la chute de contrainte associée.
- Un pilotage de l'essai en ouverture de fissure afin de pouvoir réaliser les essais sur des échantillons de grande taille afin d'observer la propagation de fissure sur un plus long trajet tout en restant dans une propagation quasi-statique et sans être affecté par les bords.

On a également observé numériquement que le trajet de fissure évite les floccs et reste donc dans un milieu relativement homogène constitué d'antifloccs. La zone d'endommagement se développe ainsi en deux étapes, avec ou sans présence de floccs : élargissement de la largeur de la FPZ, puis allongement uniquement dans la direction de la fissure. La question suivante porte sur le développement de la zone d'endommagement lorsque celle-ci ne peut pas éviter les éléments de la mésostructure du matériau. L'étude menée dans ce chapitre a finalement conduit à étudier l'évolution de la zone d'endommagement par une approche statistique. Fort des ressemblances observées entre les distributions expérimentales et celles prévues par le modèle ZIP, ce modèle est enrichi dans le dernier chapitre de cette thèse en ajoutant aux fibres du modèle, une corrélation spatiale relatif à leur seuil de rupture. Ce modèle permet de modéliser une propagation de fissure traversant un matériau hétérogène.

Chapitre 4

Influence des hétérogénéités des matériaux sur les statistiques de propagation de fissures en utilisant un Fiber Bundle Model

Ce chapitre se base sur l'article publié : Villette F et al (2020) Influence of material heterogeneities on crack propagation statistics using a Fiber Bundle Model. *Int J Fract* **221**:87–100

Table des matières

4.1.	Introduction	158
4.2.	Présentation du modèle ZIP.....	159
4.3.	Modélisation de la corrélation spatiale des seuils de ruptures de fibres en utilisant la décomposition de Karhunen-Loève.....	161
4.3.1.	Décomposition de Karhunen-Loève d'un processus gaussien stationnaire.....	161
4.3.2.	Fonction d'autocorrélation.....	162
4.4.	Effets de la corrélation spatiale des seuils de rupture des fibres sur la distribution d'avalanches.....	163
4.5.	Cas asymptotique de la non corrélation spatiale.....	166
4.6.	Influence de la taille des hétérogénéités sur le régime de transition.....	167
4.7.	Conclusions	170

4.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, on a observé que la fissure se propage préférentiellement dans les zones de faible module d'Young (les antiflocs) en évitant les flocs. Pour un papier où les flocs sont suffisamment éloignés entre eux, la zone d'endommagement se développe entièrement dans un environnement d'antiflocs. Dans ce cas précis, les hétérogénéités ont un effet sur le trajet de fissure mais pas sur la géométrie de la FPZ qui ne « voit » que des antiflocs.

Ce chapitre a pour but d'étudier la statistique lors de la propagation de fissure dans le cas particulier où la FPZ se retrouve à interférer avec les hétérogénéités du matériau. Etudier expérimentalement ces statistiques demanderait d'avoir des échantillons de grandes tailles pour que la fissure traverse suffisamment de flocs mais qui sont susceptibles de propager la fissure de manière dynamique. C'est donc une approche théorique qui a été choisie ici, en utilisant les Fiber Bundle Models qui ont montré leur intérêt dans l'étude de l'endommagement (chapitre 1). Notons ici que le terme « fibres » dans les FBM ne fait pas référence aux fibres du papier, mais à l'élément discrétisant du modèle. Afin d'intégrer la propagation des fissures dans les FBM, Delaplace a proposé le modèle ZIP qui impose au faisceau de fibres un gradient exponentiel du champ de déformation pour imiter la propagation d'une fissure cohésive (Delaplace et al. 2001). Cependant, les seuils de ruptures considérés ne sont pas corrélés entre eux. Et de ce fait, le modèle ZIP modélise une propagation de fissure dans un matériau sans hétérogénéité structurale (*i.e.* agrégats pour le béton ou flocs pour le papier).

Dans notre étude, basée sur les travaux de Delaplace et al. (2001) qui seront décrits dans une première partie, nous nous intéressons aux effets des longueurs caractéristiques des constituants du matériau, introduites par un champ aléatoire spatialement corrélé. L'apport de ce chapitre réside dans le développement d'un modèle numérique 1D qualitatif de la fracture tenant compte de contraintes de rupture spatialement corrélées représentant des hétérogénéités du matériau et analyser leur impact sur le processus de fissuration.

4.2. Présentation du modèle ZIP

Le modèle ZIP (Figure 4-1), développé par Delaplace et al. (2001), a pour objectif d'étudier la statistique de l'endommagement lors d'une propagation d'une fissure cohésive dans un Fiber Bundle Model.

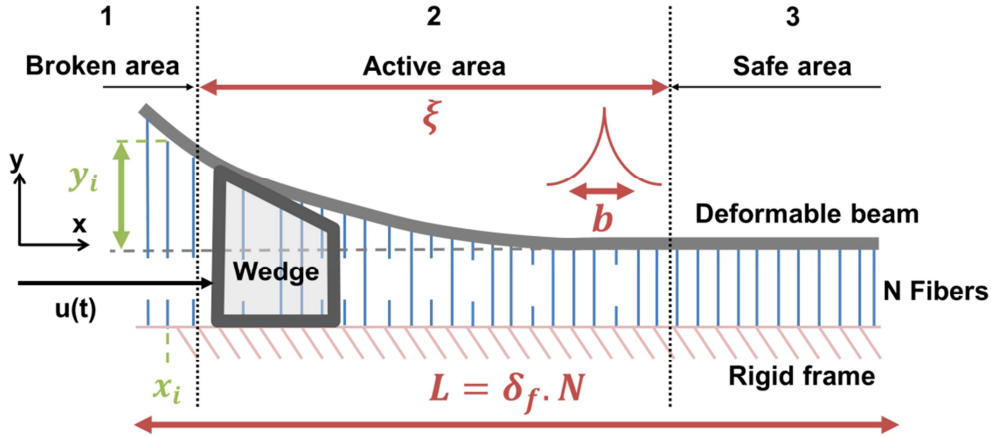


Figure 4 - 1 : Représentation schématique du modèle ZIP avec N fibres. L'unité de distance est prise égale à la distance inter-fibres δ_f . La position du coin est $u(t)$ et déforme progressivement la poutre suivant une loi exponentielle de taille caractéristique ξ .

Le modèle consiste en un ensemble de N fibres reliées à une poutre semi-infinie sur la face supérieure et à un cadre rigide sur la face inférieure. La distance δ_f entre deux fibres consécutives est fixée arbitrairement à 1. La longueur du modèle ZIP est donc donnée par $L = \delta_f \times N$. Le nombre de fibres N est considéré comme suffisamment grand pour permettre la convergence des résultats (présentés dans l'Annexe 2). Un déplacement vertical est appliqué en un point du faisceau, tout se passant comme si un coin poussait vers la droite et déformait le faisceau (Figure 4-1). La position de chaque fibre i est donnée par x_i et son allongement est donné par y_i . Par souci de simplicité, la forme de la déformation du faisceau est choisie comme exponentielle donnant la déflexion du faisceau, y , selon l'axe x :

$$y(x) = \exp\left(\frac{u(t) - x}{\xi}\right) \quad (4.1)$$

avec $\mathbf{u}(t)$, un déplacement dépendant du temps (étapes de la simulation) imposé par le coin et ξ est la longueur caractéristique du champ de déformation de la poutre considérée comme la taille caractéristique du gradient du champ de déformation appliqué aux fibres. Les fibres sont considérées comme parfaitement élastiques et fragiles. On appelle κ la rigidité des fibres, choisie arbitrairement égale à 1. La résistance à la rupture f_i^c de chaque fibre, définie de telle sorte que $f_i^c = \kappa \times y_i^c$ avec y_i^c l'allongement maximal de la $i^{\text{ième}}$ fibre, est déterminée aléatoirement. Dans le modèle ZIP original, la résistance à la rupture suit une distribution uniforme dans l'intervalle $[0 - 1]$ et n'est pas spatialement corrélée, contrairement à l'extension du modèle qui est faite dans ce chapitre.

Chaque fibre est étirée par la déformation du faisceau et exerce une force $f_i(\mathbf{u})$ sur le faisceau. La force totale exercée par les fibres sur le faisceau est la somme de toutes les contributions des fibres :

$$F(\mathbf{u}) = \sum_{i=1} f_i(\mathbf{u}) = \kappa \sum_{i=1} y_i(\mathbf{u}) \quad (4.2)$$

La forme exponentielle du faisceau induit trois parties dans le système. Dans la "zone entièrement endommagée" (1 dans la Figure 4-1), toutes les fibres sont rompues lorsque le faisceau est suffisamment déformé. Cette zone correspond à la macrofissure. Comme la forme du faisceau déformé implique que le déplacement du faisceau tend vers zéro pour de grands x , les fibres éloignées du coin exercent donc une force suffisamment faible que l'on peut négliger dans le calcul de $F(\mathbf{u})$. Cette zone est appelée la zone intacte (3 dans la Figure 4-1). Entre la zone entièrement endommagée et la zone intacte, les fibres contribuent à la force totale $F(\mathbf{u})$ et sont susceptibles de se rompre. Cette zone est appelée la zone active (2 dans la Figure 4-1). Les calculs numériques ne prennent en compte que les fibres de la zone active. La taille de la zone active du côté droit du coin est déterminée en considérant arbitrairement que les fibres déformées en dessus de 10^{-6} . Connaissant la longueur caractéristique ξ de la déformation du faisceau, nous obtenons une zone active s'étendant du côté droit jusqu'à une abscisse égale à $6\xi \ln(10)$. Ainsi, ξ peut être considérée comme la longueur caractéristique de la zone active.

À chaque étape k de la simulation, le coin est avancé d'une quantité juste suffisante pour casser une seule fibre, celle dont la charge est la plus proche du seuil de rupture. Comme la simulation consiste en une traction contrôlée en déplacement, il n'y a pas de redistribution locale des contraintes lorsqu'un lien se rompt.

4.3. Modélisation de la corrélation spatiale des seuils de ruptures de fibres en utilisant la décomposition de Karhunen-Loève

Prenons $G = \{G(x), x \in \Omega\}$ un processus gaussien stationnaire indexé sur le support $\Omega = \mathbb{R}$ de moyenne μ_G , d'écart-type σ_G et de fonction de covariance C_G . Ce processus peut être écrit de la manière suivante :

$$G(x) = \mu_G + \sigma_G \tilde{G}(x) \quad \forall x \in \Omega \quad (4.1)$$

où $\tilde{G} = \{\tilde{G}(x), x \in \Omega\}$ est un processus aléatoire gaussien de moyenne 0, d'écart-type 1 et de fonction de covariance $C_{\tilde{G}} = \frac{C_G}{\sigma_G^2}$.

4.3.1. Décomposition de Karhunen-Loève d'un processus gaussien stationnaire

L'idée de la décomposition de Karhunen-Loève (KL) (Loève 1977) est basée sur la décomposition spectrale de la fonction de covariance $C_{\tilde{G}}$ du processus aléatoire \tilde{G} (Sudret and Der Kiureghian 2000):

$$\int_{\Omega} C_{\tilde{G}}(x, x') \cdot f_i(x') d\Omega_{x'} = \lambda_i \cdot f_i(x) \quad \forall i \in \mathbb{N}^* \quad (4.2)$$

où $(f_i)_{i \in \mathbb{N}^*}$ sont les fonctions propres associées à la famille de valeurs propres $(\lambda_i)_{i \in \mathbb{N}^*}$ de la fonction de covariance $C_{\tilde{G}}$.

Ainsi, la décomposition de KL du processus \tilde{G} peut s'écrire comme une somme de termes (4.3) où $(\tilde{X}_i)_{i \in \mathbb{N}^*}$ sont des copies indépendantes d'une variable aléatoire gaussienne standard.

$$\tilde{G}(x) = \sum_{i=1}^{+\infty} \sqrt{\lambda_i} f_i(x) \tilde{X}_i \quad \forall x \in \Omega \quad (4.3)$$

Par linéarité, la décomposition de KL du processus, G peut-être écrite de la manière suivante :

$$G(x) = \mu_G + \sigma_G \sum_{i=1}^{+\infty} \sqrt{\lambda_i} f_i(x) \tilde{X}_i \quad \forall x \in \Omega \quad (4.4)$$

Numériquement, le processus G est approximé par \hat{G} après avoir tronqué (4.4) à M termes :

$$\hat{G}(x) = \mu_G + \sigma_G \sum_{i=1}^M \sqrt{\lambda_i} f_i(x) \tilde{X}_i \quad \forall x \in \Omega \quad (4.5)$$

4.3.2. Fonction d'autocorrélation

La mise en œuvre numérique de la décomposition de KL est différente selon que les fonctions d'autocorrélation disposent ou pas d'une solution analytique dans la décomposition de KL. Deux choix sont donc possibles : soit passer par une résolution discrète de la décomposition de KL, la résolution étant faite en considérant une matrice de covariance qui est inversée, ce qui augmente le temps de calcul, soit se contenter de modèles avec une solution analytique. C'est le choix pragmatique qui a été fait dans ce travail.

Une fonction d'autocorrélation exponentielle $R_{\tilde{G}}$ est choisie afin de générer le champ aléatoire dans le modèle ZIP. Cette fonction d'autocorrélation paraît comme la fonction la plus simple pour représenter un champ aléatoire autocorrélé. De plus dans le cas du papier, l'étude par les variogrammes a montré que la fonction d'autocorrélation de la mésostructure du papier a une forme exponentielle (partie 2.3).

$$R_{\tilde{G}}(z) = C_{\tilde{G}}(z) = \exp\left(-\frac{|z|}{b}\right), \quad |z| \in [0, L] \quad (4.6)$$

où b est la longueur d'autocorrélation du champ aléatoire, considérée comme une taille caractéristique des hétérogénéités du matériau. $R_{\tilde{G}} = C_{\tilde{G}}$ car \tilde{G} est un processus standard. L correspond à la longueur du processus, ici le nombre maximum de fibres dans la simulation.

Ghanem et Spanos (1991) ont obtenu les résultats analytiques suivants pour la fonction d'autocorrélation exponentielle :

$$\lambda_i = \frac{2}{b\left(\frac{1}{b^2} + \omega_i^2\right)} ; \quad f_i(x) = \begin{cases} E_i \cos(\omega_i x) & \text{pour } i \text{ pair} \\ O_i \sin(\omega_i x) & \text{pour } i \text{ impair} \end{cases} \quad (4.7)$$

avec

$$E_i = \left(L + \frac{\sin(2\omega_i L)}{2\omega_i}\right)^{-\frac{1}{2}} ; \quad O_i = \left(L - \frac{\sin(2\omega_i L)}{2\omega_i}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (4.8)$$

Où ω_i sont solutions de :

$$\begin{cases} b^{-1} - \omega_i \tan(\omega_i L) = 0 & \text{pour } i \text{ pair} \\ \omega_i + b^{-1} \tan(\omega_i L) = 0 & \text{pour } i \text{ impair} \end{cases} \quad (4.9)$$

Notons que les termes de la décomposition de Karhunen-Loève sont organisés avec ω_i croissants.

4.4. Effets de la corrélation spatiale des seuils de rupture des fibres sur la distribution d'avalanches

Une étude paramétrique est réalisée en faisant varier la longueur d'autocorrélation spatiale b et la longueur caractéristique du champ de déformation ξ . Toutes les simulations ont été réalisées en fixant le nombre de fibres N à $5 \cdot 10^5$ fibres et en prenant un nombre de termes M dans la décomposition de Karhunen-Loève égale à 10^6 . Ces valeurs ont été déterminées après une étude de convergence numérique qui est présentée dans l'Annexe 2. Le processus aléatoire G suit une loi de probabilité gaussienne fixée arbitrairement avec une moyenne de 1 et un écart-type de 0,05. Avec cette distribution, certaines fibres sont capables d'avoir, avec une très faible probabilité, une résistance à la traction négative. Toute fibre ayant une valeur négative de résistance à la traction serait remplacée dans ce cas en faisant un nouveau tirage afin de garantir une résistance à la traction positive de toutes les fibres. Cela n'a pas été nécessaire dans toutes les simulations qui ont été réalisées. Dans ce travail, nous étudions l'impact du rapport b/ξ entre la taille caractéristique b des hétérogénéités du matériau et la taille caractéristique ξ du gradient du champ de déformation imposé aux fibres. b varie sur une gamme de 10 à 100. Le nombre de fibres dans les hétérogénéités N_b est donné par le rapport $b/\delta_f = N_b$. L'influence de N_b n'est pas étudiée dans ce travail. Puisque $\delta_f = 1$, N_b varie sur une gamme de 10 à 100 et nous supposons que ces valeurs représentent de "petites" hétérogénéités.

La Figure 4-2 présente les fonctions de répartition (en anglais, Cumulative Distribution Functions, CFD) des avalanches pour les gammes de ξ et b simulées ($\xi = 10 ; 100 ; 1000 ; 10\,000$ et $b = 10 ; 50 ; 100$). Une courbe pour les forces des fibres non corrélées est ajoutée à des fins de comparaison par rapport aux résultats de Delaplace et al (2001).

La Figure 4-2-a montre les courbes à $b = 100$ pour plusieurs valeurs de ξ . On observe que la CDF pour les résistances des fibres non corrélées est similaire aux CDF pour ξ égales à 10 et 10^2 mais différente des CDF pour ξ égales à 10^3 ou 10^4 . Ainsi, la corrélation spatiale a une influence sur la statistique de la fissuration uniquement lorsque le gradient du champ de déformation ξ est supérieur à la taille d'autocorrélation b . Si ξ est proche de b , la taille du gradient du champ de déformation est de la même taille que celle des hétérogénéités du matériau. Ainsi, le processus de fissuration évolue dans une seule hétérogénéité à la fois, considérée comme un milieu "homogène" puisque les avalanches de fibres ne se produisent que dans une zone où les contraintes à la rupture sont fortement corrélées.

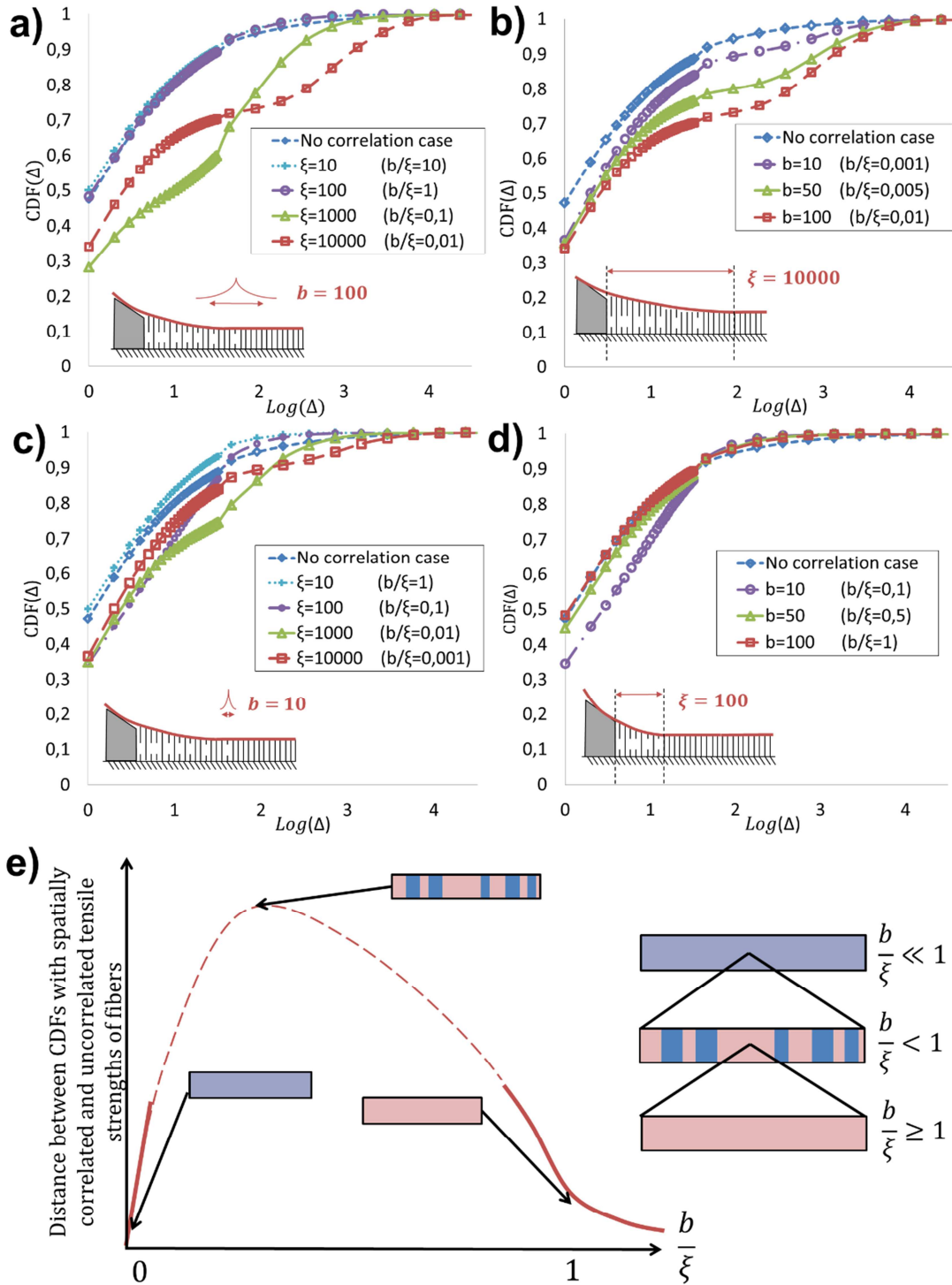


Figure 4 - 2 : Fonction de répartition $CDF(\Delta)$ des avalanches simulées de taille Δ comptées sur un nombre total de fibres $N = 5 \times 10^5$ fibres avec $M = 10^6$ termes dans la décomposition de Karhunen-Loève : (a) Pour la plus grande valeur simulée de longueur d'autocorrélation b ($= 10^2$). (b) Pour la plus grande valeur simulée de ξ ($= 10^4$). (c) Pour la plus petite valeur simulée de longueur d'autocorrélation b ($= 10$). (d) Pour la plus petite valeur simulée de ξ ($= 10^2$). (e) Représentation schématique de l'importance des effets de la corrélation spatiale selon b et ξ . Les lignes pleines représentent les tendances mises en évidence par les graphiques. La ligne pointillée représente la tendance globale. Les inserts à droite représentent l'apparence du matériau simulé.

La Figure 4-2-b montre plus en détail l'influence de b à une valeur élevée constante de $\xi = 10\,000$. Plus b augmente, plus les courbes s'éloignent du cas de la résistance des fibres non corrélées. Ainsi, tant que b reste inférieur à ξ , l'influence de la corrélation spatiale augmente avec b .

La Figure 4-2-c est similaire à la Figure 5-3-a mais pour une valeur de $b = 10$. Les résultats montrent que l'effet de corrélation spatiale est moins prononcé à $b = 10$ qu'à $b = 100$. Néanmoins, le comportement des courbes est similaire à celui de $b = 100$. En effet, pour ξ égal à b , la courbe est proche du cas de la résistance des fibres non corrélées et pour ξ supérieur, les courbes sont légèrement différentes.

La Figure 4-2-d montre l'influence de b à une valeur basse $\xi = 10^2$. Elle confirme les résultats précédents. Même si les courbes pour b égale à 50 ou 100 correspondent à une grande autocorrélation spatiale. La taille de la zone active ξ n'est pas assez grande pour permettre une influence de la corrélation spatiale. Alors que pour $b = 10$, ξ est suffisamment grande et il y a une différence avec le cas des résistances des fibres non corrélées.

Un schéma montrant les effets de la corrélation spatiale par rapport aux deux tailles caractéristiques b et ξ est représenté sur la Figure 4-2-e. La distance entre les CDF est représentée pour les résistances à la traction des fibres corrélées et non corrélées dans l'espace, pour un ξ donné. Pour schématiser, le matériau peut être considéré comme une succession d'occurrences possédant une taille moyenne b de deux phases statistiquement réparties sur un domaine de taille ξ (encadrés dans la Figure 4-2-e) Quatre zones sont mises en évidence :

- Lorsque $b \ll \xi$, les deux phases sont représentées avec un grand nombre d'occurrences dans la zone active. Chaque occurrence "voit" un champ de déformation quasiment constant, comme dans un FBM classique, qui ne dépend pas de la position relative des fibres. Ainsi il n'y a pas d'effets de la corrélation spatiale.
- Quand b augmente jusqu'à une certaine valeur, l'effet de la corrélation spatiale augmente.
- Entre la valeur optimale et ξ , plus b est grand, plus l'influence de la corrélation est faible.
- Lorsque b est supérieur à ξ , la longueur d'autocorrélation n'a plus d'influence puisque toutes les avalanches se produisent dans une zone fortement corrélée où toutes les fibres ont sensiblement la même force.

Nos résultats sont cohérents avec la loi sur l'effet de taille proposée par Bazant (Bažant 1984) dans le cas particulier du béton. En effet, $\xi \gg b$ renvoie, d'un point de vue de la fissuration, à un matériau homogène. L'utilisation de la mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM) pour les grandes structures est donc pertinente, alors que nous devons prendre en compte un effet de taille lorsque la taille de la structure tend vers les longueurs caractéristiques du matériau.

4.5. Cas asymptotique de la non corrélation spatiale

Afin de comparer le modèle ZIP avec les résistances à la traction des fibres spatialement corrélées avec les travaux existants de Delaplace et al. (Delaplace et al. 2001), des simulations ont été réalisées avec un ensemble de $N = 5 \times 10^5$ fibres en utilisant un processus aléatoire avec $b = 1$ pour différents ξ ($10^2, 10^3$ et 10^4).

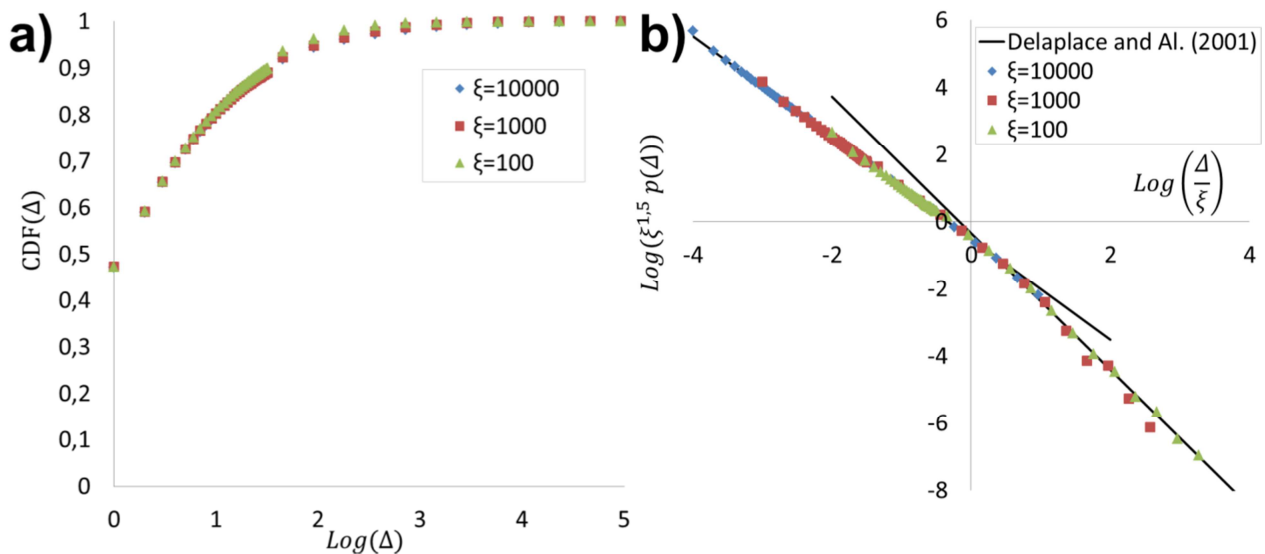


Figure 4 - 3 : Résultats des avalanches simulées sur $N = 5 \times 10^5$ fibres. (a) Fonction de répartition des avalanches pour $b = 1$, valeur considérée comme étant une corrélation négligeable. (b) Distribution d'avalanches associée à la fonction de répartition comparée aux résultats de Delaplace (Delaplace et al. 2001). $p(\Delta)$ est la probabilité d'une avalanche de taille Δ .

Etant donné que le modèle exponentiel est utilisé dans ces simulations (équation 4.6), b ne peut pas être égal à 0 pour simuler des résistances non corrélées de fibres. Comme la distance entre les fibres est égale à 1 et pour éviter une simulation trop longue, la valeur de b est égale à l'unité de distance a été choisie comme représentatif d'une corrélation spatiale considérée négligeable. La Figure 4-3-a montre

la CDF des avalanches simulées pour des résistances de fibres considérées comme non corrélées avec $b = 1$. Il est à noter que ξ n'affecte pas de manière significative la CDF. En comparant avec les Figures 4-2-a et 4-2-c où ξ a une influence sur les courbes, cela met en évidence que les effets de corrélation spatiale résultent d'une influence conjuguée de b et ξ .

La plupart des travaux sur les Fiber Bundle Models montrent des résultats utilisant des distributions d'avalanches. En effet, Delaplace et al. (Delaplace et al. 2001) et Baxevanis et al. (Baxevanis et al. 2006) ont montré, dans le cas du comportement viscoélastique, que les résultats des simulations sur différents ξ suivent une seule courbe maîtresse représentant la distribution avec un axe sans dimension. Dans la Figure 4-3-b montrant la distribution avec l'axe sans dimension de Delaplace, les courbes suivent une seule courbe maîtresse avec deux régimes linéaires. La comparaison entre nos résultats et les courbes maîtresses de Delaplace et al. (2001) a également été tracée. Les pentes sont les mêmes que celles de Delaplace et al. : une pente de $-1,5$ pour les petites échelles met en évidence les statistiques de marche aléatoire et la pente de -2 pour les grandes échelles identifiées comme un régime non corrélé d'événements de rupture au cours de la fracture (Delaplace et al. 2001).

4.6. Influence de la taille des hétérogénéités sur le régime de transition

Cette partie a pour objectif d'étudier l'influence de la longueur d'autocorrélation b sur la distribution des avalanches. La Figure 4-4 montre la distribution des avalanches telle que décrite dans la partie précédente. On a montré précédemment que sans corrélation spatiale, la distribution met en évidence deux régimes linéaires pour les petites et grandes échelles. La Figure 4-4-a représente la distribution pour les avalanches simulées avec $b = 10$. En considérant seulement les courbes où ξ est supérieur à b , c'est-à-dire où la corrélation spatiale a un effet sur les statistiques, on remarque que la distribution montre en réalité trois régimes. Elle suit aux petites et grandes échelles, les deux asymptotes présentes dans le cas de seuils de rupture de fibres non corrélées correspondant aux deux régimes linéaires (*I* et *III* sur la Figure 4-4-a) mis en évidence par Delaplace et al. (2001). Cependant, pour les échelles intermédiaires, la courbe ne suit pas des lois puissances et met en évidence un régime transitoire (*II*). En zoomant sur la partie transitoire de la courbe, le régime *II* peut être délimité par les points de détachement et de rattachement de la courbe maîtresse aux asymptotes des régimes linéaires *I* et *III*.

Delaplace et al. ont interprété le point d'intersection des asymptotes comme un indicateur de la taille de la FPZ. Avec la corrélation spatiale, il ne s'agit plus d'un point caractéristique mais d'une zone délimitée par deux points caractéristiques de détachement et de rattachement. Il est raisonnable de penser que cette zone de transition (taille et position) est liée à la taille de la FPZ.

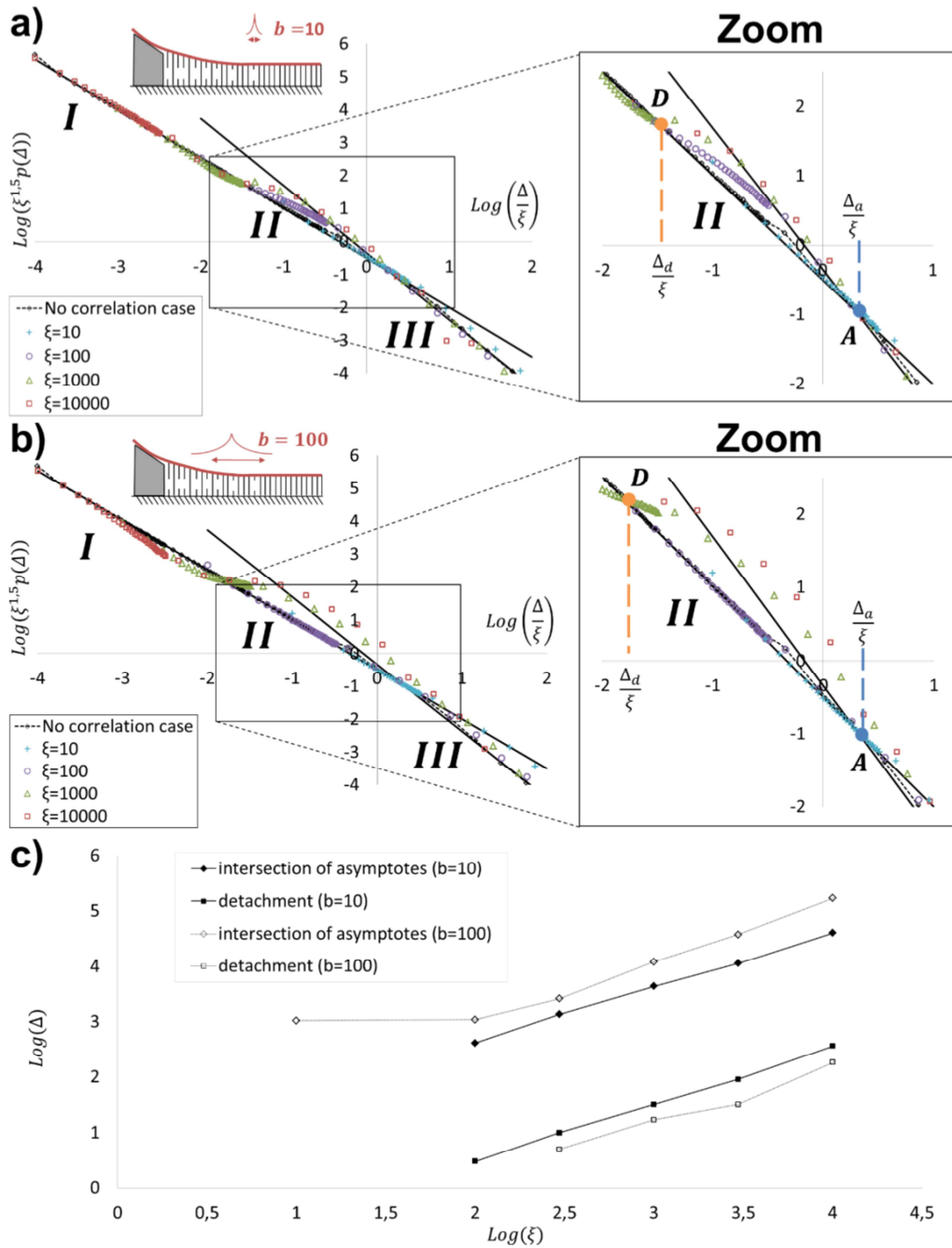


Figure 4 - 4 : Résultats des avalanches simulées sur $N = 5 \times 10^5$ fibres avec $M = 10^6$ termes dans la décomposition de Karhunen-Loève. Distribution d'avalanches : (a) à une faible valeur de corrélation spatiale $b (= 10)$ (gauche) et un zoom sur le régime transitoire (droite). (b) à une grande valeur de corrélation spatiale $b (= 100)$ (gauche) et un zoom sur le régime transitoire (droite). Les points de détachement **D** et de rattachement **A** sont ajoutés aux courbes (c) Points de détachement et de rattachement en fonction de la taille caractéristique de la zone active ξ pour $b = 10$ et $b = 100$. $p(\Delta)$ est la probabilité d'une avalanche de taille Δ .

Ainsi, la courbe maîtresse présente trois points caractéristiques : le point d'intersection entre les asymptotes étudié par Delaplace et al., et deux nouveaux points spécifiques dus à l'ajout de la corrélation spatiale : les points de détachement et de rattachement de la courbe maîtresse aux asymptotes. Les grandes avalanches sont les événements les moins fréquents. Cette partie de la distribution est donc tracée en moyennant sur plusieurs tailles d'avalanches, c'est pourquoi les points sont plus espacés pour les grandes avalanches. Comme les points sont plus espacés, il est difficile d'obtenir une bonne précision sur le point de rattachement. Néanmoins, le point d'intersection des asymptotes et le point de rattachement semblent proches. Dans ce travail nous avons choisi arbitrairement de confondre les deux afin d'étudier la frontière entre les régimes *II* et *III*. Par conséquent, seul le point d'intersection des asymptotes A (en abscisse $\Delta a/\xi$) et le point de détachement D (en abscisse $\Delta d/\xi$), limites du régime transitoire, ont été étudiés. La Figure 4-4-c montre l'évolution des points caractéristiques en fonction de la taille caractéristique ξ de la zone active pour $b = 10$ et $b = 100$ respectivement. Pour le cas $b = 10$, le point d'intersection des asymptotes varie de façon linéaire selon ξ , comme cela a déjà été constaté par Delaplace et al. (2001).

Un autre résultat original est la variation linéaire du point de détachement selon ξ . Pour le cas $b = 100$ (Figure 4-4-b), on observe le même comportement : la variation de l'intersection des asymptotes et du point de détachement est linéaire. Il n'y a pas de point de détachement pour les faibles valeurs de ξ car il n'y a pas de régime transitoire si ξ est trop proche de b . Néanmoins, le point d'intersection des asymptotes peut être calculé. On peut noter le changement de régime pour $\xi < b$, le point d'intersection des asymptotes est le même pour ξ égal à 10 ou 100.

Cas 1 : ξ tend vers l'infini. La forme du champ de déformation est très étendue. D'après la Figure 4-4-c, lorsque ξ tend vers l'infini, le premier régime s'étend sur toutes les échelles. Cette configuration dans le modèle ZIP devient similaire au modèle des faisceaux de fibres avec un nombre infini de fibres, avec des résultats similaires. Ainsi, lorsque ξ est infini, la distribution d'avalanches est la même à $b = 10$ ou à $b = 100$, montrant l'indépendance des résultats par rapport à b dans ce cas. Le cas de ξ infini rappelle ce qui peut être rencontré au début de la fissuration, lorsqu'il n'y a pas encore de singularité concentrant les contraintes. Par exemple, Zietlow et Labuz (1998) ont mesuré la taille de la zone d'endommagement par émission acoustique sur un échantillon de roche non entaillé en flexion trois points. Leurs résultats montrent que les premiers événements acoustiques enregistrés sont moins localisés que les derniers avant le pic dans la courbe de l'historique de la charge des échantillons. Ainsi, l'amorçage de la fissure correspond à une grande FPZ. A en juger par les résultats du modèle ZIP, on peut dire qu'à l'amorçage de la fissure, la géométrie de la FPZ n'est pas corrélée à la taille des hétérogénéités.

Cas 2 : ξ a une valeur finie. Ici, trois régimes sont présents et dépendent des hétérogénéités b . On remarque que l'augmentation de b induit le déplacement de l'intersection des courbes asymptotes vers les grandes échelles. Cette limite correspondant à la taille au-delà de laquelle les avalanches ne sont plus corrélées (Delaplace et al. 2001), l'augmentation des tailles d'hétérogénéité permet une corrélation

entre les événements de rupture jusqu'à des échelles plus grandes. De plus, une augmentation de b induit le déplacement du point de détachement vers les petites échelles et perturbe donc le régime de marche aléatoire (régime *I*) pour les plus petites échelles. Pendant la propagation de la fissure, par exemple dans un essai de flexion trois points, une pointe de fissure induit une forme localisée du champ de déformation, correspondant à une valeur finie de ξ . Ainsi, le modèle ZIP met en évidence la corrélation entre la FPZ et la taille des hétérogénéités pendant la propagation de la fissure.

4.7. Conclusions

Dans ce travail, l'influence des hétérogénéités sur les statistiques de propagation des fissures dans un matériau quasi-fragile a été étudiée. L'objectif était de mettre en évidence l'influence de la corrélation spatiale des forces des fibres sur la distribution des avalanches. Le modèle ZIP et les champs aléatoires autocorrélés ont été combinés en utilisant la décomposition de Karhunen-Loève. Cette étude a mis en évidence qu'à condition que la taille des hétérogénéités soit plus petite que la taille caractéristique du gradient du champ de déformation :

- La distribution des avalanches est clairement sensible à la longueur d'autocorrélation.
- Un nouveau régime transitoire apparaît dans la distribution des avalanches.

Les hétérogénéités matérielles n'ont une influence que lorsqu'elles sont suffisamment petites par rapport au champ de déformation. Le comportement asymptotique du modèle est cohérent avec les études précédentes. Tout d'abord, la variation linéaire du point d'intersection des asymptotes a été retrouvée. De plus, l'ajout d'une longueur caractéristique dans le modèle ZIP permet de déterminer un comportement de la distribution des avalanches correspondant davantage à la réalité. À partir de l'étude du régime transitoire, (i) la taille caractéristique des hétérogénéités modifiant la distribution des événements de rupture peut être déterminée, (ii) La taille des hétérogénéités n'affecte ni les petites ni les grandes échelles (régimes *I* et *III*). Elle modifie cependant la gamme des échelles intermédiaires (régime *II*). Connaissant à la fois le matériau (b) et le champ de déformation imposé (ξ), le modèle ZIP détermine les échelles perturbées par les hétérogénéités.

Les études expérimentales et numériques du chapitre 3 ont montré que la taille de la FPZ était déterminée par la microstructure du matériau (les fibres du papier) même en présence d'une mésostructure à condition que celle-ci laisse suffisamment de place à la fissure pour se propager (dans les antiflocs). Le chapitre 4 s'est intéressé au cas où la fissure n'a pas suffisamment de place pour se développer dans les zones faibles. On a montré que la fissure ne « voit » pas, au sens des statistiques

d'avalanches, la mésostructure dans les deux cas extrêmes où la mésostructure est très petite ou grande devant le champ de déformation.

Conclusions et perspectives

Le travail de cette thèse a essentiellement porté sur l'étude de la zone d'endommagement au cours de la propagation de fissures, en particulier pour du papier qui a été le matériau d'étude de ces travaux, considéré comme un matériau modèle.

L'état de l'art a rappelé que les modèles d'endommagement continus font intervenir une longueur interne qu'il est nécessaire de relier aux longueurs caractéristiques du matériau. Le débat autour de la valeur de la longueur interne est intimement lié à la question de sa méthode de mesure. A défaut de pouvoir observer directement la zone d'endommagement sur la plupart des matériaux, la longueur interne est calibrée de manière à reproduire les courbes de traction. Il s'agit donc d'une méthode d'identification, qui ne s'appuie pas sur un raisonnement physique.

L'idée directrice de ce travail de thèse était d'utiliser le papier comme matériau d'étude (i) pour la facilité d'élaboration de papiers à formation hétérogène et (ii) pour sa capacité à révéler à la fois sa microstructure et le développement de l'endommagement. Des méthodes innovantes ont été développées et ont permis une meilleure compréhension des mécanismes d'endommagement.

Le premier objectif était de caractériser les différences de propriétés structurales et mécaniques des flocs et des antiflocs. Pour ce faire, une analyse multi-échelles a été mise en place à partir d'images en niveaux de gris en transmission et de tomographies à rayons X sur un papier fabriqué en laboratoire avec contrôle de la mésostructure, de grammage 60 g.m^{-2} . Les analyses menées ont montré :

- Par l'utilisation des variogrammes, trois échelles de corrélations spatiales, en lien avec trois longueurs caractéristiques du matériau ont été mises en avant, à savoir :
 - Une corrélation spatiale liée à la mésostructure de flocs et d'antiflocs, approchée par un modèle exponentiel de portée pratique $20,5 \text{ mm}$
 - Une corrélation spatiale de l'ordre de la longueur des fibres ($\sim 1,35 \text{ mm}$)
 - Une corrélation spatiale de l'ordre de la largeur des fibres ($\sim 50 \mu\text{m}$)

- Le flocc analysé est en moyenne plus épais ($102 \mu\text{m}$) que l'antifloc ($59 \mu\text{m}$).

- Sur les échantillons analysés, Le flocc et l'antifloc possèdent la même porosité à cœur ($\sim 0,55$).

- Une méthode d'analyse d'image originale a été proposée afin de comparer l'orientation des plus longues fibres dans le floc et l'antifloc. Les longues fibres du floc apparaissent plus orientées que celles de l'antifloc. De plus, l'orientation des longues fibres changent dans l'épaisseur du floc.
- Des lois lognormales semblent traduire les distributions de modules d'Young apparent des flocs et des antiflocs. En moyenne, les flocs ont un module d'Young apparent supérieur ($1,7 \text{ GPa}$) à celui des antiflocs (1.0 GPa).

Le deuxième objectif était de pouvoir visualiser et de quantifier le développement de la zone d'endommagement. Cet objectif a été rempli en filmant un échantillon de papier éclairé par transmission au cours d'un essai de traction. La rupture des liens inter-fibres modifie les propriétés optiques du papier et la zone d'endommagement peut se repérer comme étant la zone de l'échantillon qui s'assombrit. Nous avons introduit le concept de « FPZ active » correspondant à la zone où l'endommagement se produit entre deux instants considérés de la rupture. L'endommagement dans la FPZ active peut également se repérer sur la courbe de traction comme une chute de contrainte, proportionnelle à l'énergie qui y est dissipée. Nous avons pu déterminer les caractéristiques géométriques (aire et largeur) de l'incrément de la zone d'endommagement par traitement d'images et tracer son évolution en fonction de la chute de contrainte. Nous mettons en lumière deux observations essentielles :

- L'aire de la FPZ active est proportionnelle à la chute de contrainte. L'énergie surfacique dissipée dans la FPZ active, φ_s , semble donc constante.
- La largeur de la FPZ active augmente jusqu'à une valeur limite définissant une FPZ pleinement développée et au-delà de laquelle la FPZ ne se développe plus qu'en longueur.

Une modélisation numérique d'un papier avec mésostructure en utilisant un modèle d'endommagement non local a permis de retrouver ces résultats. L'étude de l'influence de la longueur interne a également apporté un résultat supplémentaire : la quantité d'énergie dissipée par unité de surface φ_s , est fonction de cette longueur interne. Dès lors, on peut identifier la longueur interne adéquate lorsque φ_s correspond à la valeur trouvée expérimentalement.

Dans la troisième partie du chapitre 3, une méthode d'analyse statistique du post-pic a été développée. Bien connue en émission acoustique, la distribution d'énergie des événements de rupture admet des lois puissances. Ici, l'énergie libérée par les événements de rupture est comptée comme une chute de

contrainte. La présence d'une propagation de fissure modifie le processus d'endommagement. Lorsque le matériau se rompt sans propagation de fissure, la distribution des chutes de contraintes admet une distribution d'avalanche à une pente (régime unique). Au contraire, lorsqu'une fissure se propage, un deuxième régime apparaît. Il semble que les deux régimes observés soient reliés aux deux régimes de développement de la largeur de la FPZ. Ainsi, on peut raisonnablement penser que l'intersection des deux régimes de chutes de contraintes correspond au moment où la FPZ devient pleinement développée en largeur. Si ce résultat venait à être confirmé par d'autres observations, l'intersection des deux régimes serait la signature de la largeur de la FPZ. On pourrait alors la déduire d'une simple étude statistique sur une courbe de traction.

Le dernier objectif de la thèse était d'identifier les longueurs caractéristiques géométriques du matériau qui influent sur l'endommagement.

A l'issue du chapitre 3, on peut résumer le rôle des hétérogénéités de la manière suivante (Figure conclusion) :

- Même en l'absence de mésostructure, le matériau se rompt avec une FPZ qui a une largeur finie (Figure conclusion-a), qu'il faut donc modéliser en non local avec une longueur interne. Pour le papier, la littérature montre que la longueur interne dépend de la taille des fibres parmi d'autres facteurs. Pour le béton il s'agit probablement de la taille des grains de sable dans la matrice cimentaire.
- Lorsqu'on ajoute une mésostructure au matériau, la dimension qui semble avoir de l'importance est celle de la largeur du domaine "faible", *i.e.* la taille des antiflocs pour le papier (distance entre les flocs).
- Lorsque les zones "fortes" (flocs) sont suffisamment éloignées les unes des autres, l'endommagement ne se développe que dans les zones "faibles". La FPZ ne voit donc que le milieu faible au cours de son développement (Figure conclusion-b).
- On peut alors raisonnablement penser que pour un milieu où les zones fortes sont suffisamment proches, la FPZ voit ces zones fortes : elle ne peut plus se développer librement étant contrainte par les zones fortes qu'il faut alors prendre en compte.

Afin de développer ce dernier point, le modèle ZIP de Delaplace a été repris dans le dernier chapitre en ajoutant une corrélation spatiale aux fibres du modèle, afin de mimer la mésostructure des matériaux. Ce modèle 1D permet de déterminer les statistiques de la propagation de fissure en jouant sur deux paramètres : la taille de la mésostructure et la taille du gradient du champ de déformation. Sans mésostructure (le modèle ZIP original), on comptait deux régimes dans la distribution

d'avalanches. L'introduction de la mésostructure a fait apparaître un nouveau régime (régime de transition). Ce résultat montre que la présence de la mésostructure modifie les statistiques de l'endommagement sur certaines échelles. Néanmoins, le régime de transition n'est pas présent dans deux cas : lorsque les tailles d'hétérogénéités tendent vers 0 et lorsque la taille des hétérogénéités est plus grande que la taille du gradient du champ de déformation. Le premier cas correspond à la situation particulière d'un matériau ne possédant pas de mésostructure. Dans le second cas, on retrouve les résultats trouvés dans le chapitre 3 car les tailles d'hétérogénéités sont tellement grandes par rapport à la FPZ que la fissuration ne se développe que dans un seul milieu à la fois. En 1D, la fissure est obligée de traverser les hétérogénéités tandis qu'en réalité, la fissure a la possibilité de contourner les zones fortes. Entre ces deux situations extrêmes, la fissuration peut « voir » les hétérogénéités et s'en retrouve perturbée (Figure conclusion-c).

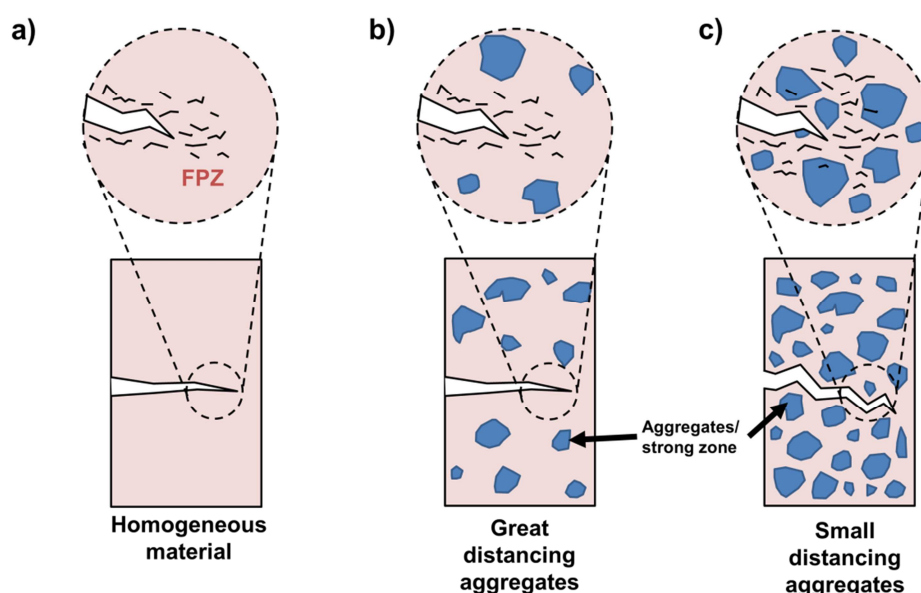


Figure conclusion : (a) matériau considéré homogène (sans mésostructure). (b, c) Matériaux avec mésostructure où la distance des agrégats est supérieure (b) et inférieure (c) à la largeur de la FPZ.

Perspectives

Les résultats de ce travail de thèse ouvrent un certain nombre de perspectives :

- **Sur l'étude des propriétés structurales et mécaniques du papier à l'échelle locale :**
L'analyse multi-échelles réalisée dans le chapitre 2 a montré que les longues fibres étaient davantage orientées dans un floc que dans un antifloc. Au-delà du fait qu'il est nécessaire de confirmer ces résultats sur un nombre plus important d'échantillons, il serait intéressant de comprendre les mécanismes de formation des flocs et des antiflocs à l'échelle de la fibre.

Comment les fibres s'enchevêtrent-elles dans la suspension lors de la floculation ? De quelle manière les agrégats se déposent-ils sur la grille au fond de la colonne d'eau pour former la feuille de papier ? Ces questions restent pour le moment sans réponse. Néanmoins, les progrès récents dans la modélisation numérique multi-physique pourront être une voie de développement afin de répondre à ses questions.

- **Relations entre module d'Young « réel » mésoscopique et macroscopique :** Dans cette thèse, le module d'Young des floccs et des antifloccs a été calculé de manière apparente, en considérant une épaisseur constante et commune entre les floccs et les antifloccs. Pourtant, les floccs et les antifloccs n'ont pas la même épaisseur. Ce n'était pas problématique dans ce travail dans la mesure où le modèle numérique était en 2D (donc à épaisseur constante). En revanche, pour des modèles numériques plus complexes, l'obtention du module d'Young réel des floccs et des antifloccs reste incontournable. Cet enjeu remet également en cause une hypothèse qui a été faite implicitement lors de l'obtention du module d'Young : Les échantillons de floccs et d'antifloccs, qui ont été testés, ont des dimensions caractéristiques d'environ **8 mm**. Or cette longueur est de l'ordre de grandeur de la longueur des fibres (ici en moyenne de **1,35 mm**). A de telles tailles d'échantillons, rien ne garantit que le module d'Young soit bien défini.

- **Développer un modèle continu de papier plus réaliste :** La modélisation numérique réalisée dans le chapitre 3 faisait intervenir un modèle élasto-endommageable. Cette modélisation a l'avantage d'être simple mais ne prend pas en compte les déformations plastiques et les effets viscoélastiques jouant pourtant un rôle important dans le comportement du papier. Il paraît donc intéressant de développer un modèle de papier prenant en compte ces comportements.

- **Sur la visualisation de la zone d'endommagement :** La visualisation de la FPZ active a été obtenue sur un échantillon sans mésostructure. L'interaction avec la mésostructure a été quant à elle réalisée par simulation numérique. Il faudrait donc pouvoir observer le développement de l'endommagement sur un papier possédant une mésostructure. Pour que la fissure se propage dans suffisamment de floccs, les échantillons doivent avoir une taille suffisante, ce qui peut provoquer de ruptures dynamiques dues aux effets d'échelles. En ce sens, nous avons proposé de piloter les essais en ouverture de fissure. Les premiers tests sont concluants et il paraît alors possible de développer un dispositif qui :
 - Pilote l'essai en ouverture de fissure
 - Enregistre la courbe de traction afin d'étudier la distribution de chutes de contraintes
 - Synchronise la machine de traction avec une acquisition des images de la mésostructure afin d'en tirer les caractéristiques géométriques de la zone d'endommagement au cours de l'essai.

- Un tel dispositif permettrait de visualiser le développement de la zone d'endommagement, de relier son développement (aire, largeur) à des informations contenues dans les courbes de traction (chutes de contraintes) et ainsi identifier la « signature » de la zone d'endommagement sur une simple courbe de traction.

- **Trouver la distance limite entre les zones fortes en-dessous de laquelle la taille de la FPZ n'est plus déterminée uniquement par la taille des microstructures :** Par les observations expérimentales et numériques, la taille de FPZ semble influencée par la mésostructure uniquement lorsque la distance entre les zones fortes est suffisamment petite. L'objectif est donc maintenant de déterminer la distance limite en dessous de laquelle la taille de la FPZ n'est plus déterminée uniquement par la microstructure mais interagit avec les éléments de la mésostructure.

- **Généralisation des résultats à d'autres matériaux et à d'autres types de chargements :** Vérifier si l'analyse statistique des courbes de traction est applicable sur d'autres matériaux et pour d'autres formes de champs de contrainte afin de tendre vers des relations universelles. Notamment pour le béton, il serait intéressant de vérifier que l'on retrouve les valeurs de la longueur interne l_c telle que calée par analyse inverse.

Annexes

1. Annexe 1 : Distribution de chutes de contraintes des séries 1 et 2

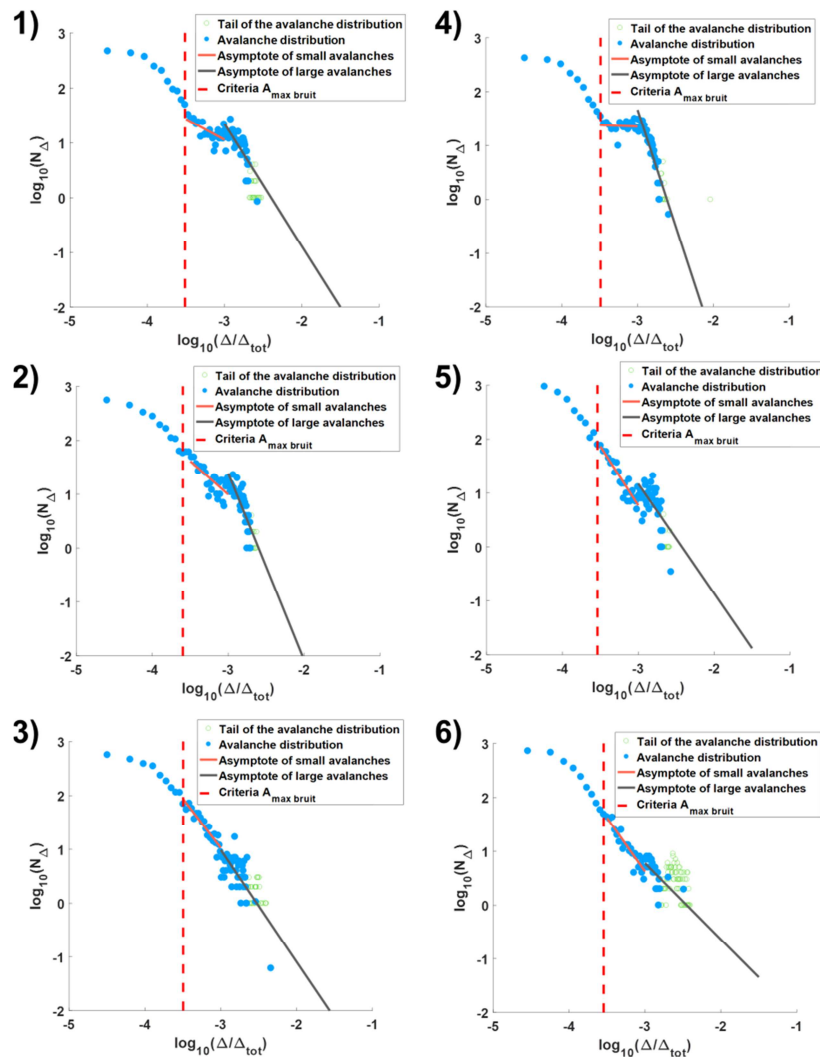


Figure An - 1 : Distributions du nombre N_{Δ/σ_0} de chutes de contraintes en fonction de leur taille Δ/σ_0 pour les 6 échantillons de la série 1 (sans entaille). Le critère $A_{max\ bruit}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est donc moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes *I* et *II*).

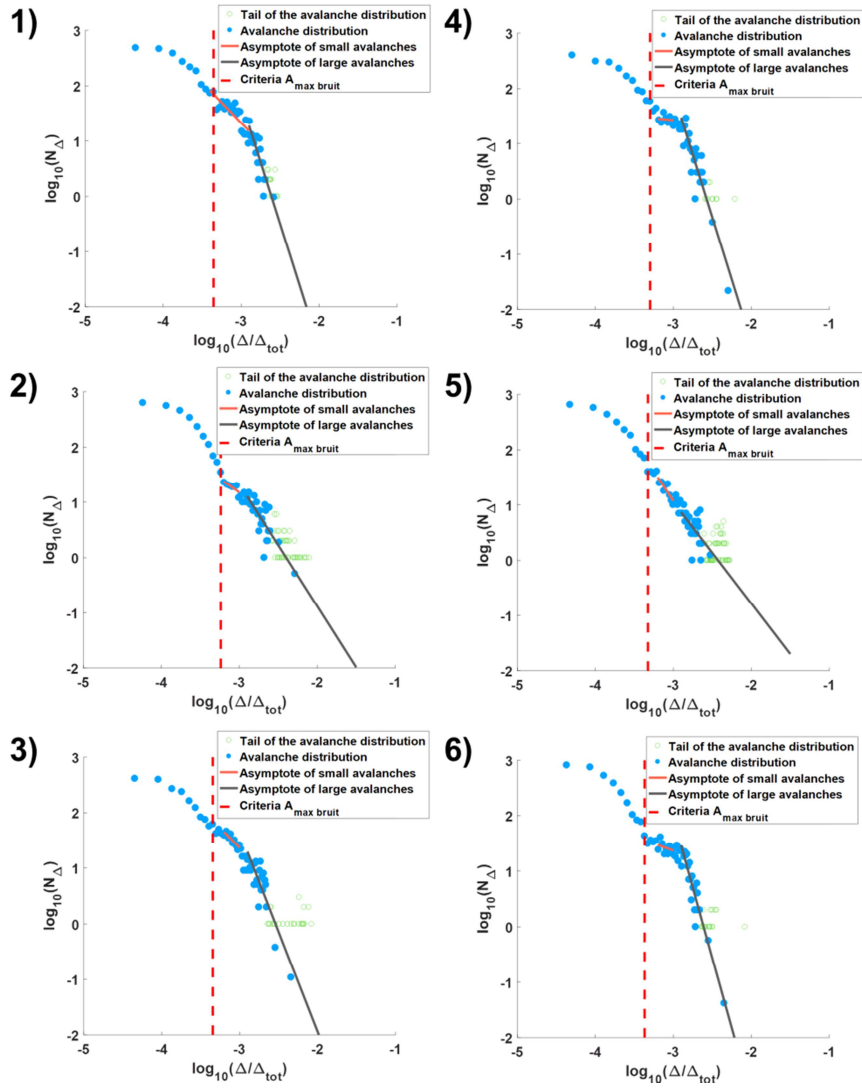


Figure An - 2 : Distributions du nombre $N_{\Delta\sigma/\sigma_0}$ de chutes de contraintes en fonction de leur taille $\Delta\sigma/\sigma_0$ pour les 6 échantillons de la série 2 (avec entaille). Le critère $A_{max\ bruit}$ sur le bruit du capteur a été ajouté. Pour les plus grandes chutes de contraintes (queue de distribution), leur nombre est donc moyenné sur des classes plus larges. Les distributions de chutes de contraintes admettent des lois puissances (régimes I et II).

2. Annexe 2 : Etude de convergence numérique des statistiques d'avalanches

- Convergence numérique de la décomposition de Karhunen-Loève

L'étude de convergence a été réalisée pour les paramètres $N = 5 \times 10^5$, $\xi = 10\ 000$ et $b = 10$ en déterminant les résidus $Res_M(\Delta)$ sur l'ensemble de la distribution d'avalanches pour différents nombres de termes M dans la décomposition de Karhunen-Loève (Figure An-3).

Le résidu $Res_M(\Delta)$ de la distribution d'avalanches est défini comme :

$$Res_M(\Delta) = |Y_{M'}(\Delta) - Y_M(\Delta)| \quad (An.1)$$

Avec $Y_M(\Delta)$ et $Y_{M'}(\Delta)$ les distributions d'avalanches calculées pour des nombres de termes M et $M' = 10 \times M$.

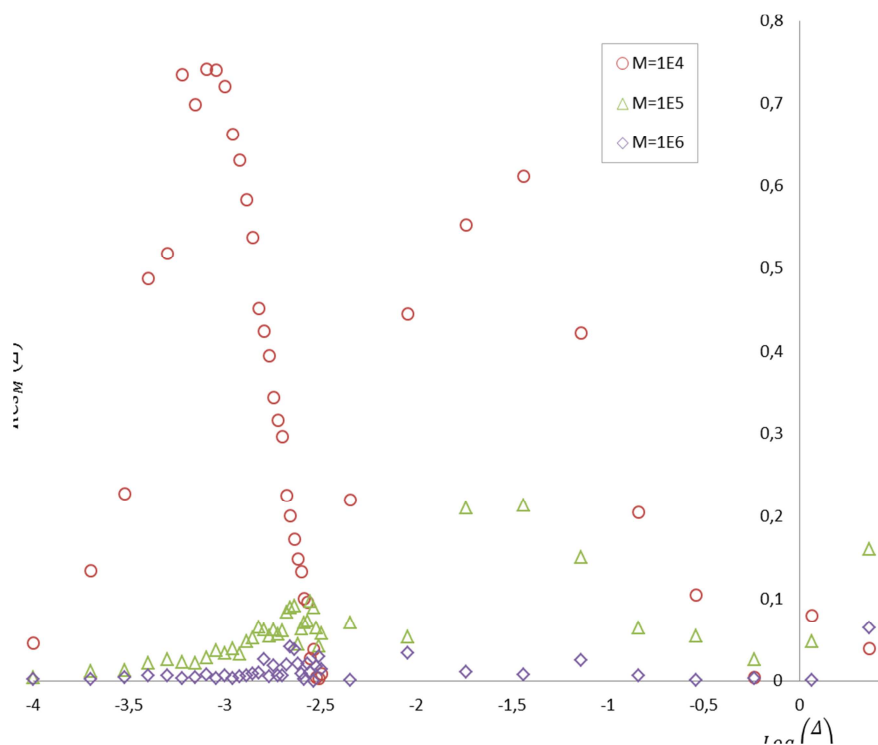


Figure An - 3 : Résidu $Res_M(\Delta)$ pour la distribution d'avalanches avec $N = 5 \times 10^5$, $\xi = 10000$ et $b = 10$ tracée pour différents nombres de termes M dans la décomposition de Karhunen-Loève.

Sur la Figure An-3, le résidu de la distribution d'avalanches est tracé pour différentes valeurs de M . Avec $M = 10^6$ le résidu est en dessous de 0,1 pour toutes les tailles d'avalanches Δ calculées. Nous considérons ainsi que la simulation est convergée selon le nombre de termes pour $M = 10^6$.

Le nombre de termes peut paraître très grand, mais étant donné que la taille d'autocorrélation b ($= 10$) est très petite devant le nombre total de fibres N ($= 5 \times 10^5$) et que la décomposition de KL est une décomposition spectrale en différents modes, on doit faire la décomposition en prenant les modes allant jusqu'à une longueur d'onde de la taille de b pour prendre en compte l'effet de la corrélation spatiale des fibres.

- Influence du nombre N de fibres

L'étude de convergence a été également réalisée sur le nombre total de fibres N en prenant les paramètres $\xi = 10\,000$, $b = 10$ afin de déterminer les résidus $Res_N(\Delta)$ sur l'ensemble de la distribution d'avalanches (Figure An-4).

Le résidu $Res_N(\Delta)$ de la distribution d'avalanches est défini comme :

$$Res_N(\Delta) = |Y_{N'}(\Delta) - Y_N(\Delta)| \quad (An.2)$$

Avec $Y_N(\Delta)$ et $Y_{N'}(\Delta)$ les distributions d'avalanches calculées pour des nombres de fibres $N = 5 \times 10^5$ et $N' = 5 \times 10^6$.

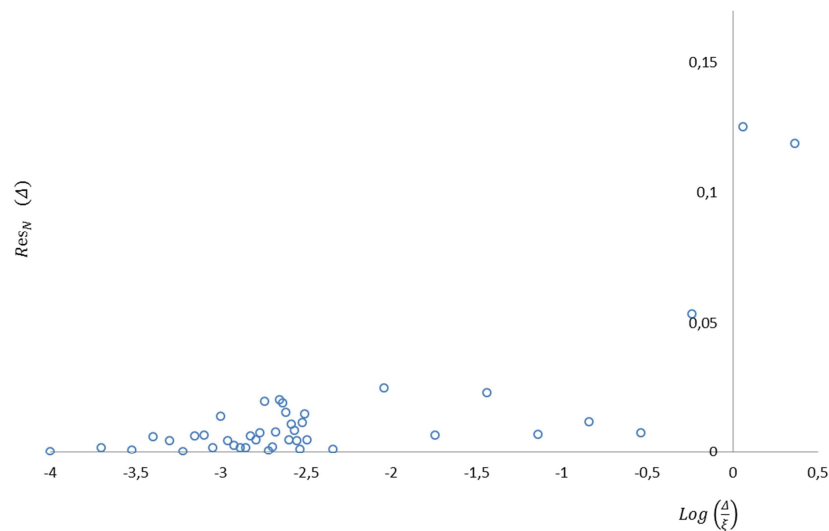


Figure An - 4 : Résidu $Res_N(\Delta)$ pour la distribution d'avalanches avec $N = 5 \times 10^5$, $\xi = 10000$ et $b = 10$.

Sur la Figure An-4 est tracé le résidu $Res_N(\Delta)$ de la distribution d'avalanches pour $N = 5 \times 10^5$. Le résidu est en dessous de 0,1 pour toutes les tailles d'avalanches à par les deux plus grandes. On considèrera que la convergence selon le nombre total de fibres est atteint pour $N = 5 \times 10^5$.

En conclusion, d'après l'étude de convergence, les paramètres $N = 5 \times 10^5$ et $M = 10^6$ permettent une convergence jusqu'à la première décimale des valeurs de la distribution d'avalanches.

Nomenclature

a [mm] : Longueur de l'entaille

$A_{max\ bruit} = \left(\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0}\right)_{lim}$: chute de contrainte maximale provoquée par le bruit du capteur

A_{tra} , B_{tra} et ϵ_{d0} : Paramètres de la loi d'endommagement de Mazars

A_b : Absorption du filtre

b [mm] : Longueur d'autocorrélation du modèle de corrélation

$d(t)$ [mm] : Distance entre les points de contrôle pour l'extensomètre optique

D : Variable d'endommagement

E [GPa] : Module d'Young

e [μm] : Épaisseur de l'échantillon considéré

FPZ : Fracture Process Zone *i.e.* Zone d'endommagement

FBM : Fiber Bundle Model

h [mm] : Longueur de l'échantillon

h_p [mm] : Portée pratique du modèle

l [μm] : Largeur de la section étudiée dans le plan de l'échantillon

l_{FPZ} [mm] : Largeur limite de la FPZ active

l_{corr} [mm] : Longueur de corrélation spatiale du champ aléatoire

l_f [mm] : Longueur moyenne des fibres du papier

L : Longueur de l'élément structurant du filtre

M : nombre de termes dans la décomposition de Karhunen-Loève

N : Nombre de fibres dans le modèle ZIP

R [voxels] : Rayon de la rolling ball

O_r : Orthotropie

O_{rmax} : Orthotropie maximale

$u(t)$: déplacement du coin dans le modèle ZIP

w [mm] : Largeur de l'échantillon

w_f [MPa] : Energie volumique de fissuration

w_p [MPa] : Energie volumique de dissipations plastiques

$Z = (Z(\mathbf{x}))_{\mathbf{x} \in D}$: Champ aléatoire

Δ : Taille d'une avalanche (en nombre de fibres rompues)

$\Delta\Sigma$ [MPa] : Energie volumique libérée entre deux points de mesure de la courbe de traction

$\Delta\sigma$ [MPa] : Chute de contrainte entre deux points de mesure de la courbe de traction.

Δz [μm] : Taille d'un voxel

ϵ : Déformation

ϵ_e : Déformation élastique

ϵ_p : Déformation plastique

φ_s [mm^{-2}] : Energie surfacique libérée dans la FPZ active

φ_v [mm^{-3}] : Energie volumique libérée dans la FPZ active

$\gamma(h)$: Variogramme théorique

$\hat{\gamma}(h)$: Variogramme expérimental

γ_{norm} : Variogramme normalisé

μ : Moyenne de la quantité d'intérêt

σ : Ecart-type de la quantité d'intérêt

σ_0 [MPa] : Résistance à la traction

θ [$^\circ$] : angle de l'élément structurant du filtre

θ_{max} [$^\circ$] : Angle du maximum d'orthotropie

ξ : taille caractéristique du gradient du champ de déformation

Bibliographie

- Alam SY, Saliba J, Loukili A (2014) Fracture examination in concrete through combined digital image correlation and acoustic emission techniques. *Constr Build Mater* 69:232–242. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.044
- Alava MJ, Nukala PKV V, Zapperi S (2006) Statistical Models of Fracture. *Adv Phys* 55:349–476
- Barenblatt G. (1962) The mathematical theory of equilibrium cracks formed in brittle fracture. *Adv Appl Mech* 7:55–125
- Barés J (2013) Failure of brittle heterogeneous materials Intermittency, Crackling and Seismicity. Thèse de Doctorat : Ecole Polytechnique de Paris
- Barés J, Hattali ML, Dalmas D, Bonamy D (2014) Fluctuations of global energy release and crackling in nominally brittle heterogeneous fracture. *Phys Rev Lett* 113:1–5. doi: 10.1103/PhysRevLett.113.264301
- Baxevanis T, Dufour F, Pijaudier-Cabot G (2006) Interface crack propagation in porous and time-dependent materials analyzed with discrete models. *Int J Fract* 141:561–571. doi: 10.1007/s10704-006-9013-x
- Bažant ZP (1994) Nonlocal damage theory based on micromechanics of crack interactions. *J Eng Mech* 120:593–617
- Bažant ZP (1984) Size effect in blunt fracture: concrete, rock, metal. *J Eng Mech* 110:518–535
- Bažant ZP (1991) Why continuum damage is nonlocal: micromechanics arguments. *J Eng Mech* 117:1070–1087
- Bažant ZP, Pijaudier-Cabot G (1988) Nonlocal continuum damage, localization instability and convergence. *J Appl Mech* 55:287–290
- Bažant ZP, Pijaudier-Cabot G (1989) Measurement of characteristic length of nonlocal continuum. *J Eng Mech* 115:755–767
- Bažant ZP, Planas J (1998) Fracture and size effect in concrete and other quasibrittle materials. CRC Press
- Berg J-E, Gradin PA (1999) A Micromechanical Model of the Deterioration of a Wood Fibre. *J Pulp Pap Sci* 25:66–71
- Bloch J-F, Engin M, Sampson WW (2019) Grammage dependence of paper thickness. *Appita J* 72:29–39
- Coffin DW, Li K, Li J (2013) Utilization of modified linear elastic fracture mechanics to characterize the fracture resistance of paper. *Fundam Res Symp* 15th:637–672

- Corte H, Kallmes OJ (1962) Formation and Structure of Paper, *Mech. Eng.*
- Cresson T, Tomimasu H, Luner P (1990a) Characterization of paper formation, part 2. *TAPPI* 73:175–185
- Cresson T, Tomimasu H, Luner P (1990b) Characterization of paper formation, part 1. *TAPPI* 73:153–159
- Crisfield MA (1982) Local instabilities in the non-linear analysis of reinforced concrete beams and slabs. *Proc Instn Civ Engrs* 73:135–145
- Daniels HE (1945) The statistical theory of the strength of bundles of threads. *Proc, R Soc A* 183:405–435
- Davidson J, Stanchits S, Dresen G (2007) Scaling and universality in rock fracture. *Phys Rev Lett* 98:0–3. doi: 10.1103/PhysRevLett.98.125502
- De Borst R (1987) Computation of post-bifurcation and post-failure behavior of strain-softening solids. *Comput Struct* 25:211–224
- De Borst R, Mühlhaus H-B (1992) Gradient-dependent plasticity: Formulation and algorithmic aspects. *Int J Numer Methods Eng* 35:521–539
- De Groot PJ, Wijnen AM, Janssen RBF (1995) Real-time frequency determination of acoustic emission for different fracture mechanisms in carbon/epoxy composites. *Compos Sci Technol* 55:405–412
- Delaplace A, Roux S, Pijaudier-Cabot G (2001) Avalanche Statistics of Interface Crack Propagation in Fiber Bundle Model: Characterization of Cohesive Crack. *J Eng Mech* 9399:646–652. doi: 10.1061/(ASCE)0733-9399(2001)127
- Deng M, Dodson CTJ (1994) Random star patterns and paper formation. *TAPPI* 77:195–199
- Deschanel S, Vanel L, Godin N, et al (2009) Experimental study of crackling noise: Conditions on power law scaling correlated with fracture precursors. *J Stat Mech Theory Exp* 0–13. doi: 10.1088/1742-5468/2009/01/P01018
- Desmorat R, Gatingt F (2007) Introduction of an internal time in nonlocal integral theories. *Intern Rep LMT-Cachan*. doi: 10.1201/b10546-15
- Desmorat R, Gatingt F, Ragueneau F (2007) Nonlocal anisotropic damage model and related computational aspects for quasi-brittle materials. *Eng Fract Mech* 74:1539–1560. doi: 10.1016/j.engfracmech.2006.09.012
- Diodati P, Marchesoni F, Piazza S (1991) Acoustic emission from volcanic rocks: An example of self-organized criticality. *Phys Rev Lett* 67:2239–2243. doi: 10.1103/PhysRevLett.67.2239
- Dodson CT. (1971) Spatial variability and the theory of sampling in random fibrous networks. *J Roy Stat Soc* 33:88–94

- Dodson CTJ, Sampson WW (1996) The effect of paper formation and grammage on its pore size distribution. *J Pulp Pap Sci* 22:J165–J169
- Dufour F (2017) Advanced concrete mechanics course. Master 2 Geomechanics civil engineering and risk
- Dufour F, Pijaudier-Cabot G, Choinska M, Huerta A (2008) Extraction of a crack opening from a continuous approach using regularized damage models. *Comput Concr* 5:375–388. doi: 10.12989/cac.2008.5.4.375
- Eringen AC, Speziale CG, Kim BS (1977) Crack-tip problem in non-local elasticity. *J Mech Phys Solids* 25:339–355. doi: 10.1016/0022-5096(77)90002-3
- Farnood RR, Dodson CTJ, Loewen SR (1995) Modeling flocculation, part I, random disk model. *J Pulp Pap Sci* 21:348–355
- Fortin J, Stanchits S, Dresen G, Gueguen Y (2009) Acoustic emissions monitoring during inelastic deformation of porous sandstone: Comparison of three modes of deformation. *Pure Appl Geophys* 166:823–841. doi: 10.1007/s00024-009-0479-0
- Garcimartín A, Guarino A, Bellon L, et al (1997) Statistical Properties of Fracture Precursors. *Biophys Rev Lett* 79:1–4
- Ghanem RG, Spanos PD (1991) *Stochastic Finite Elements: A Spectral Approach*
- Giry C, Dufour F, Mazars J (2011) Stress-based nonlocal damage model. *Int J Solids Struct* 48:3431–3443. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2011.08.012
- Grasso J-R, Sornette D (1998) Testing self-organized criticality by induced seismicity. *J Geophys Res Solid Earth* 103:29965–29987. doi: 10.1029/97jb01344
- Grégoire D, Verdon L, Lefort V, et al (2015) Mesoscale analysis of failure in quasi-brittle materials: comparison between lattice model and acoustic emission data. *Int J Numer Anal Methods Geomech* 39:1639–1664. doi: 10.1016/j.solener.2019.02.027
- Griffith AA (1920) The phenomena of rapture and flow in solids. *Philos Trans R Soc London* 221:163–198
- Grosse CU, Ohtsu M (2008) *Acoustic emission testing: Basics for Research-Applications in Civil Engineering*
- Guarino A, Ciliberto S, Garcimartín A, et al (2002) Failure time and critical behaviour of fracture precursors in heterogeneous materials. *Eur Phys J B* 26:141–151. doi: 10.1007/s10051-002-8953-9
- Guarino A, Garcimartín A, Ciliberto S (1998) An experimental test of the critical behaviour of fracture precursors. *Eur Phys J B* 6:13–24. doi: 10.1007/s100510050521
- Gustafsson P-J, Niskanen K (2012) Paper as an engineering material. In: Niskanen K (ed) *Mechanics of paper products*. pp 5–26

- Gutenberg B, Richter CF (1944) Frequency of earthquakes in California. *Bull Seismol Soc Am* 34:184–188. doi: 10.1038/156371a0
- Hägglund R, Isaksson P (2006) Analysis of localized failure in low-basis-weight paper. *Int J Solids Struct* 43:5581–5592. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2005.08.016
- Hagman A (2016) Influence of inhomogeneities on the tensile and compressive mechanical properties of paperboard. Thèse de Doctorat : KTH School of Engineering Sciences
- Hansen A, Hemmer PC (1994) Criticality in fracture: The burst distribution. *Theor Phys Semin Trondheim*
- Hemmer PC, Hansen A (1992) The Distribution of Simultaneous Fiber Failures in Fiber Bundles. *J Appl Mech* 59:909. doi: 10.1115/1.2894060
- Hillerborg A, Modéer M, Petersson P (1976) Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. *Cem Concr Res* 6:773–782. doi: 10.1016/0008-8846(76)90007-7
- Hoffman P, Jones M. (1989) Structure and Degradation Process for Waterlogged Archaeological Wood, In S. E. M
- Irwin G. (1957) Analysis of stresses and strains near the end of a crack transversing a plate. *Trans ASME, Ser E, J Appl Mech* 24:361–364
- Isaksson P, Dumont PJJ (2014) Approximation of mode I crack-tip displacement fields by a gradient enhanced elasticity theory. *Eng Fract Mech* 117:1–11. doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.01.001
- Isaksson P, Hägglund R (2012) Acoustic emission assisted fracture zone analysis of cellulose fibre materials. *J Compos Mater* 47:2865–2874. doi: 10.1177/0021998312459781
- Isaksson P, Hägglund R (2009) Structural effects on deformation and fracture of random fiber networks and consequences on continuum models. *Int J Solids Struct* 46:2320–2329. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2009.01.027
- Isaksson P, Hägglund R, Gradin P (2004) Continuum damage mechanics applied to paper. *Int J Solids Struct* 41:4731–4755. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2004.02.043
- Jason L (2004) Relation endommagement perméabilité pour les bétons : Application aux calculs de structures. Thèse de Doctorat : Université de Nantes
- Jeulin D (2000) Random texture models for material structures. *Stat Comput* 10:121–132. doi: 10.1023/A:1008942325749
- Kallmes OJ, Ayer JA (1987) Light scanning system provides qualitative formation measurement. *Pulp Pap* 61:99–105
- Kettunen H, Niskanen K (2000) Microscopic damage in paper. Part I: Method of Analysis. *TAPPI* 83:1–8

- Koivisto J, Rosti J, Alava M (2007) Creep of a fracture line in paper peeling. *Phys Rev Lett* 99:1–6. doi: 10.1103/PhysRevLett.99.145504
- Komppa A (1988) Measurement of formation. *Pap Timber* 70:273–250
- Kong YL, Muniandy S V., Sulaiman K, Fakir MS (2017) Random fractal surface analysis of disordered organic thin films. *Thin Solid Films* 623:147–156. doi: 10.1016/j.tsf.2017.01.007
- Krasnoshlyk V, Rolland du Roscoat S, Dumont PJJ, et al (2018a) Three-dimensional visualization and quantification of the fracture mechanisms in sparse fibre networks using multiscale X-ray microtomography. *R Soc.* doi: 10.1098/rspa.2018.0175
- Krasnoshlyk V, Rolland du Roscoat S, Dumont PJJ, Isaksson P (2018b) Influence of the local mass density variation on the fracture behavior of fiber network materials. *Int J Solids Struct* 138:236–244. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2018.01.016
- Krayani A, Pijaudier-Cabot G, Dufour F (2009) Boundary effect on weight function in nonlocal damage model. *Eng Fract Mech* 76:2217–2231. doi: 10.1016/j.engfracmech.2009.07.007
- Kun F, Nagy S (2008) Damage process of a fiber bundle with a strain gradient. *Phys Rev E - Stat Nonlinear, Soft Matter Phys* 77:. doi: 10.1103/PhysRevE.77.016608
- La Borderie C, Lawrence C, Menou A (2007) Approche mésoscopique du comportement du béton. *Rev Eur Génie Civ* 11:407–421. doi: 10.1080/17747120.2007.9692936
- Landis EN (1999) Micro-macro fracture relationships and acoustic emissions in concrete. *Constr Build Mater* 13:65–72. doi: 10.1016/S0950-0618(99)00009-4
- Landis EN, Whittaker DB (2000) Acoustic emissions and the fracture energy of wood. *Proc Sess Eng Mech 2000 - Cond Monit Mater Struct* 302:21–29. doi: 10.1061/40495(302)2
- Le Bellégo C, Dubé J, Pijaudier-cabot G, et al (2003) Calibration of nonlocal damage model from size effect tests. *Eur J Mech* 22:33–46
- Lemaitre J (1971) Evaluation of dissipation and damage in metals submitted to dynamic loading
- Lockner D (1993) The role of acoustic emission in the study of rock fracture. *Int J Rock Mech Min Sci* 30:883–899. doi: 10.1016/0148-9062(93)90041-B
- Lockner D, Byerlee JD, Kuksenko V, et al (1991) Quasi-static fault growth and shear fracture energy in granite. *Nature* 350:39–42
- Loève M (1977) *Probability Theory*. Springer-Verlag
- Marcotte D (2009) *Géostatistique et Géologie minière*, Ecole Poly
- Marulier C (2015) Etudes multi-échelles des couplages entre les propriétés hygroélastiques des papiers et leur microstructure. Thèse de Doctorat : Université Grenoble Alpes
- Marulier C, Dumont PJJ, Orgéas L, et al (2016) 3D analysis of paper microstructures at the scale of fibres and bonds. *Cellulose* 22:1517–1539. doi: 10.1007/s10570-015-0610-6

- Massey FJ (1951) The Kolmogorov-Smirnov Test for Goodness of Fit. *J Am Stat Assoc* 46:68–78. doi: 10.1080/01621459.1951.10500769
- Matheron G (1965) *Variables régionalisées et leur estimation*. Masson
- Matheron G (1973) The intrinsic random functions and their applications. *Appl Probab Trust* 5:439–468
- Mazars J (1986) A description of micro- and macroscale damage of concrete structures. *Eng Fract Mech* 25:729–737. doi: 10.1016/0013-7944(86)90036-6
- Moffat J, Beath L, Mihelich W (1973) Major factors governing newsprint strength. In: *Transactions of the 5th Fundamental Research Symposium*. pp 118–150
- Moral A, Monte MC, Cabeza E, Blanco A (2010) Morphological characterization of pulps to control paper properties. *Cellul Chem Technol* 44:473–480
- Mühlhaus H-B, Aifantis EC (1991) A variational principle for gradient plasticity. *Int J Solids Struct* 28:845–857. doi: 10.1016/0020-7683(91)90004-Y
- Niskanen K, Karenlampi P (1998) In-plane tensile properties (in *Paper Physics, Papermaking*)
- Niskanen K, Kettunen H, Yu Y (2001) Damage width: a measure of the size of fracture process zone. *Sci Papermak 12th Fundam Res Symp* 2:1467–1482
- Norman B, Wahren D (1972) A comprehensive method for the description of mass distribution in sheets and flocculation and turbulence in suspensions. *Sven PAPPERSTIDNG* 75:807–818
- Obert L (1941) Use of subaudible noises for prediction of rock bursts. US Dept. of the Interior, Bureau of Mines
- Ohtsu M (1996) The history and development of acoustic emission in concrete engineering. *Mag Concr Res* 48:321–330
- Ohtsu M (1987) Acoustic emission characteristics in concrete and diagnostic applications. *J Acoust Emiss* 6:99–108
- Otsuka K, Date H, Kurita T (1998) Fracture process zone in concrete tension specimen by X-Ray and AE techniques. *Fract Mech Concr Struct* 1:3–16
- Page DH (1989) The beating of chemical pulps: The action and the effects. *Trans 9th Fundam Res Symp* 1–39
- Peerlings RHJ, De Borst R, Brekelmans WAM, De Vree JHP (1996) Gradient enhanced damage for quasi-brittle materials. *Int J Numer Methods Eng* 39:3391–3403. doi: 10.1002/(SICI)1097-0207(19961015)39:19<3391::AID-NME7>3.0.CO;2-D
- Peerlings RHJ, Geers MGD, De Borst R, Brekelmans WAM (2001) A critical comparison of nonlocal and gradient-enhanced softening continua. *Int J Solids Struct* 38:7723–7746. doi: 10.1016/S0020-7683(01)00087-7

- Peirce FT (1926) 32—X.—Tensile Tests for Cotton Yarns v.—“The Weakest Link” Theorems on the Strength of Long and of Composite Specimens. *J Text Inst Trans* 17:T355–T368. doi: 10.1080/19447027.1926.10599953
- Petri A, Paparo G, Vespignani A, et al (1994) Experimental evidence for critical dynamics in microfracturing processes. *Phys Rev Lett* 73:3423–3426. doi: 10.1103/PhysRevLett.73.3423
- Pijaudier-Cabot G, Bažant ZP (1987) Non local Damage Theory. *J Eng Mech* 113:1512–1533. doi: [http://dx.doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(1987\)113:10\(1512\)](http://dx.doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(1987)113:10(1512))
- Pijaudier-Cabot G, Haidar K, Dubé J, et al (2004) Nonlocal Damage Model with Evolving Internal Length. *Int J Numer Anal Methods Geomech Wiley*, 2004, *Comput Mech Concr Concr Struct* 28:633–652
- Pijaudier-Cabot G, Mazars J, Pulikowski J (1991) Steel-concrete bond analysis with nonlocal continuous damage. *J Struct Eng* 117:862–882. doi: 10.1061/(ASCE)0733-9445(1991)117:3(862)
- Pradhan S, Hansen A, Chakrabarti BK (2010) Failure processes in elastic fiber bundles. *Rev Mod Phys* 82:499–555. doi: 10.1103/RevModPhys.82.499
- Pradhan S, Hansen A, Hemmer PC (2005) Crossover behavior in burst avalanches: Signature of imminent failure. *Phys Rev Lett* 95:125501. doi: 10.1103/PhysRevLett.95.125501
- Retulainen E, Niskanen K, Nilsen N (1998) Fibers and Bonds. In: Niskanen K (ed) *Papermaking science and technology: Book 16: Paper Physics*. Finnish Paper Engineers’ Association, pp 54–87
- Rolland du Roscoat S, Decain M, Thibault X, et al (2007) Estimation of microstructural properties from synchrotron X-ray microtomography and determination of the REV in paper materials. *Acta Mater* 55:2841–2850. doi: 10.1016/j.actamat.2006.11.050
- Rosti J, Koivisto J, Alava MJ (2010) Statistics of acoustic emission in paper fracture: Precursors and criticality. *J Stat Mech Theory Exp* 2010:P02016. doi: 10.1088/1742-5468/2010/02/P02016
- Ruesch H (1959) Physical problems in the testing of concrete. *Zement Kalk-Gips* 12:1–9
- Salminen LI, Tolvanen AI, Alava M (2002) Acoustic Emission from Paper Fracture. *Phys Rev Lett* 89:185503. doi: 10.1103/PhysRevLett.89.185503
- Sampson WW (2001) The structural characterization of fibre networks in papermaking processes - The Science of Papermaking, Transactions of the XIIth Fundamental Research Symposium Baker CF. pp 1205–1288
- Sara H (1978) The characterization and measurement of paper formation with standard deviation and power spectrum. Thèse de Doctorat : Université d’Helsinki
- Seth RS (1995) Measurement of in plane fracture toughness of paper. *TAPPI* 78:177–183
- Seth RS, Page DH (1974) Fracture resistance of paper. *J Mater Sci* 9:1745–1753. doi: 10.1007/BF00541741

- Simone A, Askes H, Sluys LJ (2004) Incorrect initiation and propagation of failure in non-local and gradient-enhanced media. *Int J Solids Struct* 41:351–363. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2003.09.020
- Sternberg SR (1983) Biomedical image processing. *IEEE Comput* 16:22–34. doi: 10.4018/jhisi.2012010105
- Sudret B, Der Kiureghian A (2000) Stochastic Finite Element Methods and Reliability: A State-of-the-Art Report
- Svensson S, Aronsson M (2003) Using distance transform based algorithms for extracting measures of the fiber network in volume images of paper. *IEEE Trans Syst Man, Cybern Part B Cybern* 33:562–571. doi: 10.1109/TSMCB.2003.814296
- Tryding J (1996) In-plane fracture of paper. Thèse de Doctorat : Université de Lund
- Underwood E (1969) Quantitative stereology
- Voight B (1988) A method for prediction of volcanic eruptions. *Nature* 332:125–130
- Wong (1996) Effect of formation on local strain fields and fracture of paper. *J pulp Pap Sci* 22:213–219
- Zang A, Wagner FC, Stanchits S, et al (1998) Source analysis of acoustic emissions in Aue granite cores under symmetric and asymmetric compressive loads. *Geophys J Int* 135:1113–1130. doi: 10.1046/j.1365-246X.1998.00706.x
- Zietlow WK, Labuz JF (1998) Measurement of the intrinsic process zone in rock using acoustic emission. *Int J Rock Mech Min Sci* 35:291–299. doi: 10.1016/S0148-9062(97)00323-9

Quelques musiques écoutées durant la rédaction de ce manuscrit

- Belfast, *Brian Finnegan*
- The crystal star/Foxe's Rock, *Flook*
- Randolph's leap, *Calum Stewart*
- Is het neg ver, *Naragonia*
- Morning Nightcap, *Lùnasa*
- Water, *Taimane*
- A mess like this, *The Dø*
- Infinitives voiles, *Hubert-Félix Thiéfaine*
- La groupie du pianiste, *Michel Berger*
- L'autre paradis, *M*
- Indiamore, *Chassol*
- Music for 18 musicians, *Steve Reich*
- Pavane pour une infante défunte, *Ravel* (Loreto Aramendi)
- Prélude et fugue sur le nom de Alain, *Duruflé* (Vincent Warnier)
- Œuvres pour orgue de *Bach, Franck,...* (Benjamin Righetti – Flowers of degrowth)
- Gloria RV 589, *Vivaldi* (Rinaldo Alessandrini – Concerto Italiano)
- Concerto pour piano en La, *Schumann* (Martha Argerich – Ricardo Chailly)
- Symphonie n°11, *Philip Glass* (Dennis Russell Davies – Bruckner Orchester Linz)
- ...

« C'est à l'âme que la musique doit parler »

Jean-Philippe Rameau

Février 2021

