



Endommagement en fatigue des élastomères

Jean-Benoit Le Cam

► To cite this version:

Jean-Benoit Le Cam. Endommagement en fatigue des élastomères. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Centrale de Nantes (ECN); Université de Nantes, 2005. Français. NNT: . tel-01448458

HAL Id: tel-01448458

<https://univ-rennes.hal.science/tel-01448458>

Submitted on 27 Jan 2017

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.

Mémoire de thèse

Endommagement en fatigue des élastomères

Jean-Benoît LE CAM

Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique

Mémoire provisoire
Soutenance prévue le 7 décembre 2005
à l'École Centrale de Nantes

devant le jury ci-dessous :

- CHRYSOCHOOS A., Professeur, Université de Montpellier II, Rapporteur ;
- RAULT J., Directeur de Recherche CNRS, Université de Paris Sud, Rapporteur ;
- STOLZ C., Directeur de Recherche CNRS, École Polytechnique, Examineur ;
- G'SELL C., Professeur, École des Mines de Nancy, Examineur ;
- PÉROCHEAU F., Ingénieur de Recherche, Allevard Rejna Autosuspensions, Examineur ;
- VERRON E., Maître de conférences, École Centrale de Nantes, Examineur ;
- GORNET L., Maître de Conférences, École Centrale de Nantes, Invité ;
- HUNEAU B., Maître de Conférences, École Centrale de Nantes, Invité ;

Directeur de Thèse : Erwan VERRON

Co-encadrants : Laurent GORNET et Bertrand HUNEAU

Table des matières

Introduction générale	7
I Cadre général de l'étude	11
1 Généralités sur les élastomères	13
1.1 Historique	13
1.2 Caractéristiques physico-chimiques	15
1.2.1 Structure macromoléculaire	15
1.2.2 Mise en œuvre du caoutchouc	16
1.2.3 Les adjuvants	18
1.3 Caractéristiques mécaniques	21
1.3.1 Élasticité non-linéaire en grandes déformations	21
1.3.2 Viscoélasticité	22
1.3.3 Compressibilité	23
1.3.4 Comportement sous chargement cyclique	24
2 État de l'art sur la fatigue des élastomères	27
2.1 Préliminaires à l'état de l'art	28
2.2 Les essais de la bibliographie	31
2.2.1 Conditions expérimentales en fatigue uniaxiale	31
2.2.2 Conditions expérimentales en fatigue multiaxiale	33
2.2.3 Critères expérimentaux de fin de vie	34
2.3 Les résultats déjà obtenus	36
2.3.1 Fatigue uniaxiale	36
2.3.2 Fatigue multiaxiale	40
2.3.3 Influence de la température	43
2.3.4 Localisation et direction de fissuration	44
Conclusion de la première partie	47
II Description de l'endommagement en fatigue des élastomères	53
Introduction	55

1	Matériaux de l'étude	57
1.1	Composition chimique des matériaux	57
1.2	Propriétés mécaniques des deux matériaux	57
1.2.1	Comportement quasi-statique	57
1.2.2	Comportement sous sollicitations cycliques	58
2	Moyens mis en œuvre	63
2.1	Essais mécaniques	63
2.1.1	Géométries des éprouvettes	63
2.1.2	Matériaux des éprouvettes	64
2.1.3	Critère de fin de vie expérimental	65
2.1.4	Chargements appliqués	65
2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	66
2.3	Microscopie à force atomique (AFM)	67
2.4	Microtomographie par absorption des rayons X	68
2.4.1	Atténuation des rayons X par la matière	69
2.4.2	Dispositif d'acquisition	69
3	Description macroscopique de l'endommagement	71
3.1	Fatigue uniaxiale	71
3.1.1	Essais à déplacement imposé	71
3.1.2	Essais à effort imposé	78
3.2	Fatigue multiaxiale	78
3.2.1	Torsion répétée à angle imposé ($R_\theta = 0$)	78
3.2.2	Torsion alternée à angle imposé ($R_\theta = -1$)	80
3.2.3	Torsion/traction alternées en angle et déplacement imposés et déphasées de 180°	82
3.3	Conclusion	84
4	Amorçage de fissure	87
4.1	Amorçage de fissure dans le NR	88
4.1.1	Localisation de la zone d'amorçage de fissure	88
4.1.2	Morphologie et nature chimique des défauts	90
4.1.3	Distribution des défauts dans le volume	93
4.1.4	Chronologie de l'endommagement et nombre de cycles à l'amorçage microscopique	94
4.1.5	Hétérogénéité de la microstructure du mélange élastomère vulcanisé	98
4.2	Amorçage de fissure dans le SBR	106
4.2.1	Localisation de l'amorçage	106
4.2.2	Morphologie et nature chimique des défauts	106
4.3	Conclusion	108
5	Propagation de fissure	111
5.1	Propagation de fissure de fatigue dans le NR	111
5.1.1	Description des faciès de rupture	111
5.1.2	Identification des phénomènes physiques de propagation de fissure de fatigue dans le NR	119
5.1.3	Mécanisme de propagation de fissure de fatigue	126
5.1.4	Remarque sur le cas particulier des stries de fatigue	128

5.2	Propagation de fissures de fatigue dans le SBR	133
5.2.1	Description des faciès de rupture	133
5.2.2	Identification des mécanismes physiques de la propagation de fissure dans le SBR	135
Conclusion de la seconde partie		139
 III Prise en compte des mécanismes physiques lors du choix d'une grandeur d'endommagement		143
Introduction		145
1	Quelques notions de mécanique des milieux continus	147
1.1	Déformations et contraintes en transformations finies	147
1.1.1	Cinématique	147
1.1.2	Contraintes	149
1.2	Hyperélasticité en transformations finies	150
1.2.1	Généralités	150
1.2.2	Cas particulier de l'incompressibilité	150
1.2.3	Densité d'énergie de déformation utilisées dans la suite	151
2	Comparaison des différentes grandeurs d'endommagement	153
2.1	Les différentes grandeurs d'endommagement	154
2.1.1	Les grandeurs classiques	154
2.1.2	Les grandeurs plus récentes	155
2.2	Applications	156
2.2.1	Cas simples de chargement	156
2.2.2	Application aux éprouvettes de la campagne d'essais	161
2.3	Bilan et perspectives	172
3	Exemple industriel	173
3.1	Description du problème	173
3.2	Conditions du calcul	174
3.3	Résultats	174
Conclusion générale		179
A	Récapitulatif des différents essais de fatigue réalisés	183
A.1	Fatigue uniaxiale	184
A.1.1	Essai de compression répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	184
A.1.2	Essai de traction/compression à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	184
A.1.3	Essai de traction répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo .	185
A.1.4	Essai de traction répétée à effort imposé sur éprouvette Diabolo	185
A.1.5	Essais interrompus et jusqu'à rupture à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo en SBR	186
A.1.6	Essai de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo .	186
A.1.7	Essais de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo (élongation minimale fixée à 1,33)	188

A.1.8	Essais de traction/traction à effort imposé sur éprouvettes Diabolo	188
A.1.9	Essai interrompu à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	189
A.2	Fatigue multiaxiale	190
A.2.1	Essais de torsion répétée à angle imposé sur éprouvettes AE2	190
A.2.2	Essais de torsion alternée à angle imposé sur éprouvettes AE2	191
A.2.3	Essais de traction/torsion répétées à déplacement et en angle imposé sur éprouvettes AE2 et déphasé de 180°	192
B	Une autre mesure de l'endommagement	193
B.1	État de l'art sur la mécanique d'Eshelby	193
B.2	Formulation de la grandeur d'endommagement en fatigue	194

Introduction générale

Le développement d'outils numériques prédictifs pour la durée de vie en fatigue des pièces élastomères est devenu ces dernières années un axe de recherche prioritaire dans l'industrie automobile. En effet, les constructeurs et équipementiers disposent de moins en moins de temps pour caractériser expérimentalement les pièces élastomères, comme les suspensions de moteur et de ligne d'échappement. De nombreuses études sont en cours au sein de groupes d'intérêt nationaux associant partenaires industriels et universitaires, mais jusqu'à présent les résultats obtenus ne sont pas suffisamment fiables pour être intégrés dans les boucles de conception industrielle. Dans ce contexte concurrentiel, nombre d'études « mécaniciennes » proposent des approches visant à prédire les phénomènes macroscopiques de rupture et de fatigue dans les élastomères de manière phénoménologique. Ces travaux utilisent le plus souvent des résultats bien connus pour les matériaux métalliques et les étendent au cas des élastomères. Si ces approches permettent parfois d'obtenir des résultats exploitables, il est cependant évident que le développement de critères systématiques nécessitent la compréhension puis la prise en compte des phénomènes de dégradation propres aux élastomères. Même si l'objectif final reste le développement de critères de type mécanique des milieux continus, la prise en compte de la physique des matériaux sera le garant de leur efficacité dans le contexte industriel.

Ce travail de thèse a été mené dans le cadre d'une convention collective CIFRE entre l'Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique UMR CNRS 6183 et la société Allevard Rejna Autosuspensions (ARA, Douai, 59). Historiquement, la société Allevard Rejna Autosuspensions est spécialisée dans la conception et la production d'éléments élastiques métalliques pour véhicules automobiles, essentiellement des barres stabilisatrices et des ressorts de suspension. Cependant, depuis plusieurs années, la demande des constructeurs a évolué et les équipementiers se doivent à présent de développer des solutions complètes. Ainsi, dans le cas des suspensions, ARA développe des barres stabilisatrices équipées de paliers en élastomère permettant de fixer les barres sur le véhicule. Le système complet barre-palier est présenté sur la figure -0.1.

Compte tenu de ces changements récents, la société ARA doit être capable de dimensionner ses paliers élastomères au même titre que les barres stabilisatrices. Pour le moment, ARA utilise des moyens de simulation permettant de prédire la réponse des paliers pour des chargements statiques et met en œuvre divers essais de fatigue représentatifs des conditions en service. Cependant, la prédiction de la durée de vie en fatigue de ce type de pièce ne peut pas encore être envisagée. Dans ce contexte, ARA a rejoint le Groupe de Travail sur la Fatigue des Élastomères (GTFE) en 2002. Ce groupe, auquel participe des partenaires universitaires (l'École Centrale de Nantes, l'École Polytechnique), industriels (ARA, Peugeot-Citroën SA, Trelleborg), centre de transfert (le Cetim de Nantes), a mis en place un programme de recherche couvrant divers aspects de la fatigue des élastomères. Pour notre part, nous avons concentré nos efforts sur la détermination des mécanismes d'endommagement mis en jeu en fatigue.

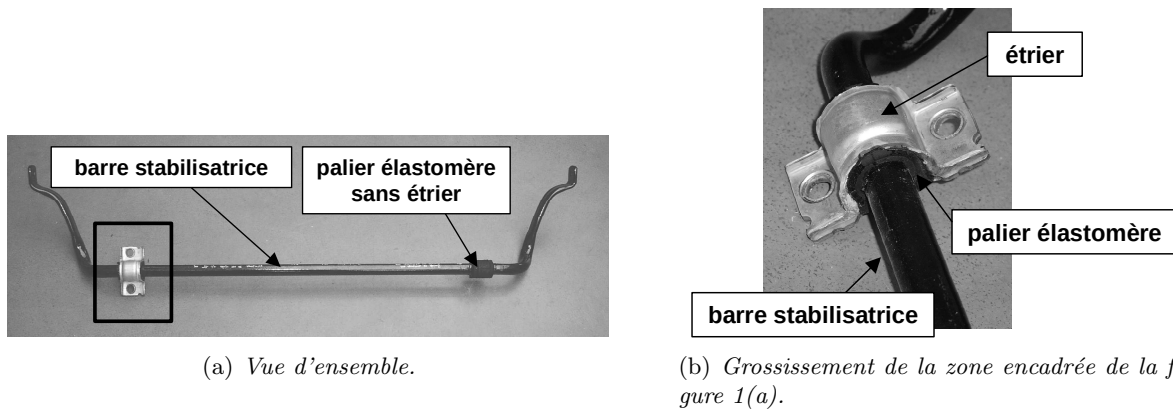


FIG. -0.1 – Barre stabilisatrice équipée de son palier de fixation en élastomère.

Ainsi, nos travaux de recherche ont pour but :

- de déterminer, à l'échelle macroscopique, les différents cas d'endommagement et de les relier aux types de chargement appliqué ;
- de déterminer, à l'échelle microscopique, les mécanismes et la chronologie de l'amorçage et de la propagation de fissure, afin d'expliquer notamment la morphologie des faciès de rupture ;
- d'aider à la définition et au choix de grandeurs de la mécanique des milieux continus pertinentes pour la prédiction de la durée de vie.

Le présent mémoire se compose de trois parties. La première partie présente le cadre général de l'étude au travers de deux chapitres : le premier rappelle quelques généralités sur les élastomères et leur comportement mécanique (p. 13) et le second propose un état de l'art sur la fatigue des élastomères depuis les années 40 (p. 27).

À la lumière de ces rappels bibliographiques, il apparaît que très peu d'études sont dédiées à la compréhension des mécanismes d'endommagement dans les élastomères soumis à des sollicitations cycliques. Ainsi, la deuxième partie du mémoire s'attachera à déterminer ces mécanismes tant pour l'amorçage que pour la propagation des fissures. Cinq chapitres composent cette partie. Le premier présente les deux matériaux de l'étude : un caoutchouc naturel (NR) et un copolymère de styrène et de butadiène (SBR), tous deux chargés de noirs de carbone (p. 57). Le premier cristallise sous contrainte, le second non. Les moyens expérimentaux utilisés dans la suite de l'étude sont brièvement décrits dans le deuxième chapitre (p. 63). Ensuite, le troisième chapitre présente nos observations à l'échelle macroscopique, en particulier l'influence du cas de chargement sur le type d'endommagement (p. 71). Les deux chapitres suivants sont dédiés à l'étude des mécanismes microscopiques de fissuration en fatigue. Le quatrième chapitre est dédié à l'amorçage (p. 87) : détermination de sa cause, de sa localisation et de sa chronologie pour les deux matériaux de l'étude. Finalement, le cinquième chapitre nous permettra de décrire la cinétique de propagation des fissures de fatigue et de proposer un mécanisme l'expliquant pour les deux matériaux (p. 111). L'influence de la cristallisation sous contrainte sera mise en lumière.

La troisième partie propose une première application de nos résultats au travers du choix d'une grandeur macroscopique pertinente pour prédire l'endommagement. Trois chapitres composent cette dernière partie. Le premier propose un bref rappel de mécanique des milieux continus (p. 147). Le deuxième présente les grandeurs d'endommagement classiquement utilisées dans la bibliographie et les compare avec les grandeurs développées plus récemment et fondées sur la

prise en compte des phénomènes physiques présentés dans la deuxième partie, aussi bien pour la prédiction de la localisation des zones endommagées que pour la prédiction de la durée de vie (p. 153). Le troisième chapitre traite partiellement l'exemple industriel d'un palier en élastomère de barres stabilisatrices pour véhicule automobile (p. 173). Il montre que la simulation du palier en service permet d'identifier les zones les plus endommagées.

Première partie

Cadre général de l'étude

Chapitre 1

Généralités sur les élastomères

Sommaire

1.1	Historique	13
1.2	Caractéristiques physico-chimiques	15
1.2.1	Structure macromoléculaire	15
1.2.2	Mise en œuvre du caoutchouc	16
1.2.3	Les adjuvants	18
1.3	Caractéristiques mécaniques	21
1.3.1	Élasticité non-linéaire en grandes déformations	21
1.3.2	Viscoélasticité	22
1.3.3	Compressibilité	23
1.3.4	Comportement sous chargement cyclique	24

1.1 Historique

L'historique suivant est le fruit de la synthèse de plusieurs références générales sur le caoutchouc (Ifoca, 1984, 2005; Sncp, 2005; Leblanc, 1996). Le caoutchouc, qui signifie « bois qui pleure » en indien, se présente à l'état naturel sous la forme d'un liquide d'apparence laiteuse, appelé latex, qui est une dispersion de particules de caoutchouc dans un sérum aqueux contenant diverses substances organiques et minérales. Le latex est présent dans une grande variété de plantes, mais toutes ne sont pas susceptibles d'être exploitées industriellement. Ainsi le caoutchouc est produit à partir des latex d'arbres appartenant aux familles des euphorbiacées comme l'hévéa, des moracées comme le castilloa elastica ou d'arbustes de la famille des composées comme le guayule. Les deux premiers ont été exploités en forêt amazonienne par les seringueiros et conduisaient respectivement à deux gommages voisines, la borracha et le caucho. Seul l'hevea brasiliensis a été cultivé et amélioré dans les plantations d'Asie du Sud-Est (Malaisie, Indonésie, Thaïlande) et d'Afrique (Libéria, Nigéria, Zaïre, Côte d'Ivoire, Cameroun).

C'est lors de la découverte du Nouveau Monde qu'est introduit le caoutchouc en Europe. En 1496, à l'occasion d'un de ces voyages en Amérique, Christophe Colomb observe les indiens jouer avec une balle formée par un étrange mélange. Intrigué, il en rapportera un échantillon à Isabelle de Castille qui finançait son expédition. En fait, le caoutchouc était déjà connu des Incas, des Mayas, des Olmèques et des Aztèques pour la fabrication d'objets courants tels que les bottes, les balles, les récipients et les toiles enduites. En 1736, le français Charles-Marie de La Contamine redécouvre cette substance élastique lors de son expédition en Amérique du Sud. Il francise le

mot «cao tchu» en caoutchouc et en rapporte quelques échantillons en Guyane française. Les premières études scientifiques sur le caoutchouc sont attribuées à l'ingénieur français François Fresneau qui imprègne ses bottes de latex pour les imperméabiliser. Malheureusement, le caoutchouc étant sensible aux variations de température (il se fige à froid et devient visqueux à chaud), son utilisation reste très limitée. Les premières applications industrielles du caoutchouc voient le jour dans le textile en 1791, avec le brevet déposé par l'industriel britannique Samuel Peal sur l'imperméabilisation des tissus par traitement avec une solution de caoutchouc dissous dans l'essence de térébenthine. Par la suite, la fabrication de tissus imperméables prend un certain essor lorsque Charles Macintosh découvre en 1823 que le caoutchouc brut peut se dissoudre dans le benzol, un solvant économique. Peu à peu, la production d'articles en caoutchouc se développe. En 1830, l'usine des frères Michelin consacrée à la fabrication de balles pour enfants voit le jour. En 1839, Charles Goodyear fait une découverte capitale, puisqu'il montre qu'en présence de soufre et d'une source de chaleur, l'élasticité de la gomme est fixée et son adhésivité supprimée. Par la suite, ce procédé appelé vulcanisation fera l'objet d'un brevet par Thomas Hancock. En 1888, John Dunlop invente le premier pneumatique constitué d'une chambre à air enveloppée dans une toile en coton tissé et collé sur une jante en bois. Ainsi, l'ère du pneumatique débute avec Dunlop et les frères Michelin qui équiperont d'abord les bicyclettes puis les automobiles.

Le caoutchouc synthétique naît en 1909, avec le brevet du chimiste allemand Fritz Hofmann. Ainsi, les années 20 verront l'apparition des premiers caoutchoucs synthétiques tels que le polybutadiène (PB) et le polychloroprène (CR). Par la suite, les recherches du chimiste américain Carothers conduisent à la synthèse du néoprène en 1931, polymère dont le monomère est le chloroprène. En 1935, des chimistes allemands préparent un premier groupe de caoutchoucs synthétiques copolymères, les caoutchoucs Buna. Ils sont obtenus par copolymérisation, la polymérisation de plusieurs monomères différents, appelés comonomères. Le nom Buna correspond aux premières lettres de butadiène, l'un des comonomères, et de natrium, sodium en allemand, utilisé comme catalyseur. L'exemple le plus connu est le copolymère du butadiène et du styrène (SBR). Durant la seconde guerre mondiale, l'industrie du caoutchouc synthétique allemande et américaine connaît un fort développement puisqu'en 1942, les japonais prennent le contrôle de près de 90% de la production mondiale de caoutchouc naturel. La recherche menée aux États-Unis sur le caoutchouc synthétique a débouché sur la synthèse d'un polymère de l'isoprène (IR) de composition chimique identique au caoutchouc naturel. À la même époque (1940), le caoutchouc butyle est obtenu par la copolymérisation de l'isobutène avec le butadiène ou l'isoprène. Depuis la seconde guerre mondiale, la production de caoutchoucs synthétiques n'a cessé de croître, même si les deux chocs pétroliers de 1973 et 1979 ont relancé l'utilisation du caoutchouc naturel.

En 2003, l'industrie française a transformé près de 800 000 tonnes d'élastomères, dont 38% de caoutchouc naturel et 62% de caoutchoucs synthétiques. Si l'industrie du pneumatique transforme un volume sensiblement identique de caoutchouc naturel et de caoutchoucs synthétiques (respectivement 51 et 49%), tel n'est pas le cas de l'industrie de la pièce technique où les caoutchoucs synthétiques représentent 73% du volume transformé (données SESSI/IRSG 2003). Ce dernier rapport est le reflet du marché mondial puisque le volume transformé se partage en un tiers pour le caoutchouc naturel et deux tiers pour les caoutchoucs synthétiques, le tout représentant une consommation annuelle de 16 millions de tonnes.

1.2 Caractéristiques physico-chimiques

1.2.1 Structure macromoléculaire

Les élastomères sont constitués de longues chaînes liées entre elles par des ponts de réticulation et des points d'enchevêtrement. Une chaîne est un assemblage de molécules monomères jointes par un squelette covalent d'atomes de carbone. Elle est généralement composée de milliers, voire de dizaines de milliers de monomères. À une échelle intermédiaire, le matériau peut être vu comme une pelote statistique où les chaînes sont dans une position très repliée et où les points de jonction (réticulation et enchevêtrement) forment des nœuds entre les chaînes. On décrit souvent cette configuration comme un «plat de spaghettis» (Ifoca, 2003). La représentation symbolique d'une chaîne et du réseau élastomère est présentée sur la figure I - 1.1. La formule chimique du

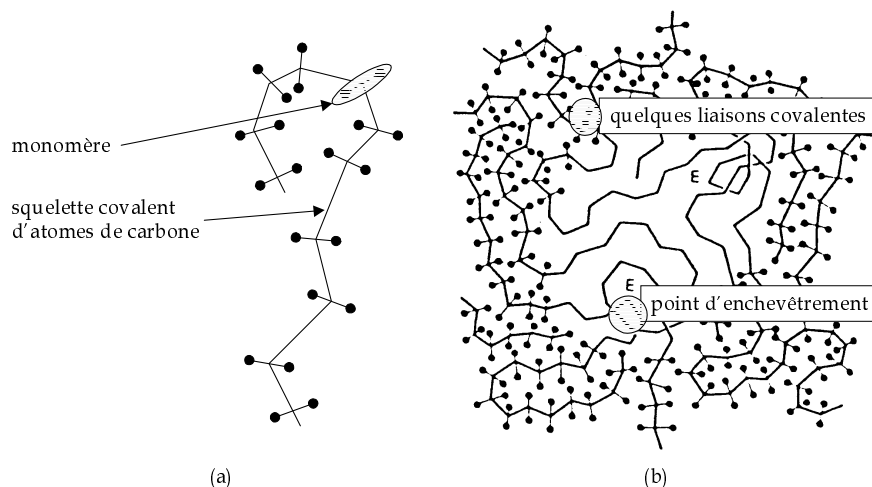


FIG. I - 1.1 – Représentation schématique (a) d'une chaîne, (b) du réseau élastomère, d'après Ashby et Jones (1991). Les chaînes sont liées entre elles par des liaisons covalentes et des points d'enchevêtrement, ce qui est caractéristique de l'état caoutchoutique.

caoutchouc naturel est donnée par la figure I - 1.2, celle du copolymère de styrène et de butadiène ou SBR, caoutchouc synthétique, par la figure I - 1.3.

Comme pour tous les matériaux polymères, les élastomères peuvent admettre deux états : l'état

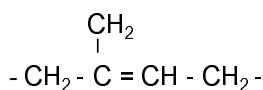


FIG. I - 1.2 – Formule chimique du NR.

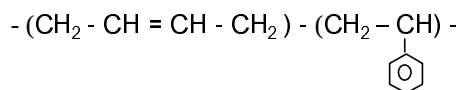


FIG. I - 1.3 – Formule chimique du SBR.

vitreux et l'état caoutchoutique. La frontière énergétique entre ces deux états est définie par l'existence d'une température de transition vitreuse, notée T_g , température en-dessous de laquelle l'agitation thermique est trop faible pour permettre la mobilité macromoléculaire. De ce

fait, ces deux états présentent deux comportements mécaniques très différents : dans l'état vitreux, le matériau a un comportement élasto-plastique, dans l'état caoutchoutique, le matériau est beaucoup plus souple (les changements de conformation sont aisés) et adopte un comportement élastique supportant de très grandes déformations (Leblanc, 1996). Ces comportements sont illustrés par la figure I - 1.4 qui présente l'évolution de la raideur d'un polymère en fonction de sa température d'utilisation réduite, c'est-à-dire adimensionnalisée par rapport à T_g . La

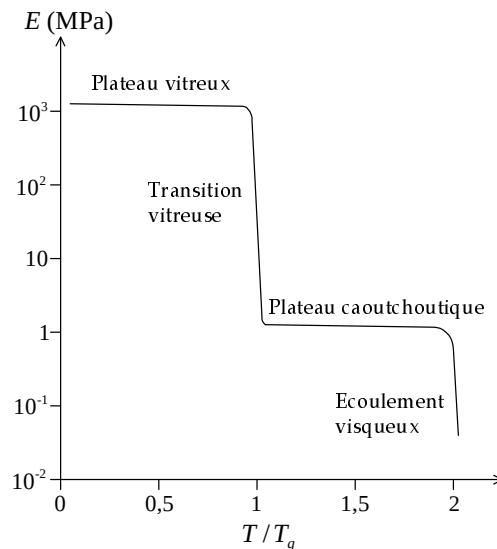


FIG. I - 1.4 – Les différents comportements mécaniques d'un matériau polymère. Sur ce graphe, on distingue les plateaux vitreux et caoutchoutique significatifs des deux états possibles du matériau. La zone autour de T_g est une zone où le comportement est très dépendant de la température d'utilisation (d'après Leblanc (1996)).

température de transition vitreuse des élastomères est comprise entre -100°C et -50°C suivant les spécificités du matériau considéré, c'est pourquoi les élastomères sont toujours en phase amorphe (caoutchoutique) à température ambiante. Pour donner un ordre de grandeur, le module d'Young des élastomères à 20°C se situe entre 1 et 100 MPa.

1.2.2 Mise en œuvre du caoutchouc

1.2.2.1 Obtention de la gomme

Le caoutchouc naturel n'est pas un matériau « prêt à l'emploi » et nécessite de nombreuses opérations avant d'être utilisé dans l'industrie. Tout d'abord, la sève de l'hévéa est récoltée par des incisions pratiquées dans l'écorce. La récolte a lieu quotidiennement lors des premières heures de la matinée, car le latex est fluide à température peu élevée. L'écoulement de ce liquide cesse au bout de 2 à 5 heures en coagulant au niveau de l'incision. L'hévéa possède une propriété particulière de réaction aux blessures puisque sa sève se reforme rapidement après le premier écoulement et, si l'on ravive la blessure le lendemain, la quantité de latex récoltée est supérieure à la veille, ce qui permet d'exploiter l'hévéa toute l'année. Son exploitation 5 à 7 ans après sa plantation et dure en moyenne de 25 à 30 ans. Le latex recueilli est filtré, dilué avec de l'eau, traité avec un acide afin de faire coaguler les particules de caoutchouc puis versé dans des récipients pour le laisser durcir. Dès lors, la masse de caoutchouc peut être traitée selon deux

procédés : la « feuille fumée » ou la « feuille de crêpe ». Le procédé de la « feuille fumée » consiste à introduire le caoutchouc dans un laminoir où il est pressé et lavé sous un fort courant d'eau. À la sortie du laminoir, le caoutchouc est découpé en minces feuilles avant d'être égoutté. Les feuilles sont ensuite séchées à la fumée ou à la vapeur afin de protéger le caoutchouc de l'oxydation et de la putréfaction. Le procédé de la « feuille de crêpe » consiste à essorer le latex solidifié dans uneessoreuse à rouleau appelé crêpeuse où il est lavé, étiré, déchiqueté puis marqué de profondes rayures afin de l'essorer et de l'assouplir. Après ce traitement, les minces bandes de caoutchouc sont séchées à l'air ambiant ou dans des séchoirs Csmo (2005).

En ce qui concerne les caoutchoucs synthétiques, leurs macromolécules sont produites par polymérisation. Ils forment plusieurs familles de macromolécules dont les plus communes sont : les Bunas, les néoprènes, les butyles, les polyisoprènes de synthèse (IR), les copolymères d'éthylène et de propylène (EPM), les copolymères d'éthylène et de propylène polymérisé avec un diène (EPDM) et les nitriles (NBR).

1.2.2.2 Mélangeage des différents ingrédients

Le « mélangeage » intègre deux opérations indispensables à l'obtention du mélange (ou compound) : la mastication et la dispersion des ingrédients dans le mélange. L'importance de la mastication a été découverte en 1819, par Thomas Hancock qui avait alors observé un curieux phénomène : deux morceaux de caoutchouc brut, fraîchement coupés, possèdent la propriété de se souder lorsqu'on les pressent l'un contre l'autre. On obtient ainsi une masse pâteuse et plastique qu'il est possible de modeler. Deux procédures de mélangeage existent : soit la procédure est dite « normale » et dans ce cas le caoutchouc est d'abord introduit dans la chambre du mélangeur pour y être mastiqué un certain temps, avant que les autres ingrédients soient ajoutés, soit la procédure est dite « inverse » et les autres ingrédients du mélange sont introduits avant la gomme. Une fois l'opération de mélangeage réalisée, le mélange est mis en feuille entre les rouleaux d'une calandreuse, puis débité en bandes. Afin d'éviter que des liaisons se reforment entre les bandes en contact, plusieurs solutions peuvent être adoptées. Soit les bandes sont séparées par un tissu de fibres textiles, soit elles sont enduites d'un savon (un tribromophénol par exemple), soit elles sont talquées. Dans le cas des matériaux de notre étude, les bandes sont talquées.

1.2.2.3 Mise en forme de la pièce élastomère

Plusieurs procédés de mise en forme sont utilisés en fonction de la pièce à réaliser (Ifoca, 1990).

- (i) Le moulage par injection, transfert ou compression. Cette technique permet d'obtenir, à l'aide d'une presse et d'un moule, n'importe quelle forme de pièce à condition que celle-ci soit de taille raisonnable. Elle permet également l'insertion dans le caoutchouc de supports ou de renforts métalliques ou textiles. Le temps de vulcanisation dépend non seulement de la formulation du mélange, mais aussi de la température ainsi que de l'équipement utilisé.
- (ii) L'extrusion. Elle permet d'obtenir des profilés (tuyaux, joints d'étanchéité, câbles...) qui seront ensuite vulcanisés. Cette méthode permet d'obtenir des pièces de grande longueur par rapport à leur section. L'extrudeuse se compose d'un corps cylindrique dans lequel tourne une vis sans fin. Au bout de l'extrudeuse se situe la filière, pièce métallique qui va déterminer la géométrie du profilé.

- (ii) Le calandrage. Il a pour objectif de transformer le mélange en feuilles minces (3 mm maximum) et de recouvrir de caoutchouc un textile ou des fils métalliques. Ces composites calandrés sont largement utilisés dans la fabrication de pneumatiques (carcasses), bandes transporteuses, draps d'hôpitaux, vêtements de pluie... Pour réaliser des dépôts de faibles épaisseurs (quelques dixièmes de millimètre), on utilise une technique voisine, l'enduction, qui consiste à déposer le caoutchouc sous forme liquide sur un support généralement textile.

1.2.2.4 La vulcanisation

Cru, le caoutchouc naturel n'a que de très médiocres propriétés mécaniques. Les macromolécules qui le constituent peuvent glisser les unes par rapport aux autres sans grande résistance. La vulcanisation consiste à créer des liaisons covalentes entre les macromolécules pour former un réseau tridimensionnel et empêcher le glissement des chaînes les unes par rapport aux autres. La nature et le nombre de ponts de réticulation ainsi formés conditionnent les propriétés mécaniques des vulcanisats. Ainsi, les propriétés mécaniques souhaitées sont le fruit de compromis entre diverses propriétés. Par exemple, une forte densité de réticulation favorise la résistance à rupture alors que la résistance au déchirement ou à la fatigue est obtenue par une faible densité de réticulation. La vulcanisation requiert :

- (i) Un apport d'énergie, souvent d'origine thermique (de 150 à 300°C), mais l'irradiation ou l'hyperfréquence peuvent être utilisées ;
- (ii) L'existence ou la création de sites réactifs, par exemple des insaturations, de l'hydrogène labile ou des groupements polaires ;
- (iii) Un agent de vulcanisation qui peut ou non se fixer lui-même sur les chaînes. L'agent de vulcanisation est choisi en fonction de l'élastomère et des propriétés souhaitées. Le plus utilisé est le soufre, car il est adapté aux élastomères qui présentent une insaturation résiduelle tels que le caoutchouc naturel (NR), ou le copolymère de styrène et de butadiène (SBR). Ainsi des liaisons soufre sont formées entre les macromolécules. Pour les élastomères saturés, des liaisons carbone-carbone sont créées en utilisant des peroxydes organiques comme agent de vulcanisation. Du fait du niveau important d'énergie de liaison, ces peroxydes peuvent aussi être utilisés lorsque l'on souhaite augmenter la tenue thermique de certains élastomères insaturés. Les élastomères halogénés (présence de chlore ou de brome) sont vulcanisés aux oxydes métalliques. Un atome d'oxygène assure la liaison entre les atomes de carbone des macromolécules. Il est aussi possible de vulcaniser avec des résines formo-phénoliques, mais cela reste anecdotique ;
- (iv) Un temps de vulcanisation suffisant ;
- (v) Une forte pression.

Notons que dès 1930, Farmer, Shipley, Bloomfield et Naylor détaillent la cinétique de la vulcanisation au soufre en quatre étapes successives : décomposition homolytique du soufre S_8 , formation de radicaux libres sur la chaîne de l'élastomère, initiation du pontage et propagation du pontage. A l'heure actuelle, on estime que 2% seulement des doubles liaisons sont rompues lors de la vulcanisation (Ifoca, 1990).

1.2.3 Les adjuvants

L'unique apport de soufre en présence de chaleur ne suffit pas à répondre aux exigences des applications industrielles, tant pour la productivité du procédé que des performances mécaniques des pièces. C'est pourquoi, l'addition d'un certain nombre d'adjuvants est nécessaire.

1.2.3.1 Les activateurs et les accélérateurs

La très mauvaise tenue des vulcanisats au vieillissement ainsi que les contraintes de productivité nécessitent l'utilisation d'activateurs et d'accélérateurs dont le rôle est d'accroître la vitesse de vulcanisation, d'éviter la formation de cycles et de contrôler la longueur des liaisons soufre.

Il existe cinq familles d'accélérateurs : les dithiocarbamates, les thiurames, les thiazoles, les amines et les guanidines. Leur action est optimisée par l'addition d'activateurs tels que les oxydes métalliques, le plus connu étant l'oxyde de zinc (ZnO). Peu soluble naturellement, l'oxyde de zinc est habituellement combiné à un acide gras tel que les acides stéarique, laurique ou palmitique. Le complexe soluble ainsi formé se combine au soufre pour se fixer sur les chaînes macromoléculaires. Sans soufre, le complexe n'est pas actif. La longueur des ponts sulfures est contrôlée par la concentration d'activateurs dans le mélange. Ainsi, dans un système dit efficace, la concentration d'activateurs est supérieure à celle de soufre et les liaisons sont majoritairement monosulfures ; dans un système dit semi-efficace, les concentrations d'activateurs et de soufre sont égales et les liaisons sont majoritairement monosulfures et disulfures ; dans un système dit conventionnel, la concentration d'activateurs est inférieure à celle de soufre et les liaisons sont majoritairement polysulfures. Notons enfin que la nature de l'activateur peut elle aussi influencer sur la longueur des ponts. Dans notre cas, le NR et le SBR utilisés sont vulcanisés dans un système conventionnel où la grande longueur des liaisons permet d'augmenter les propriétés élastiques, mais diminue la tenue au vieillissement et à la chaleur (Ifoca, 2003).

1.2.3.2 Les plastifiants

Les plastifiants facilitent l'écartement des chaînes macromoléculaires, ils sont donc propices à l'insertion d'autres adjuvants dans le mélange. De plus, ils facilitent les opérations de mise en œuvre (en diminuant la consistance qui croît avec la quantité de charges introduites) et limitent l'auto-échauffement des mélanges. Ils peuvent être d'origine pétrolière (aromatique, naphénique, ou paraffinique) ou synthétique (ester) spécifiquement dans les élastomères à caractère polaire. Pour être compatible avec l'élastomère, les plastifiants doivent être suffisamment miscibles.

1.2.3.3 Les agents de protection

En fonction de leur nature chimique ces agents vont pouvoir agir sur l'oxydation, l'attaque de l'ozone, la photosensibilité du matériau, et bien d'autres facteurs de dégradations (Ifoca, 2003).

- (i) Les dérivés aminés. Ils ne sont utilisables que dans les mélanges de couleur noire, car leur photosensibilité noircit le mélange. Ils représentent environ 80% de la consommation des agents de protection et sont constitués de deux familles. D'une part, les paraphénylènes diamines substituées sont efficaces contre le vieillissement y compris à l'ozone. On peut citer les N-alkyl, N'-phényl p. phénylène diamines comme le 6PPD ou l'IPPD. D'autre part, les amines et les dérivés aminés protègent de l'attaque de l'oxygène et de la chaleur mais ils n'offrent aucune protection vis-à-vis de l'ozone. On peut citer entre autres les produits de condensation de l'acétone sur une amine comme la p. phénétidine, les quinoléines, utilisées comme antioxygène sous le nom de ETMQ ou TMQ.
- (ii) Les dérivés phénoliques. Ils n'ont aucune action sur l'ozone. Ils sont souvent associés au dérivés aminés pour l'effet de synergie. Ils sont peu photosensibles et conviennent bien au mélanges clairs.
- (iii) Les désactiveurs. Ils ne s'opposent pas à l'oxydation mais sont proches chimiquement des thiazoles. Ils agissent comme accélérateurs très lents permettant de régénérer le matériau

au cours du vieillissement. Ils forment de nouvelles liaisons pontales qui compensent celles détruites par l'oxydation. Ce sont des benzimidazoles. Souvent utilisés avec le NR en combinaison avec les phénols et/ou les amines, leur efficacité est d'autant plus grande que le système de vulcanisation contient moins de soufre (système efficace par exemple).

- (iv) Les cires microcristallines. Elles forment une barrière en surface contre l'ozone, mais ne sont efficaces qu'en chargement statique.

De manière générale, l'action de l'oxygène peut être inhibée de deux façons : soit en empêchant les radicaux libres de se former (amines aromatiques, phosphites, thiophénols), soit en le combinant avec des radicaux peroxydes pour le stabiliser (phénols, bisphénols et dérivés aminés...). Les agents de protection contre l'ozone réagissent en fixant et en stabilisant une très grande quantité d'ozone. Le but est qu'ils réagissent beaucoup plus vite que l'élastomère lui-même. Ils migrent très facilement pour remplacer ceux qui ont été consommés, c'est pourquoi ils sont en grande proportion dans les élastomères.

1.2.3.4 Les charges

Les charges sont incorporées au mélange afin d'en changer les propriétés mécaniques, chimiques et thermiques après vulcanisation. Notons que malgré leur utilisation courante, la nature exacte des liaisons entre les charges et la matrice élastomère n'est pas encore déterminée et pour l'instant ces liaisons sont décrites comme des liaisons faibles de type Van der Waals ou fortes de type covalent (Leblanc, 1996). Il existe trois catégories de charges : les charges renforçantes qui améliorent les propriétés, les charges inertes destinées à compenser les propriétés qui ne sont pas améliorées par les charges renforçantes et un compromis entre ces deux catégories qui peut être obtenu avec les charges semi-renforçantes.

✓ Les charges renforçantes (Ifoca, 1990)

Les charges sont considérées comme renforçantes si elles augmentent le module élastique tout en compensant d'autres propriétés telles que la résistance à la rupture, au déchirement ou à l'abrasion. Plus la charge est de petite taille, plus elle renforce car sa surface spécifique augmente. Les charges renforçantes sont les silices et les noirs de carbone.

La plupart des silices utilisées sont dites de précipitation et résultent de l'attaque d'un silicate alcalin par un acide. Leur taille varie entre 20 et 30 nm. Leur chimie de surface est simple et se résume aux groupements hydroxyles silanols (Si-OH) et silanes (Si-OR). Leur surface spécifique (de 130 à 250 m²/g) est plus élevée que celle du noir de carbone du fait de leur faible degré de structure primaire. En revanche, leur forte structure secondaire, sous l'action de sollicitations répétées, participe à l'échauffement interne en se détruisant. La faible compatibilité des groupements hydroxyles avec les chaînes hydrocarbonées de l'élastomère oblige à utiliser un agent mouillant ou à traiter les silices avec un silane (le Y-mercapto-propyl triméthoxy-silane si on vulcanise au soufre).

Dans le cas des matériaux de l'étude, le renforcement est réalisé par les noirs de carbone. A l'heure actuelle, les interactions entre l'élastomère et les noirs de carbone sont définies comme des interactions physico-chimiques simples (adsorption). Les chaleurs d'adsorption des élastomères diéniques (NR, BR, SBR, ...) sur les noirs de carbone sont comprises entre 50 et 100 kcal/mole, c'est-à-dire proches des énergies de liaisons de covalence (C-C=80, O-H=110,5, C-O=85 kcal/mole). Les noirs «*furnaces*», du nom de leur procédé de fabrication, sont les plus répandus et contiennent environ 2% d'impuretés : du soufre, de l'oxygène, de l'hydrogène et le produit de leur réaction avec le carbone (C-H, C-O). Ces impuretés favorisent les groupe-

ments chimiques présents en surface des noirs (carboxyles C=O), acides carboxylique (C-OH), quinonique, lactonique, phénolique, pyronique et kétonique. Il peut donc se créer des liaisons covalentes avec l'élastomère. Les noirs de carbone s'organisent en structures tri-dimensionnelles très complexes et déterminantes pour leur pouvoir renforçant. Ils sont introduits dans le mélange sous forme d'agrégats. Ces agrégats peuvent s'agglomérer en formant des liaisons faibles et en emprisonnant de l'élastomère dit labile. Concernant la morphologie des noirs de carbone, le lecteur pourra se référer à une récente synthèse réalisée par Townson et Hallet (2005). Du point de vue du comportement mécanique, les charges ont pour effet d'augmenter l'énergie dissipée (Bergström et Boyce, 1998) ainsi que le taux de cristallinité (Lee et Donovan, 1987) pour une élongation donnée. Enfin, les noirs de carbone sont classés selon la norme ASTM D1765-3 par un système alphanumérique lié à la taille moyenne des particules et à leur structure.

✓ Les charges inertes, dont on distingue :

- (i) Le sulfate de baryum, utilisé pour son opacité aux rayons X ;
- (ii) Le talc, charge lamellaire qui augmente l'imperméabilité du mélange ;
- (iii) Le carbonate de calcium, obtenu par voie sèche, qui facilite la mise en œuvre ;
- (iv) Les oxydes métalliques, et particulièrement l'oxyde de zinc, qui augmentent la tenue à la chaleur.

✓ Les charges semi-renforçantes, dont les plus courantes sont :

- (i) Les kaolins, qui permettent de réduire le coût du mélange ;
- (ii) Le carbonate de calcium, obtenu par voie humide ou précipité (pour la câblerie) ;
- (iii) Les noirs de carbone sous forme d'agrégats de grande taille (N765 à N990 selon ASTM D1765-03).

1.3 Caractéristiques mécaniques

Les différents aspects du comportement des élastomères sont présentés de manière détaillée dans le mémoire d'habilitation à diriger des recherches de Verron (2003) et dans le mémoire de thèse de Chagnon (2003). Ici, nous en rappelons brièvement les principales caractéristiques en mettant l'accent sur la description du comportement quasi-statique.

1.3.1 Élasticité non-linéaire en grandes déformations

De manière générale, les élastomères se caractérisent par leur capacité à supporter de grandes déformations de manière réversible. La figure I - 1.5 présente la courbe obtenue lors d'un essai de traction uniaxiale à rupture sur éprouvette normalisée de caoutchouc naturel. Cette courbe traduit le comportement non-linéaire dû à l'évolution de la microstructure au cours de l'extension. On distingue ainsi trois stades. Tout d'abord, aux faibles élongations (0-25%), les chaînes se déplient et des ruptures de liaisons faibles s'opèrent entre elles. Ensuite, les chaînes se désenchevêtrent et se déplient dans la direction de sollicitation (25-400%). Enfin, les chaînes sont étendues et le matériau se raidit (> 400%).

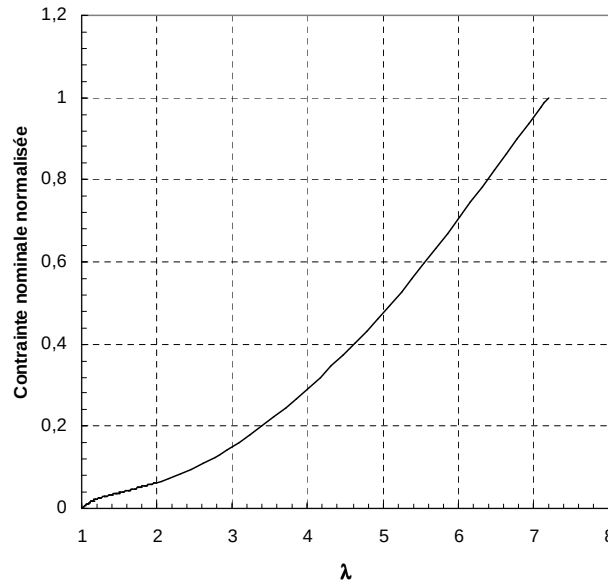


FIG. I-1.5 – Courbe de traction uniaxiale à rupture d'un élastomère : les résultats sont fournis en terme d'élongation principale dans la direction de traction $\lambda = l/l_0$, où l_0 et l sont respectivement les longueurs utiles non déformée et déformée, et de contrainte de Piola-Kirchhoff I dans la direction de traction, F/S_0 appelée ici contrainte nominale normalisée.

1.3.2 Viscoélasticité

La deuxième caractéristique des matériaux élastomères est leur nature viscoélastique qui traduit la réversibilité différée du comportement. Classiquement, ce phénomène est mis en évidence par deux essais bien connus : les essais de relaxation et de fluage. Dans le cas de la relaxation, on impose au matériau un niveau constant de déformation et on observe la diminution du niveau de contrainte au cours du temps. Idéalement, la vitesse de mise en charge est infinie. Ainsi, la valeur maximale (initiale) de la contrainte peut être considérée indépendante des phénomènes visqueux, plus précisément, les effets de la relaxation sont négligeables pendant la phase de mise en charge. La figure I-1.6 présente les courbes de relaxation obtenues par Chagnon (2003). Chaque courbe correspond à un niveau de déformation imposé et la contrainte est normalisée par rapport au niveau de contrainte maximal dans l'éprouvette. L'objectif ici est de mesurer l'influence du temps sur le comportement. Sur ces courbes, le caractère viscoélastique du matériau apparaît clairement : à la fin de la mise en charge (étirement) de l'éprouvette, la contrainte décroît de façon continue au cours du temps. Le fait que ces courbes ne coïncident pas à partir d'un niveau de déformation égal à 250% signifie que le comportement visco-élastique des élastomères n'est plus linéaire à partir de ce niveau de déformation. Notons qu'il est possible, pour la même échelle de temps, de mettre en évidence que la contrainte tend vers une valeur asymptotique non nulle (Andrieux, 1996). Le fluage est l'essai « dual » de la relaxation. Soumis à une contrainte constante, la déformation augmente en fonction du temps jusqu'à atteindre une valeur asymptotique. On observe ainsi une déformation différée. Pour ces deux essais, l'asymptote en contrainte ou en déformation est caractéristique des solides viscoélastiques pour lesquels il n'y a pas écoulement complet de la matière. En fait, le matériau dissipe une partie de l'énergie qu'il avait emmagasinée lors de la mise en charge rapide.

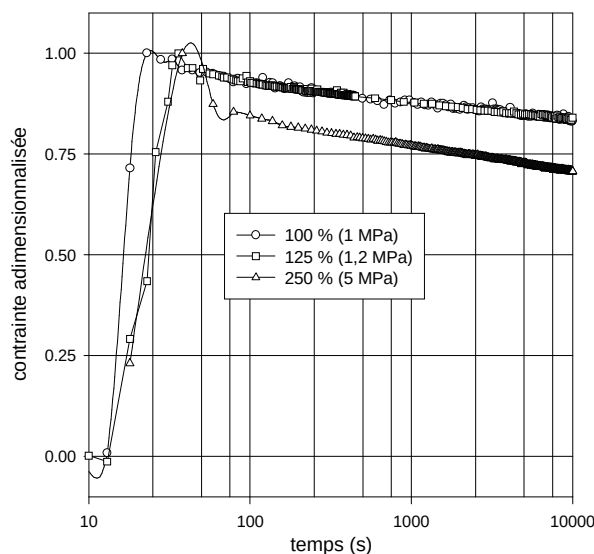


FIG. I - 1.6 – *Essai de relaxation. Cisaillement deux blocs à trois niveaux de déformation : 100%, 125% et 250%. Pour chaque niveau de déformation, on mesure l'évolution de la contrainte au cours du temps. Pour obtenir des informations comparables, cette contrainte est normalisée, c'est-à-dire divisée par le maximum de la contrainte mesurée au cours de l'essai. Sur la légende figure entre parenthèses la valeur de cette contrainte maximale pour chaque niveau de déformation.*

1.3.3 Compressibilité

Les matériaux élastomères sont classiquement considérés comme incompressibles. Il est convenu de considérer que pour des sollicitations ne faisant pas intervenir d'efforts hydrostatiques trop importants, la déformation du matériau se fait sans variation de volume. L'hypothèse d'incompressibilité (matériau non-dilatable) rend impossible la prise en compte des phénomènes thermiques. En fait, l'hypothèse d'incompressibilité est une représentation idéale du comportement du matériau, puisqu'on constate une variation de volume en cours de sollicitation (Farris, 1964, 1968). La figure I - 1.7 présente les résultats d'un essai de compressibilité. Ils montrent en premier lieu que la vitesse de compression n'a aucune influence sur la réponse de l'échantillon puisque les deux courbes coïncident parfaitement. Les deux courbes comportent tout d'abord (en partant de $V/V_0 = 1$) une partie horizontale qui correspond à la mise en place du pion dans la cavité et qui n'est pas significative. La seconde partie de la courbe est une droite qui met en relation la variation du volume et l'effort de compression exercé. Le coefficient directeur de cette droite est proportionnel au coefficient de compressibilité du matériau.

Si dans le cas d'une compression le matériau reste peu compressible, une variation de volume significative (elle peut atteindre plusieurs dizaines de pourcents) est constatée dans le cas d'extensions correspondant à des niveaux de contraintes peu élevés (Layouni *et al.*, 2003). Les phénomènes physiques à l'origine de la réduction et de l'augmentation de volume sont très différents puisque dans le premier cas, l'espace inter-macromoléculaire se réduit et dans le second cas, il y a croissance et apparition de cavités (Diani, 1999).

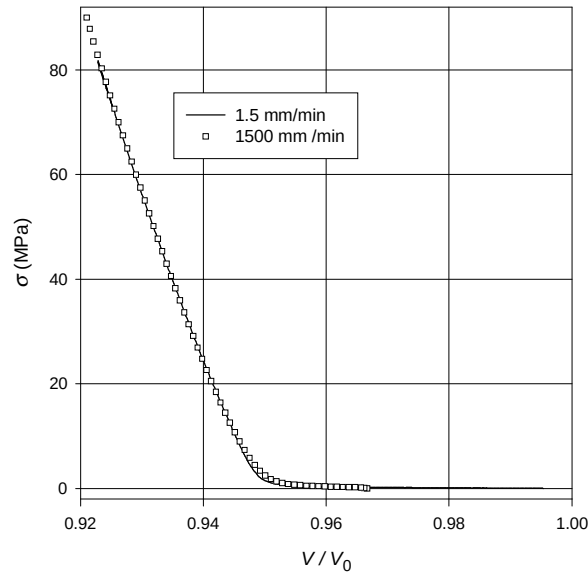


FIG. I - 1.7 – *Essai de compressibilité. Un pion élastomère de rayon 8,8 mm et de hauteur 25,8 mm est placé dans une cavité et soumis à un effort de compression exercé à vitesse constante. Deux vitesses de compression sont imposées et la courbe présente la contrainte de Piola-Kirchhoff I de compression en fonction de la variation de volume du pion (Chagnon, 2003).*

1.3.4 Comportement sous chargement cyclique

Un essai de traction cyclique permet de mettre en lumière deux phénomènes. La figure I - 1.8 présente la courbe contrainte-déformation obtenue pour 5 cycles à déformation imposée. Tout d'abord, pour chaque cycle, les courbes de charge et de décharges ne coïncident pas et forment ainsi une boucle d'hystérésis. La taille et la forme de cette boucle dépendent du niveau de sollicitation appliqué (Lion, 1997) et évolue au cours des cycles : pour un niveau d'élongation donné, la forme de la boucle d'hystérésis reste inchangée mais son aire chute fortement entre le premier et le second cycle, puis chute lentement au cours des cycles suivants jusqu'à atteindre une valeur limite pour un nombre de cycles important. Ensuite, pour une élongation donnée, le niveau de contrainte de chaque boucle décroît au cours des cycles. Notons qu'à partir d'un certain nombre de cycles, la raideur du matériau se stabilise. Cette chute de raideur dans les premiers cycles est particulièrement prononcée entre la première et la seconde charge, puis lente dans les cycles suivants. Ce phénomène, propre aux élastomères, porte le nom d'« effet Mullins », du nom de celui qui l'a étudié de manière précise (Mullins, 1948, 1969). À ce jour, les mécanismes physique à l'origine de l'effet Mullins n'ont toujours été identifiés et la littérature est relativement fournie en hypothèses de toute sorte. Deux approches se dégagent : soit l'effet Mullins est dû à la viscoélasticité du matériau (Govindjee et Simo, 1992; Drozdov et Dorfmann, 2001), soit l'effet Mullins est indépendant de la viscoélasticité et dans ce cas il est défini comme un phénomène d'endommagement qui se traduit soit par la perte de raideur au cours des cinq premiers cycles (Miehe, 1995; Klüppel et Schramm, 2000), soit par la perte de raideur entre les deux premiers cycles (De Souza Neto *et al.*, 1994; Marckmann *et al.*, 2002; Chagnon, 2003). Notons que la différence de raideur entre les premières charges d'un essai cyclique, est un phénomène quasi-réversible sur le long terme (de l'ordre de 90% de la raideur sont recouvrés en 150 jours). En

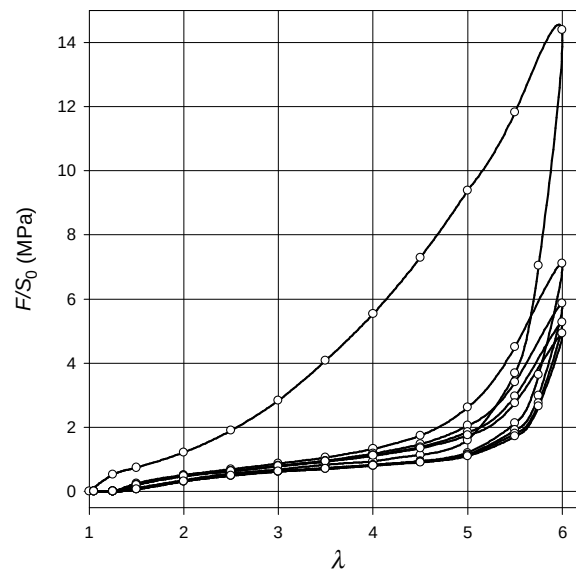


FIG. I-1.8 – Réponse d'un élastomère à un chargement cyclique. Essai de traction uniaxiale : cinq cycles sont effectués à 500%.

fait, dans la bibliographie, il apparaît que ce recouvrement est complet pour certains matériaux mais seulement partiel pour d'autres, en fonction de la composition de l'élastomère (Mullins, 1969). Cependant, dans tous les cas, la durée nécessaire au recouvrement est considérablement réduite par un recuit du matériau (Bueche, 1961).

Chapitre 2

État de l'art sur la fatigue des élastomères

Sommaire

2.1	Préliminaires à l'état de l'art	28
2.2	Les essais de la bibliographie	31
2.2.1	Conditions expérimentales en fatigue uniaxiale	31
2.2.2	Conditions expérimentales en fatigue multiaxiale	33
2.2.3	Critères expérimentaux de fin de vie	34
2.3	Les résultats déjà obtenus	36
2.3.1	Fatigue uniaxiale	36
2.3.2	Fatigue multiaxiale	40
2.3.3	Influence de la température	43
2.3.4	Localisation et direction de fissuration	44

La fatigue des élastomères est un problème relativement récent, puisque les premières études datent de la seconde guerre mondiale, avec l'utilisation des élastomères dans les pièces mécaniques. D'un point de vue général, la fatigue des élastomères est abordée de la même manière que celle des métaux : l'amorçage est distingué de la propagation . Même si cette approche est largement utilisée pour les métaux, il convient de tenir compte des fortes disparités qui existent entre ces deux types de matériau, tant au niveau de la microstructure que du comportement en fatigue. Ainsi, les résultats obtenus pour les élastomères en utilisant une telle approche peuvent parfois être très éloignés de la réalité. En ce qui concerne la prédiction de la durée de vie, deux approches sont classiquement adoptées. Soit l'objectif est de prédire la fin de vie à partir de l'histoire de grandeurs de la mécanique des milieux continus en postulant qu'elles sont intrinsèques à la fatigue des élastomères, soit l'objectif est de prédire de quelle manière va croître une fissure (sa vitesse de propagation, sa direction, ...). Les essais de fatigue expérimentaux réalisés dans le cadre de ces deux approches sont très différents, puisque dans un cas une éprouvette vierge de toute sollicitation mécanique est soumise à un chargement cyclique et dans l'autre cas, une éprouvette pré-entaillée est soumise à un chargement cyclique afin de suivre la croissance de la fissure. À l'instar de la plupart des pièces anti-vibratoires pour l'automobile, les paliers élastomères perdent leur fonctionnalité suite à l'apparition de fissures macroscopiques en surface. C'est pourquoi, même si la littérature abonde de travaux sur la propagation de fissure dans les

élastomères (Gehman et Clifford, 1954; Braden et Gent, 1960a,b; Lake et Lindley, 1965; Lazareva et Khromov, 1974; ?; Lake, 1995; Bathias *et al.*, 1997; Busfield *et al.*, 1997; Mandell *et al.*, 1997; Zhao et Gherbemeskel, 2000; Charrier *et al.*, 2003), ces approches sont mal adaptées à notre cas puisqu'elles ne prennent pas en compte la phase d'amorçage des fissures. Ainsi, l'état de l'art qui suit se concentre exclusivement sur la fatigue d'un matériau initialement non-fissuré et vierge de toute sollicitation mécanique.

2.1 Préliminaires à l'état de l'art

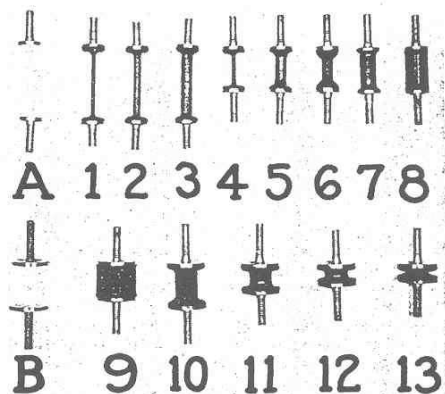
L'étude de la fatigue des élastomères étant traitée de la même manière que celle des métaux, il convient de rappeler dans un premier temps les termes classiquement utilisés. Tout d'abord, dans les cas de chargement cyclique un rapport (noté R) est défini comme étant le minimum/maximum sur un cycle de la grandeur d'asservissement. En fonction de cette grandeur, ce rapport sera indiqué U , F , ε , σ ou θ pour un asservissement en déplacement, en effort, en déformation, en contrainte ou en angle respectivement. Le tableau I - 2.1 récapitule les différents cas de chargement cyclique en fonction de la valeur du rapport de charge dans le cas de la fatigue uniaxiale asservie en effort. Dans le cas des élastomères, le mode d'asservissement de l'essai (en effort ou

TAB. I - 2.1 – Cas de chargement cyclique en fonction de R_F

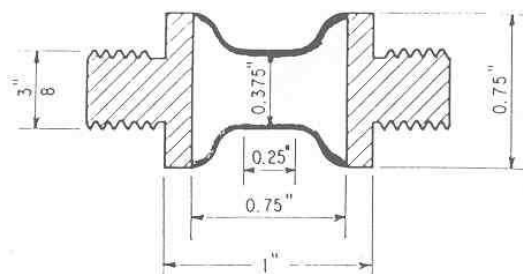
R_F	Cas de chargement cyclique
1	chargement constant
]0;1[	traction/traction
0	traction répétée
]-1;0[	traction/compression $ F_{\max} > F_{\min} $
-1	traction/compression symétrique
]-∞;-1[	traction/compression $ F_{\max} < F_{\min} $
-∞	compression répétée
]1;-∞[	compression/compression

en déplacement) influe sur la réponse de l'élastomère : l'asservissement en effort imposé engendre du fluage cyclique et l'asservissement en déplacement imposé de la relaxation cyclique. De plus, compte tenu du comportement non-linéaire des élastomères, seul l'essai à déplacement imposé garantit une vitesse de déformation constante au cours du cycle. Pour toutes ces raisons ainsi que pour des contraintes techniques (course de vérin limitée), les essais de fatigue d'élastomères sont souvent menés en déplacement imposé. Dans ce cas, le cas de chargement est défini à partir du rapport de déplacement $U_{\min}/U_{\max}$ noté R_U .

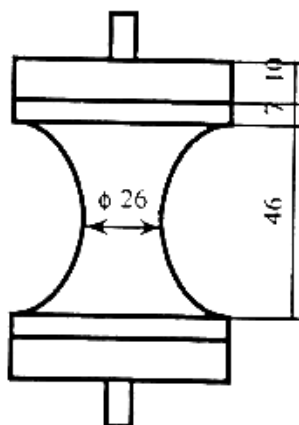
Ensuite, nous devons expliciter une expression que nous avons reprise de la thèse de Mars (2001) et qui sera utilisée plusieurs fois dans l'état de l'art. Il s'agit de « grandeur intrinsèque à la fatigue des élastomères ». Une grandeur est dite intrinsèque à la fatigue des élastomères si, quel que soit le cas de chargement, une courbe maîtresse relie la valeur de cette grandeur au nombre de cycles à fin de vie.



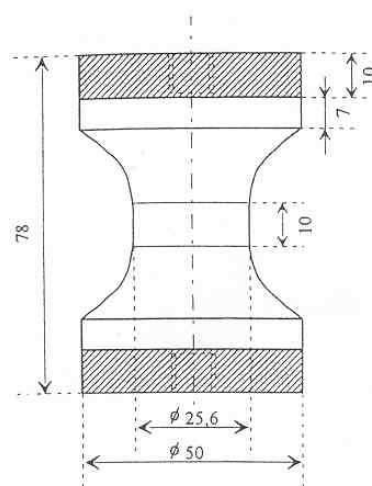
(a) Éprouvettes cylindriques (Cadwell et al., 1940).



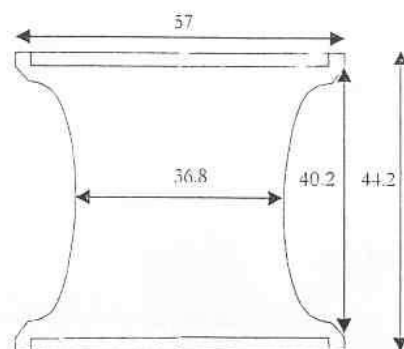
(b) Éprouvette Diabolo (Beatty, 1964).



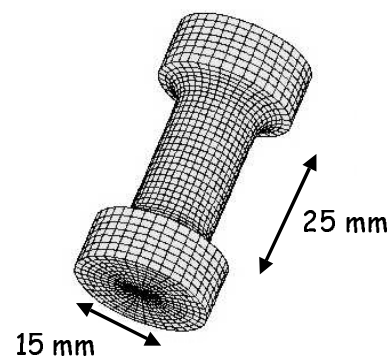
(c) Éprouvette Diabolo (Lu, 1991; Xie, 1992; Bathias et al., 1998).



(d) Éprouvette Diabolo (André, 1999).

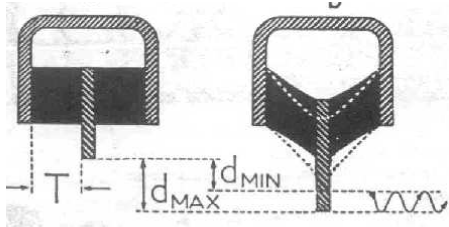


(e) Éprouvette Diabolo (Robisson, 2000).

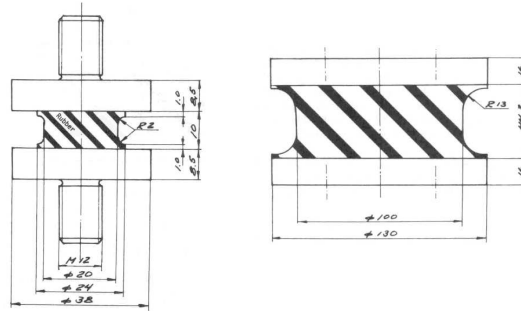


(f) Éprouvette cylindrique (Abraham et al., 2001, 2005).

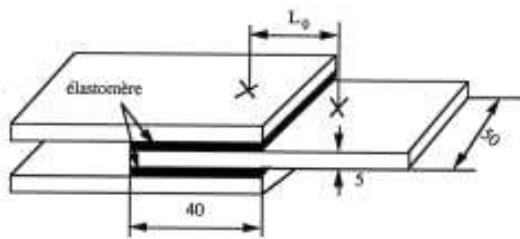
FIG. I-2.1 – Éprouvettes de fatigue uniaxiale.



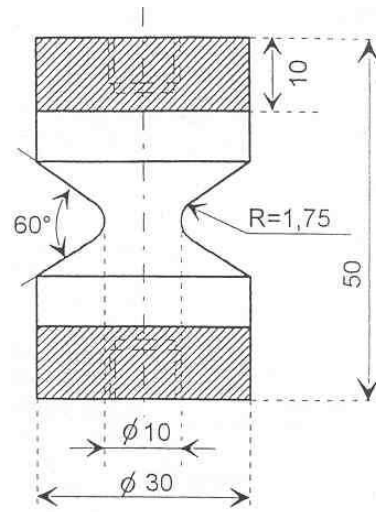
(a) Éprouvette de double cisaillement (Cadwell et al., 1940).



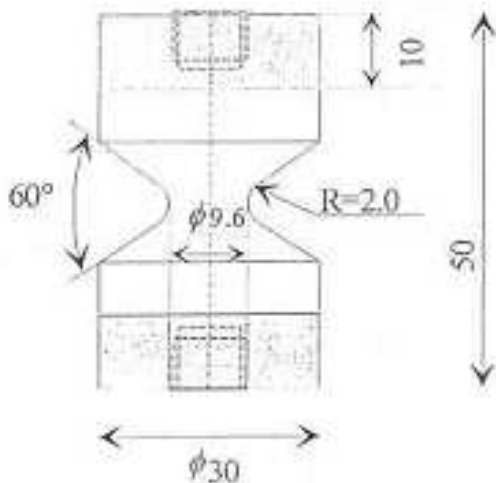
(b) Plots Diabolo (Svensson, 1981).



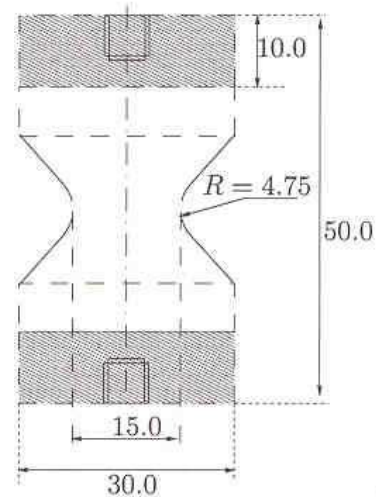
(c) Éprouvette de double cisaillement (Xie, 1992).



(d) Éprouvette AE2 (Saintier, 2000).



(e) Éprouvette AE2 (Robisson, 2000).



(f) Éprouvette AE5 (André, 1999).

FIG. I -2.2 – Éprouvettes de fatigue multiaxiale.

Enfin, l'état de l'art qui suit reprend les différentes géométries d'éprouvette utilisées au cours des essais de fatigue. Pour des raisons de clarté, ces dernières sont regroupées dans la figure I - 2.1 pour la fatigue uniaxiale et dans les figures I - 2.2 et I - 2.3 pour la fatigue multiaxiale.

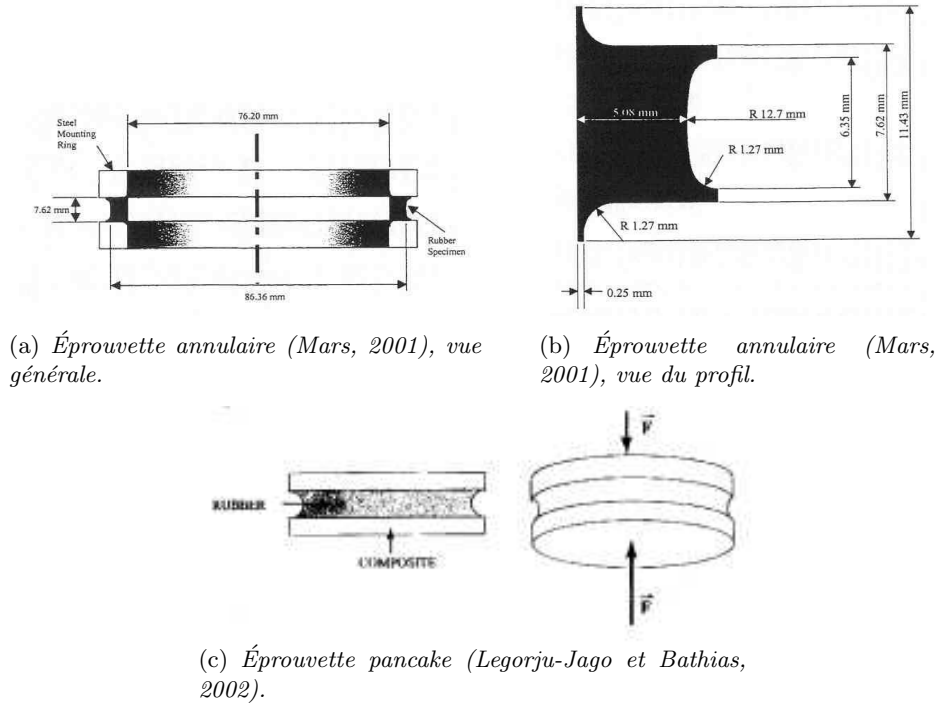


FIG. I - 2.3 – Éprouvettes de fatigue multiaxiale (suite).

2.2 Les essais de la bibliographie

2.2.1 Conditions expérimentales en fatigue uniaxiale

Les premiers essais de fatigue exploitables de la littérature sont ceux de Cadwell *et al.* (1940). Les auteurs s'intéressent à la réponse du caoutchouc naturel chargé de noirs de carbone, soumis à une sollicitation uniaxiale imposée en déplacement. Les éprouvettes cylindriques utilisées sont testées en compression/compression, traction/compression, traction répétée et traction/traction. Comme le montre la figure 2.1(a), leurs dimensions varient afin de s'affranchir de l'effet de forme. Trois fréquences sont considérées selon la gamme de déplacement : 3, 11 et 60 Hz. L'enjeu de l'étude est double : définir l'influence de l'amplitude de déplacement pour un même déplacement minimum et définir l'influence du niveau du déplacement minimum pour une amplitude de déplacement fixée. Les essais de fatigue se poursuivent en 1943 dans les travaux de Fielding (1943), avec pour objectif de différencier le comportement des élastomères qui cristallisent sous contrainte de ceux qui ne cristallisent pas sous contrainte. En s'inspirant des conditions de chargement de l'étude précédente, Fielding teste des éprouvettes cylindriques en traction, à 10 Hz environ, avec des amplitudes de déformation variant de 20 à 400%. Les éprouvettes sont moulées avec quatre matériaux : deux cristallisables sous contrainte et deux qui ne le sont pas. Une nouvelle géométrie d'éprouvette est introduite en 1964 par Beatty (1964), elle porte le nom d'éprouvette Diabolo et remplacera par la suite les éprouvettes cylindriques. Comme le montre

la figure 2.1(b), l'avantage de cette géométrie est de concentrer l'endommagement au milieu de l'éprouvette. Les essais sont réalisés à 3 Hz, l'amplitude de déformation est unique (75% quel que soit l'essai) et la déformation nominale varie de -75 à +75%. Notons que Beatty analyse les résultats sans tenir compte du fait que la déformation locale en fond d'entaille est supérieure à la déformation nominale imposée à l'éprouvette.

Cinquante ans après l'article de Cadwell *et al.*, les possibilités de calcul numérique ouvre la voie au traitement du comportement complexe des élastomères et à l'exploitation des résultats expérimentaux à l'aide des grandeurs locales. Ainsi, sous réserve d'utiliser des grandeurs intrinsèques à la fatigue des élastomères, les résultats d'essais peuvent être transposés aux pièces industrielles. Les premières approches réalisées dans cet esprit sont celles de Lu (1991) et de Xie (1992). Ces travaux, à caractère expérimental, sont réalisés sur les éprouvettes Diabolo de la figure 2.1(c) en élastomères cristallisables sous contrainte soumises à de la traction/compression par un signal symétrique en déplacement ($R_U = -1$) à une fréquence de 3,5 Hz. Lu s'intéresse à l'effet de la température, celle-ci variant de -50 à 80°C et Xie cherche plutôt à caractériser l'influence de l'environnement à température ambiante. Par la suite, Bathias *et al.* (1998) reprennent la géométrie d'éprouvette Diabolo utilisée par Lu afin d'étudier plus précisément l'influence de la cristallisation sous contrainte sur la durée de vie en fatigue. Il étudient des élastomères cristallisables, partiellement cristallisables et non-cristallisables sous contrainte. Même si l'expression « partiellement cristallisable » reste à définir, les auteurs analysent les différences de comportement entre ces matériaux et ce, pour différentes températures. Contrairement à Lu, Bathias *et al.* réalisent leurs essais à force imposée, de manière à travailler à amplitude de contrainte constante et à contrainte moyenne variable. En 1999, les travaux de thèse d'André (1999) sur le caoutchouc naturel ont pour but de construire un diagramme de Haigh afin de prendre en compte l'effet d'un chargement non-relaxant et de proposer un modèle de prédiction de la durée de vie dans le cas de la fatigue uniaxiale. Des éprouvettes Diabolo, dont la géométrie est donnée par la figure 2.1(d), sont sollicitées en traction/traction et traction/compression à déplacement imposé, à une fréquence de 1 Hz et à température ambiante. À l'instar de celles de Beatty (1964), ces éprouvettes Diabolo présentent une partie centrale cylindrique. L'avantage de cette géométrie est de fournir un état de déformation parfaitement uniaxial au centre, mais son principal inconvénient est de concentrer les contraintes au niveau du rayon de raccordement. Une nouvelle étude sur les élastomères non-cristallisables sous contrainte est réalisée par Robisson (2000) qui considère plusieurs formules de SBR chargés de silices à température ambiante et fixe la fréquence d'essai à ≈ 3 Hz, compromis entre un temps d'essai raisonnable et un auto-échauffement réduit. La géométrie de l'éprouvette utilisée est donnée figure 2.1(e). En 2001, Abraham *et al.* (2001) s'interrogent sur la capacité des matériaux non-cristallisables sous contrainte à présenter, sous certaines conditions, une augmentation de la durée de vie du même type que celui observé pour les matériaux cristallisables sous contrainte. Les auteurs réalisent ainsi des essais afin de déterminer l'influence de la contrainte moyenne et de la contrainte maximale sur deux EPDM : l'un chargé de noirs de carbone, l'autre non. Les essais sont réalisés à 1 Hz. Ils compléteront cette étude en 2005 par des essais sur un autre matériau qui ne cristallise pas sous contrainte : le SBR, formulé avec et sans noir de carbone (Abraham *et al.*, 2005). Ils utilisent l'éprouvette de la figure 2.1(f) dont la partie utile est cylindrique. Parmi les derniers travaux sur la fatigue uniaxiale, citons l'approche adoptée par Cantournet (2000) sur ce même matériau. Dans sa thèse, Cantournet s'attache à prédire la durée de vie à partir du suivi de l'effort de réaction au cours de l'essai. Comme André, les essais sont réalisés pour différentes amplitudes et moyennes de déplacement. Les essais se font à 1,8 Hz, à température ambiante et sur des éprouvettes altères cylindriques de faible section.

2.2.2 Conditions expérimentales en fatigue multiaxiale

Rares sont les travaux visant à étendre les résultats obtenus sous sollicitations monoaxiales aux sollicitations multiaxiales. Même si les premiers travaux de la bibliographie sont ceux de Cadwell *et al.* (1940) sur des éprouvettes de double cisaillement présentées sur la figure 2.2(a), cette étude reste qualitative, les auteurs cherchant uniquement à vérifier si les tendances observées sous sollicitation uniaxiale s'applique pour des chargements multiaxiaux. Par la suite, Roberts et Benzies (1977) proposent de comparer le comportement en fatigue du NR et du SBR chargés et non chargés de noirs de carbone, en traction uniaxiale répétée et équibiaxiale. La fréquence des essais est ajustée en fonction de l'amplitude d'élongation de manière à éviter l'auto-échauffement. Les auteurs utilisent des éprouvettes lanières pour la traction uniaxiale et de fines plaques pour la traction équibiaxiale. Alors que ces essais en traction équibiaxiale existaient déjà pour la propagation de fissure dans une plaque préfissurée (Gehman et Clifford, 1954; Lazareva et Khromov, 1974), Roberts et Benzies furent les premiers à les mettre en œuvre sur une plaque non-fissurée. Depuis, ces essais font référence pour la fatigue équibiaxiale. Par la suite, de nouveaux travaux sont publiés par Svensson (1981) dans lesquels deux géométries de plots Diabolo représentées sur la figure 2.2(b) sont sollicitées en cisaillement à déplacement imposé avec précharge. Les plots de plus petite section sont testées à 10 Hz tandis que ceux de plus grande section sont testés à 1,8 Hz. Malgré les résultats obtenus, les essais de fatigue en cisaillement demeureront anecdotiques dans les travaux ultérieurs, même si Xie (1992) réalise quelques essais de cisaillement sur des éprouvettes de double cisaillement dont la géométrie est décrite sur la figure 2.2(c).

Comme pour les essais uniaxiaux, l'étude de la fatigue en chargement multiaxial débute réellement à partir du moment où l'outil informatique permet d'analyser les mesures expérimentales sur la base des grandeurs locales. C'est pourquoi, suite à ses travaux sur la fatigue uniaxiale, André (1999) cherche à étendre ses résultats à la fatigue multiaxiale. Il utilise ainsi l'éprouvette axisymétrique entaillée de la figure 2.2(d) qu'il sollicite en torsion et en traction/compression et traction/traction. L'auteur utilise également un coefficient de triaxialité, défini par le rapport de la pression hydrostatique à la contrainte équivalente de Von Mises et dont le calcul montre que même en chargement uniaxial, cette géométrie d'éprouvette présente un champ de contraintes plus multiaxial que l'éprouvette Diabolo, surtout aux faibles élongations. Dans le même esprit, les travaux de thèse de Robisson (2000) et de Saintier (2000) débutent par une étude en fatigue uniaxiale puis cherchent à étendre les résultats et analyses au cas de chargements multiaxiaux. Robisson étudie la fatigue du SBR chargé de silices en torsion avec des éprouvettes AE2 (figure 2.2(e)). L'objectif est de définir des grandeurs représentatives de l'état d'endommagement généralisées au cas de chargements multiaxiaux afin d'identifier une loi empirique qui les relie aux nombres de cycles à amorçage. Saintier s'intéresse quant à lui à la traction/compression, à la traction/compression avec précharge statique en torsion, et à la torsion cyclique sur des éprouvettes Diabolo et axisymétriques entaillées en caoutchouc naturel. Il utilise les géométries d'éprouvettes d'André *et al.* (figures 2.1(d) et 2.2(d)) et il introduit une géométrie d'éprouvette axisymétrique supplémentaire (figure 2.2(f)), dont le rayon d'entaille vaut 5 mm et qu'il nomme AE5. Il convient de noter que lors de leurs travaux André, Robisson et Saintier s'intéressent aux mécanismes d'endommagement en fatigue et mènent diverses observations avec un microscope électronique à balayage (MEB). Saintier ira jusqu'à étudier les propriétés de cristallisation du caoutchouc naturel chargé aux noirs de carbone et soumis à une sollicitation cyclique.

Cet inventaire des essais de fatigue multiaxiaux se termine par les travaux de thèse de Mars (2001). Dans son étude, Mars introduit une nouvelle géométrie d'éprouvette, formée par un anneau d'élastomère adhésivé à deux inserts métalliques comme le montre les figures 2.3(a) et

2.3(b). Mars justifie cette géométrie au regard d'un certain nombre d'objectifs à atteindre dont les principaux sont :

- (i) Générer un champ de déformation relativement uniforme dans l'épaisseur de l'anneau afin de simplifier la relation déformation-déplacement et faciliter la détermination de l'histoire des contraintes et des déformations à partir des mesures expérimentales ;
- (ii) Assurer que la fissure apparaîtra en surface extérieure de l'éprouvette afin de faciliter sa détection et d'observer sa croissance ;
- (iii) Éviter la rupture adhésive entre l'élastomère et les inserts métalliques ;
- (iv) Soumettre l'éprouvette à des chargements compatibles avec les moyens d'essais et de mesures disponibles ;
- (v) Produire les éprouvettes par des techniques de moulages industrielles afin d'être soumis aux mêmes contraintes que les pièces produites en série ;
- (vi) Réduire les effets de structure lors de chargement en compression.

Les dimensions finales de l'éprouvette sont optimisées par des calculs par éléments finis. La campagne d'essais de fatigue multiaxiale que Mars entreprend est la plus complète disponible dans la bibliographie. Il réalise d'abord des essais uniaxiaux en déplacement imposé à R_U nul, la déformation nominale variant de 25 à 200%, puis des essais de torsion répétée et alternée en angle imposé ($R_\theta = 0$ et $R_\theta = -1$). Selon l'auteur, la comparaison de ces deux essais à R_U et R_θ nuls doit être discriminant pour le choix d'une grandeur équivalente entre les deux cas de chargement. Ensuite, il combine les sollicitations uniaxiales à la torsion, d'abord en phase puis hors-phase. L'intérêt de chargements multiaxiaux hors-phase est de se placer dans un cas de figure où l'endommagement maximum dépend de l'histoire du chargement et non plus de son maximum.

Cette description exhaustive des campagnes d'essais de fatigue menées sur les élastomères met en évidence le peu d'études disponibles. Même si le nombre de publications a considérablement augmenté depuis le développement de l'outil informatique dans les années 90, la fatigue des élastomères reste peu étudiée, en particulier au niveau des mécanismes physiques de l'endommagement en fatigue.

2.2.3 Critères expérimentaux de fin de vie

La notion de critère expérimental de fin de vie est fondamentale puisqu'elle conditionne l'interprétation des résultats d'essais ainsi que leur comparaison. Dans la bibliographie, trois types de critère de fin de vie sont considérés :

- (i) Le premier critère de fin de vie est la rupture finale de la pièce (Cadwell *et al.*, 1940). Ce critère, quoique discutable en fonction des applications industrielles visées, est le plus naturel. Il peut aussi être employé lors d'essais à amorçage de fissure lorsque la section de l'éprouvette est suffisamment faible pour négliger la phase de propagation de la fissure (Cantournet, 2000; Roberts et Benzies, 1977). Notons que dans ce cas, le rapport volume/surface utile devient faible et il est difficile de s'affranchir de l'influence des défauts. De plus, en fatigue multiaxiale, ces approximations ne peuvent plus être faites compte tenu du volume nécessaire à l'obtention de chargements locaux multiaxiaux ;
- (ii) Le second critère proposé est issu de l'analyse du suivi de l'effort maximal de réaction. En effet, les courbes représentant l'évolution de l'effort maximal de réaction en fonction du nombre de cycles peuvent se décomposer en trois phases, comme le montre la figure I - 2.4. La première phase, dite phase d'accommodation (notée 1 sur la figure), correspond à une

perte rapide de la rigidité du matériau. La seconde phase (notée 2 sur la figure) voit cet effort se stabiliser. Ce plateau dans la courbe représente la majorité de la vie de la pièce. Enfin, la troisième phase (notée 3 sur la figure) correspond à la chute brutale de l'effort maximal de réaction jusqu'à la rupture. Dans leurs thèses, Lu et Xie proposent de définir

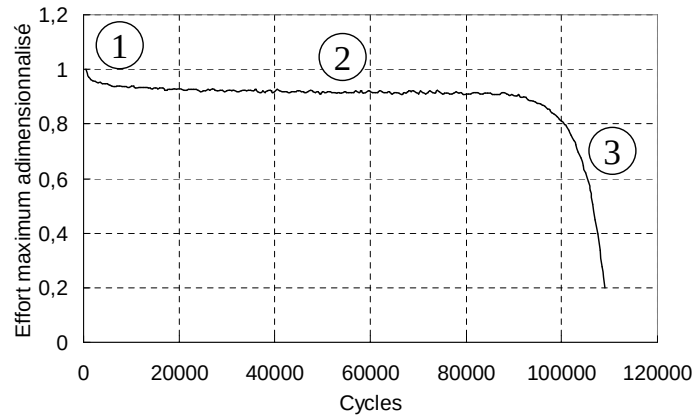


FIG. I-2.4 – Suivi de l'effort maximal de réaction en fonction du nombre de cycles (Lu, 1991).

la fin de vie comme étant le nombre de cycles à partir duquel l'effort maximal de réaction chute brutalement (Lu, 1991; Xie, 1992). Dans le cas où sa valeur chute plus lentement, la fin de vie est atteinte lorsque l'effort maximal de réaction a diminué de X% par rapport à l'effort stabilisé. Pour les éprouvettes de double cisaillement par exemple, Xie définit la fin de vie comme étant le nombre de cycles pour lequel l'effort maximal de réaction vaut 50% de cet effort stabilisé. Mars (2001) utilise aussi ce type de critère et définit la fin de vie comme étant le nombre de cycles où l'effort (ou le couple de réaction) chute de 15% par rapport à sa valeur stabilisée. Il remarque que ce critère conduit à une taille de fissure n'excédant pas le millimètre dans le cas des éprouvettes annulaires qu'il utilise. Ce critère est souvent utilisé dans les cahiers des charges des pièces industrielles, car la chute de raideur de la pièce est associée à la perte de sa fonctionnalité ;

- (iii) Le troisième critère de fin de vie est fondé sur la détection optique des fissures et sur la définition d'une taille critique de ces dernières. Ce critère permet d'arrêter l'essai une fois la phase d'amorçage achevée. Les essais sont arrêtés une fois atteint le nombre de cycles à l'amorçage d'une fissure macroscopique à la surface de l'éprouvette. Svensson (1981) est le premier à justifier ce type de critère et définit trois étapes dans la vie d'une pièce élastomère. D'abord, la longueur de la fissure est inférieure à 1 mm, puis elle est comprise entre 1 et 2,5 mm, enfin elle excède 2,5 mm. La deuxième étape correspond à la fin de vie de la pièce. Svensson indique qu'il est préférable de ne pas attendre la rupture finale de la pièce, car la vitesse de fissuration devient très irrégulière lorsqu'on approche la rupture finale, en particulier si l'on travaille à déplacement imposé. Xie (1992) utilise également ce critère pour l'exploitation des essais sur éprouvette de double cisaillement et il définit la fin de vie comme étant le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure de 3 mm en surface. Ce critère est par ailleurs utilisé dans les travaux de André (1999), Robisson (2000), Saintier (2000) et Ostojka-Kuczynski *et al.* (2003) qui définissent la fin de vie de la pièce par l'apparition d'une fissure de 1 mm à la surface du Diabolo. André indique cependant que l'apparition de fissure a lieu bien avant la rupture finale de la pièce, et que le choix de la taille critique de la fissure est conventionnel.

Remarquons que certaines études ne mentionnent pas le critère de fin de vie utilisé. C'est le cas des travaux de Fielding (1943), de Beatty (1964), et plus récemment d'Abraham *et al.* (2001, 2005) sur l'EPDM et le SBR. Cela pose évidemment des difficultés d'interprétation des résultats et de comparaison avec les études similaires. En fonction du matériau utilisé, le comportement en propagation n'est pas comparable et le choix de la taille critique de la fissure macroscopique influence de façon importante les résultats.

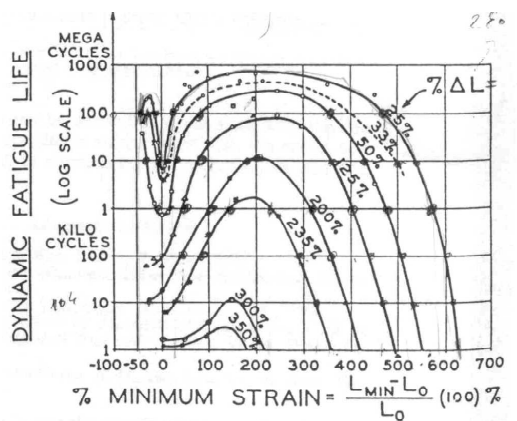
2.3 Les résultats déjà obtenus

Dès les premières campagnes d'essais réalisées par Cadwell *et al.* (1940), Fielding (1943) et Beatty (1964), la base du comportement en fatigue des élastomères est posée. Même s'ils sont peu cités dans les publications plus récentes, notons qu'elles permettent dès 1940 de différencier le comportement des élastomères cristallisables sous contrainte des métaux et dès 1943 de distinguer le comportement des élastomères cristallisables sous contrainte de ceux qui ne cristallisent pas sous contrainte. Dans cette partie, les résultats sont présentés en fonction du cas de chargement, uni- ou multiaxial, en différenciant le comportement des matériaux cristallisables sous contrainte de ceux qui ne le sont pas.

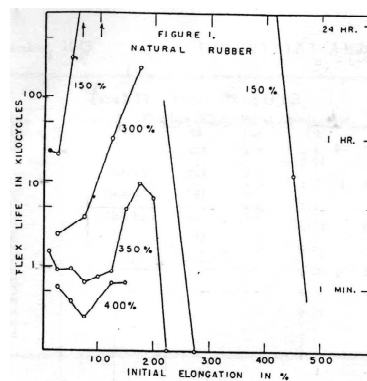
2.3.1 Fatigue uniaxiale

2.3.1.1 Élastomères cristallisables sous contrainte

Les diagrammes de la figure I-2.5, montrent l'évolution de la durée de vie en fonction du nombre de cycles à rupture pour une amplitude de déformation constante. Ces diagrammes démontrent que la durée de vie en traction de la pièce en caoutchouc naturel passe par un minimum lorsqu'elle est sollicitée à rapport de déplacement nul. L'analyse générale de ces courbes met en évidence :



(a) Cadwell et al. (1940).



(b) Fielding (1943).

FIG. I-2.5 – Durée de vie du caoutchouc naturel.

- (i) Qu'une pièce chargée en traction/compression a une durée de vie plus importante que lorsqu'elle est chargée en traction répétée, et ce pour une même amplitude de chargement. On retrouve ainsi pour les élastomères cristallisables sous contrainte l'effet bénéfique des

précharges en compression, résultat classique déjà rencontré dans le cas des matériaux métalliques : la partie en compression du cycle n'endommage pas ou peu la pièce ;

- (ii) Qu'une pièce chargée en traction/traction a une durée de vie plus importante qu'une pièce chargée en traction répétée à même amplitude de chargement. Ainsi, l'augmentation du niveau de chargement moyen conduit à une augmentation de la durée de vie. Ce résultat est l'un des résultats majeurs pour la fatigue du caoutchouc naturel. Remarquons en toute rigueur que le minimum de durée de vie n'est pas obtenu pour une déformation minimale nulle, mais pour une déformation minimale légèrement positive. Enfin, rappelons que Cadwell *et al.* ne définit pas le type de rupture de la pièce. Comme la fatigue est un phénomène local, ceci a pour conséquence de rendre inexploitable la partie de la courbe en compression/compression, car il est très probable que les types de rupture observés en compression/compression soient très différents de ceux observés en traction répétée et en traction/traction.

Notons toutefois que Cadwell *et al.* ont construit ces courbes en superposant des résultats obtenus à partir d'éprouvettes de rapports de forme différents (le rapport diamètre/hauteur varie entre 1/6 et 8), sans tenir compte de l'effet de la fréquence et de la température.

Par la suite, les auteurs abandonnent le diagramme déformation minimale-nombre de cycle de Cadwell *et al.* et de Fielding au profit de nouvelles représentations. En fait, deux problèmes fondamentaux se posent lors de la construction d'une courbe de fatigue : la définition du critère de fin de vie de la pièce (voir le paragraphe 2.2.3), et le choix de la ou des grandeur(s) scalaire(s) qui sont supposées traduire l'endommagement en fatigue (contrainte, déformation, énergie, ...). Les mécanismes physiques de l'endommagement dans les élastomères n'étant pas bien établis, les premières analyses sont fondées sur l'expérience acquise sur la fatigue des métaux.

Nous reprendrons dans la suite de cette section les différentes grandeurs rencontrées dans la bibliographie, ainsi que les analyses des différents auteurs sur leur pertinence.

Amplitude de contrainte - nombre de cycles (ou diagramme de Wöhler)

Issue de la fatigue des métaux, ce diagramme est rarement utilisé pour la fatigue des élastomères. Ici, nous n'avons retenu que l'étude menée par Bathias *et al.* (1998) qui, faisant varier le rapport de charge, montrent que la courbe Wöhler est la plus conservative.

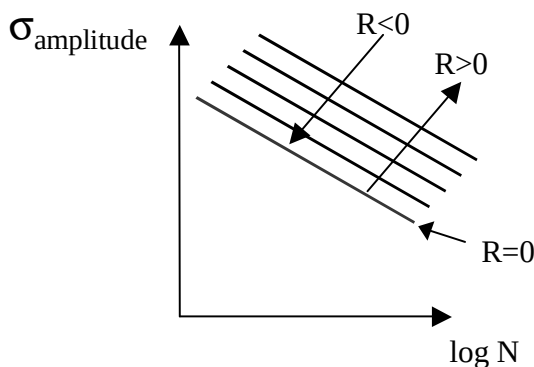


FIG. I-2.6 – Augmentation de la durée de vie en traction/traction dans le diagramme de Wöhler : la courbe de traction répétée est la courbe la plus conservative (d'après Bathias *et al.* (1998)).

Remarque : une caractéristique de certains matériaux métalliques est l'existence d'une limite d'endurance σ_D (pour les aciers par exemple). Aucun des articles parus dans la bibliographie

ne mentionne cette limite d'endurance : est-ce parce qu'il n'existe pas de limite d'endurance pour les élastomères, ou est-ce parce que les essais réalisés ne permettent pas de mettre en évidence le phénomène (pas d'essais à très faible niveau de chargement) ? Si l'on suppose que l'amorçage d'une fissure macroscopique comprend une phase de propagation, l'existence d'une valeur seuil d'énergie de déchirement en propagation devrait impliquer l'existence d'une « limite d'endurance » pour les élastomères (sauf si l'élastomère est sensible aux dégradations dues à l'environnement).

Contrainte maximale - nombre de cycles

Lu (1991) propose d'exploiter les mesures expérimentales en termes de contrainte maximale de Cauchy. Remarquons bien qu'une telle analyse revient à négliger l'effet de la contrainte moyenne. Pour l'auteur, la contrainte maximale est mieux adaptée que l'amplitude de contrainte car il travaille sur des modes de chargement symétriques, et la partie en traction du cycle de sollicitation est principalement responsable de la rupture des chaînes et de l'endommagement des élastomères. Les essais de fatigue sont réalisés à déplacement constant, le choix d'une déformation maximale semble plus judicieux pour l'auteur.

Contrainte moyenne - nombre de cycles

Bathias *et al.* (1998) préfèrent travailler en terme de contrainte moyenne : ce choix leur permet de visualiser l'augmentation de la durée de vie en traction/traction comme le montre la figure I - 2.7. De plus, si on suit le raisonnement des auteurs (la cristallisation est responsable de cette augmentation en traction/traction et n'apparaît que si la contrainte minimale est supérieure à une contrainte seuil), il est plus judicieux de travailler en contrainte qu'en déformation. Les auteurs utilisent également ce diagramme pour suivre l'évolution du seuil à partir duquel il y a augmentation de la durée de vie, en fonction de la température de l'essai.

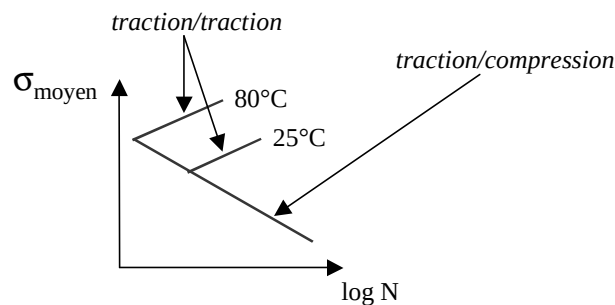


FIG. I - 2.7 – Augmentation de la durée de vie en traction/traction dans le diagramme contrainte moyenne - nombre de cycles à amplitude de contrainte constante (d'après Bathias *et al.* (1998)).

Les études visant à établir spécifiquement l'influence de la contrainte moyenne dans les élastomères cristallisables sous contrainte apparaissent assez tardivement dans la bibliographie, et commencent avec les travaux d'André (1999). Les auteurs choisissent alors de publier leurs résultats dans le diagramme de Haigh, classiquement utilisé pour quantifier l'influence de la contrainte moyenne dans la fatigue des matériaux métalliques. Les résultats des essais uniaxiaux menés par André sont présentés sur la figure I - 2.8. L'augmentation de la durée de vie se traduit dans le diagramme de Haigh de la façon suivante : les lignes à iso-durée de vie, toujours décroissantes dans la zone $R > 0$ dans le cas de matériaux métalliques, sont croissantes dans un

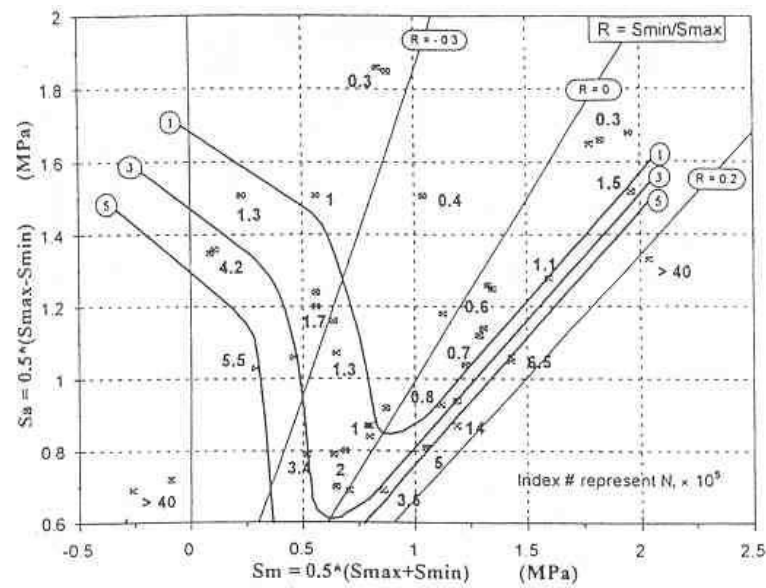


FIG. I-2.8 – Diagramme de Haigh obtenu pour un caoutchouc naturel (André, 1999). S_a est l'amplitude de la contrainte de Cauchy, S_m sa moyenne.

premier temps puis décroissantes jusqu'à se rejoindre au point correspondant à la rupture statique ($\sigma_{moyen} = \sigma_{rupture}$, $\sigma_{amplitude} = 0$). Ainsi, il y a augmentation de la durée de vie du matériau dans la zone $R > 0$. Comme Bathias *et al.*, André explique cette augmentation de la durée de vie en fatigue par la cristallisation sous contrainte. Enfin, comme le notait Cadwell *et al.* (1940), il est difficile d'exploiter les résultats de la compression/compression, car il est très probable que l'origine des ruptures observées dans ce dernier cas soit très différente de celle obtenues en traction répétée ou en traction/traction. Ceci renvoie au choix d'une géométrie d'éprouvette adaptée à la compression/compression. Par la suite, Cantournet (2000) traite les données de sa campagne d'essais uniaxiaux dans un diagramme amplitude d'élongation crête à crête - nombre de cycles à fin de vie et conclut à la nécessité de représenter l'influence de l'élongation moyenne dans un diagramme de type Haigh.

Déformation maximale - nombre de cycles

Lu (1991) et Xie (1992) présentent la plupart de leurs résultats en utilisant la déformation logarithmique. Ce choix n'est pas justifié par les auteurs, mais il leur paraît naturel compte tenu du fait que leurs campagnes expérimentales sont réalisées à déplacement imposé. Ce choix leur permet de plus de s'affranchir des difficultés dues au fluage de l'éprouvette en cours d'essai, du fait de la course limite des vérins utilisés.

Energie dissipée au cours d'un cycle - nombre de cycles

Une alternative au choix de la déformation ou de la contrainte est d'utiliser une grandeur énergétique, par exemple l'énergie de déformation de l'éprouvette ou l'énergie dissipée par cycle. Beatty (1964) est le premier à faire le choix de cette grandeur en reliant l'énergie de déformation totale d'un Diabolo à sa durée de vie. Lu (1991) et Xie (1992) proposent d'utiliser l'énergie dissipée par cycle ΔW , obtenue par intégration de l'aire de la boucle d'hystérésis du cycle stabilisé. Pour les auteurs, ce paramètre est très intéressant car il permet de travailler avec une

courbe de fatigue unique, quel que soit le matériau considéré et quels que soient l'environnement et la température. Remarquons toutefois que Lu et Xie ne testent que deux NR et un butyl, et que la courbe unique obtenue par Lu ne se superpose pas à la courbe unique obtenue par Xie.

2.3.1.2 Élastomères non-cristallisables sous contrainte

Les études sur le comportement en fatigue des élastomères non-cristallisables sous contrainte sont rares. Les quelques résultats disponibles peuvent se classer en deux catégories qui aboutissent à des conclusions contradictoires :

- (i) Certains articles arrivent à la conclusion qu'un élastomère chargé non-cristallisable sous contrainte ne présente pas d'augmentation de sa durée de vie en traction/traction (Fielding, 1943; Bathias *et al.*, 1997) ;
- (ii) D'autres références, plus récentes, montrent au contraire qu'il existe sous certaines conditions une augmentation de la durée de vie du matériau en traction/traction. (Lindley, 1974; Robisson, 2000; Abraham *et al.*, 2001, 2005).

Comme pour les matériaux cristallisables sous contrainte, les auteurs choisissent d'exploiter les essais selon des critères très différents. Par exemple, Robisson (2000) conclut, lors d'essais de fatigue sur des SBR chargés de silices, que la déformation est une grandeur qui paraît plus « probante » que la contrainte. Ainsi, l'endommagement dépendrait de la déformation maximale et de l'amplitude crête-à-crête de la déformation. L'auteur note également que la durée de vie du matériau se renforce lors du passage en traction/traction. D'autres résultats expérimentaux, dont notamment ceux de Abraham *et al.* (2001, 2005) sur l'EPDM et le SBR, viennent contredire les résultats précédemment établis par Fielding (1943) et Bathias *et al.* (1997) en mettant également en évidence une augmentation de la durée de vie du matériau sous certaines conditions de sollicitations. En effet, les résultats d'essais montrent que pour ces matériaux chargés de noirs de carbone, la durée de vie en fatigue augmente en traction/traction. Or, il semble qu'on ne puisse pas attribuer cette augmentation à la cristallisation sous contrainte pour le SBR. Abraham *et al.* montrent de même que lorsque ces matériaux ne sont pas chargés de noirs de carbone, il n'y a pas d'augmentation de la durée de vie. L'influence de la quantité de noirs de carbone rend d'autant plus difficile la comparaison des essais de la bibliographie que les formulations sont différentes, en particulier la proportion de noirs de carbone. Quoi qu'il en soit, les auteurs proposent plusieurs grandeurs d'analyse en fonction du cas considéré. Tout d'abord, ils considèrent l'amplitude de déformation pour un EPDM et un SBR avec et sans noir de carbone. Ils montrent qu'il est possible d'utiliser cette grandeur pour la caractérisation des matériaux non-chargés, mais son utilisation pour les matériaux chargés est plus problématique, puisqu'une telle analyse ne tient pas compte du chargement moyen. Les auteurs formulent la même remarque lorsque les essais sont analysés grâce à la contrainte de Cauchy maximale. Enfin, les auteurs utilisent l'énergie dissipée par cycle car cette grandeur se révèle être la seule permettant d'obtenir pour chaque matériau, i.e. avec et sans charges, une courbe unique quel que soit le mode de sollicitation (traction/traction ou traction répétée). Cette analyse rejoint les résultats obtenus lors de l'analyse des matériaux cristallisables sous contrainte en fatigue uniaxiale pour lesquels les critères énergétiques semblent être les seules grandeurs intrinsèques à l'endommagement des élastomères en fatigue (voir le paragraphe précédent).

2.3.2 Fatigue multiaxiale

De manière générale, les essais uniaxiaux ne sont pas discriminants pour choisir les grandeurs d'analyse à utiliser. Ce choix est en effet étroitement lié à son aptitude à représenter l'endom-

agement dont les origines physiques ne sont pas clairement établies. Cela laisse présager de la difficulté de l'étude de la fatigue multiaxiale, puisque dans la plupart des cas, les travaux consistent à généraliser les grandeurs scalaires de la fatigue uniaxiale.

2.3.2.1 Élastomères cristallisables sous contrainte

Les premiers résultats de la bibliographie sont donnés par Cadwell *et al.* (1940), ils sont obtenus à partir d'essais d'éprouvettes de double cisaillement. Ils montrent qu'en fatigue multiaxiale il y a aussi augmentation de la durée de vie lorsqu'une précharge statique en traction est imposée en déplacement. La suite de ce paragraphe reprend les grandeurs d'analyse utilisées par les différents auteurs, ainsi que leurs conclusions quant aux résultats d'essais.

Roberts et Benzies (1977) testent un caoutchouc naturel et un copolymère de styrène et de butadiène chargés ou non de noirs de carbone en tractions uniaxiale répétée et équibiaxiale à déplacement imposé (Roberts et Benzies, 1977). Les auteurs présentent les résultats dans les diagrammes nombre moyen de cycles à rupture - élongation comme le montre la figure I - 2.9. De

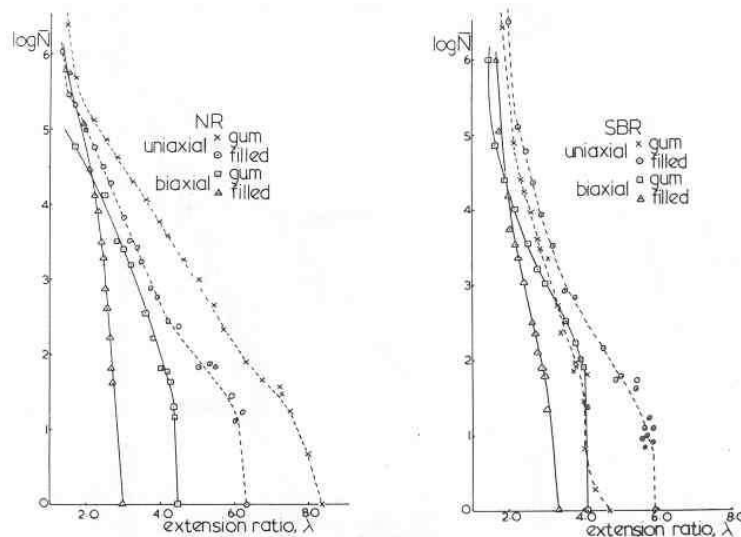


FIG. I - 2.9 – Diagramme N moyen - élongation utilisé par Roberts et Benzies (Roberts et Benzies, 1977).

manière générale, pour un même niveau d'élongation, la durée de vie sous chargement uniaxial est plus grande que pour des sollicitations équibiaxiales, excepté pour le SBR non-chargé pour lequel les courbes sont très proches. Ici, les auteurs ne s'interrogent ni sur la pertinence de la grandeur uniaxiale qu'ils ont choisie, ni sur sa généralisation pour présenter les résultats des chargements équibiaxiaux. De même, les auteurs se placent hors des cas de chargements pour lesquels il y a augmentation de la durée de vie, la pertinence de l'analyse en élongation n'est donc pas discutée.

La première étude qui propose de généraliser des grandeurs uniaxiales d'analyse au cas de la fatigue multiaxiale est celle d'André (1999) relative au caoutchouc naturel. Sous chargement uniaxial, l'auteur utilise le diagramme de Haigh pour analyser ses essais. Il commence son analyse en fatigue multiaxiale par des essais de traction uniaxiale sur éprouvette AE, dont l'une des particularité est de présenter au centre un coefficient de triaxialité plus élevée que l'éprouvette Diabolo. Il conclut que les prévisions réalisées à partir d'un critère établi sur des résultats uniaxiaux sont conservatives. Il réalise ensuite des essais de torsion sur éprouvette AE2 et analyse les

angles des fissures initiées à la surface de l'éprouvette. Il conclut que ces dernières se développent perpendiculairement à la direction de la contrainte principale maximale et propose donc de retranscrire les essais dans le diagramme de Haigh établi par rapport à l'amplitude et la moyenne de la contrainte principale maximale. Le diagramme de Haigh obtenu à déjà été présenté sur la figure I-2.8. La justification de cette grandeur équivalente est relativement sommaire puisque la direction de la contrainte principale maximale coïncide avec celle de l'élongation principale maximale ou de toute autre grandeur qui serait exprimée dans la même base. Comme sous chargement uniaxial, une augmentation de la durée de vie est observé en traction/traction. En perspective, André propose de remplacer la valeur moyenne de la contrainte principale par la pression hydrostatique. L'étude précédente est reprise par Saintier (2000). Ce dernier confirme la pertinence des grandeurs utilisées en fatigue uniaxiale, mais discute le raisonnement étendu au cas multiaxiaux. En effet, l'auteur insiste sur le fait que le calcul de l'amplitude de contrainte principale n'a plus de sens dès lors que le repère principal tourne lors du chargement et propose une correction en redéfinissant un terme d'amplitude. En s'inspirant des travaux de Sines et Crossland (voir Lemaitre et Chaboche (1996)), l'auteur propose d'utiliser une amplitude sous chargement multiaxial à partir du second invariant du déviateur des contraintes. De même, la contrainte moyenne équivalente est donnée par :

$$\bar{\sigma} = \frac{\text{trace}(\sigma)_{\min} + \text{trace}(\sigma)_{\max}}{2} \quad (\text{I-2.1})$$

Pour valider ce passage à la fatigue multiaxiale, Saintier montre qu'en traction/compression ce terme d'amplitude est égal à l'amplitude de contrainte. En revanche, le terme de moyenne ne se réduit pas à la contrainte moyenne. De plus, ces grandeurs ne permettent pas de conserver l'aspect directionnel du dommage qui permettrait de prédire le plan d'apparition de la fissure. L'auteur conclut que cette représentation ne permet pas de décrire de manière satisfaisante les résultats expérimentaux. Pour modéliser la durée de vie en fatigue, il utilisera par la suite une approche par plan critique que nous détaillerons dans la suite.

Les derniers travaux réalisés sur la fatigue multiaxiale du caoutchouc naturel ont été menés par Mars (2001). L'auteur définit une nouvelle grandeur mécanique continue représentative de l'endommagement qu'il appelle « Crack Energy Density » (CED), que nous traduirons par « densité d'énergie de fissuration ». Cette densité d'énergie de fissuration représente selon lui la part de la densité d'énergie de déformation totale libérée lors de la croissance de fissure. Il postule alors que l'énergie libérée par une surface donnée est égale au travail des efforts qui s'y appliquent et qui permettent de la déformer. Ainsi, un incrément de densité d'énergie de fissuration dW_c est défini par le produit d'un vecteur traction et d'un incrément de vecteur déformation :

$$dW_c = \vec{\sigma} \cdot d\vec{\varepsilon} \quad (\text{I-2.2})$$

En projetant le vecteur traction et l'incrément de vecteur déformation sur la normale unitaire du plan matériel de fissuration, il vient :

$$dW_c = \vec{r}^T \boldsymbol{\sigma} \cdot d\boldsymbol{\varepsilon} \vec{r} \quad (\text{I-2.3})$$

Même si la projection d'une grandeur homogène à une énergie de déformation a déjà été proposée pour les métaux en contraintes planes (Glinka *et al.*, 1995), cette approche n'en demeure pas moins innovante pour les élastomères. Mars analyse les résultats d'essais de Roberts et Benzies (1977) en tractions uniaxiale et équi-biaxiale et montre que le CED est une grandeur intrinsèque à la fatigue des élastomères puisque, quel que soit le cas de chargement, les courbes dans le plan CED-durée de vie se superposent. Ceci confirme les premières conclusions de Lu (1991), Xie

(1992) et Abraham *et al.* (2001) quant au fait qu'une grandeur énergétique est plus appropriée pour traduire l'endommagement en fatigue des élastomères.

2.3.2.2 Élastomères non-cristallisables sous contrainte

La seule étude multiaxiale en amorçage de fissure de fatigue sur les élastomères non-cristallisables sous contrainte a été réalisée par Robisson (2000). L'auteur, qui pour des sollicitations uniaxiales conclut à la représentation de l'endommagement par la valeur maximale et l'amplitude crête-à-crête de la déformation, propose d'étendre ces grandeurs. Ainsi, elle définit deux « paramètres pertinents » généralisés aux conditions de sollicitation multiaxiale en fonction desquels seront tracées les courbes iso-durée de vie : E_{pmax} , la déformation principale maximale et ΔE_{II} , le second invariant du tenseur amplitude des déformations. Le diagramme ainsi obtenu met en évidence une augmentation de la durée de vie qui apparaît à partir d'un seuil de déformation principale maximale (à amplitude de déformation constante).

2.3.3 Influence de la température

La bibliographie fournit très tôt des résultats permettant de quantifier l'influence de la température sur la durée de vie des pièces. Les premiers résultats sont fournis par Cadwell *et al.* qui s'intéressent à l'influence de la température et du vieillissement sur la durée de vie d'un matériau cristallisable sous contrainte. Comme le montre la figure I - 2.10, la durée de vie des éprouvettes augmente très fortement lorsque la température augmente de -30 à 15°C environ, puis diminue fortement au-delà de 15°C . Les résultats montrent une réduction de la durée de vie d'un facteur 10 entre 21°C et 65°C . Ces résultats peuvent peut-être s'expliquer

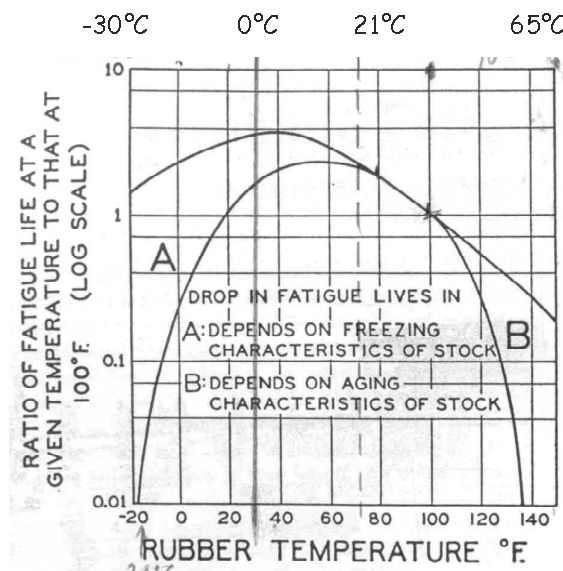


FIG. I - 2.10 – Influence de la température sur la durée de vie d'une éprouvette de traction (Cadwell *et al.*, 1940).

si l'on tient compte de l'échauffement interne très important pour une éprouvette volumique (contrairement aux éprouvettes en contraintes planes utilisées en propagation) : la température réelle de la pièce est très supérieure à la température d'essai et peut donc être suffisante pour provoquer la disparition des cristallites sous chargement (dans ces travaux, Treloar (1975) situe

la température de disparition des cristallites entre 75° et 100°C pour les niveaux de chargement qu'il étudie).

D'autres résultats concernant l'influence de la température sont fournis par Beatty (1964), puis par Lu (1991). Ces résultats sont beaucoup plus cohérents avec les résultats connus en propagation : on retrouve bien la faible sensibilité du NR aux hausses de températures (la courbe de fatigue se déplace d'une décade lorsque la température passe de 0°C à 100°C, figures I-2.11 et I-2.12), alors que les propriétés du SBR se dégradent très rapidement. Enfin, rappelons que

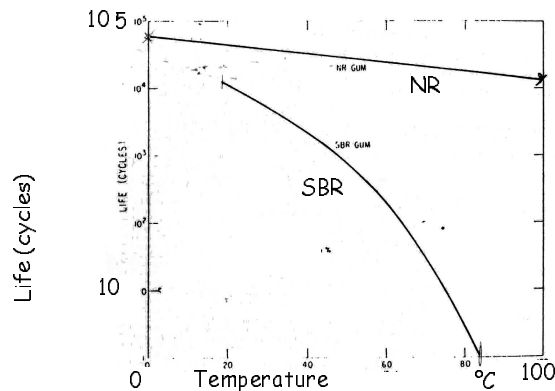


FIG. I-2.11 – Influence de la température sur la durée de vie (Beatty, 1964).

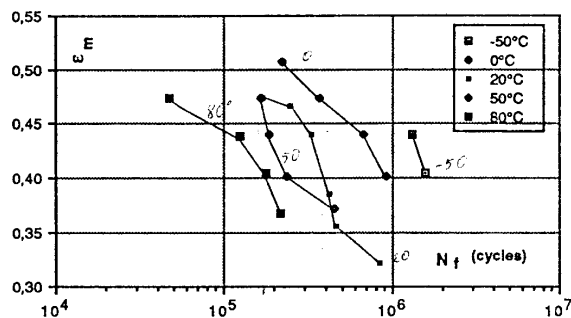


FIG. I-2.12 – Influence de la température représentée dans un diagramme de Wöhler (Lu, 1991).

Bathias *et al.* (1997) montrent que la température influence la contrainte seuil de cristallisation. Cette étude serait à rapprocher du cadre plus général de l'influence de la température sur les mécanismes de cristallisation sous contrainte.

Pour finir, des mesures d'échauffement des éprouvettes en surface et à cœur ont été réalisées dans les thèses de Lu et de Xie. Les mesures à cœur ont été réalisées sur des éprouvettes de double cisaillement en perçant un trou dans le bloc d'élastomère et en y introduisant un thermocouple. Même si le protocole expérimental de mesure de l'échauffement en surface n'est pas détaillé, ces mesures ont permis de mettre en évidence une différence maximale de 50°C entre la surface de l'éprouvette (100°C) et le cœur de l'éprouvette (150°C).

2.3.4 Localisation et direction de fissuration

Tous les travaux récents qui abordent le problème de la fatigue des élastomères s'accordent sur le point suivant : l'amorçage d'une fissure a souvent lieu au voisinage de la surface de l'éprouvette,

en général à partir de défauts provoqués par les joints de moule ou des inclusions (environ $100\ \mu\text{m}$) localisées à la surface ou à proximité de la surface de l'éprouvette. Dans le cas de ces fissures de surface, Saintier localise l'amorçage dans une bande de $400\ \mu\text{m}$ autour du fond d'entaille. L'auteur présente cependant des cas d'amorçage interne sur éprouvette Diabolo lors d'essais de traction/compression avec une précharge statique en torsion. Cette fissuration interne est également observé par Robisson sur des plots Diabolo sollicités en traction, mais l'auteur attribue ce comportement à la présence d'inhomogénéités dans la matière due à une mauvaise localisation des points d'injection. Enfin, en vue d'étudier l'influence de la pression hydrostatique sur les mécanismes d'amorçage de fissures internes, Bathias *et al.* (1998) et Legorju-Jago et Bathias (2001) cherchent à localiser les zones endommagées par tomographie par rayons X. Les analyses portent sur une éprouvette Diabolo sollicitée en traction et en torsion, et sur une éprouvette « pancake » de la figure 2.3(c) en compression/compression. Les conclusions principales des auteurs sont les suivantes :

- (i) Lors de sollicitations en traction/compression, les défauts apparaissent près de la surface de l'éprouvette, et croissent de l'extérieur vers l'intérieur de l'éprouvette ;
- (ii) Lors de sollicitations en compression/compression, les défauts apparaissent dans le volume de l'éprouvette. Dans ce cas, le dommage est dû à de la cavitation. Ce type de rupture est très différent des ruptures observées en traction/compression.

En ce qui concerne l'orientation des fissures de fatigue, peu d'études s'y intéressent. Le premier article qui évoque l'orientation d'une fissure est celui de Beatty (1964), qui décrit, pour le cas de la fatigue uniaxiale, des fissures se propageant perpendiculairement à la déformation principale maximale. L'orientation des fissures ne fera l'objet d'études approfondies que lorsque qu'elle sera devenue discriminante pour la généralisation de grandeurs d'endommagement en fatigue uniaxiale au cas de la fatigue multiaxiale, en particulier pour des approches par plans critiques. Ainsi, des mesures angulaires ont été réalisées par Saintier et Mars au cours de leurs études. Leurs résultats seront discutés au cours de la seconde partie du mémoire.

Conclusion de la première partie

Cette première partie a permis de définir le cadre général de notre étude. La formulation et l'élaboration des élastomères sont complexes et relèvent de compromis à trouver entre les différentes propriétés recherchées. De plus, les élastomères présentent un comportement mécanique caractérisé par leur capacité à supporter de grandes déformations et par l'existence de phénomènes complexes tels que l'effet Mullins dont la physique n'est pas clairement établie.

En ce qui concerne le comportement en fatigue des élastomères, un état de l'art des essais réalisés ainsi que des résultats obtenus a été dressé. Nous retiendrons de ces essais qu'il est difficile de les comparer de manière quantitative. En premier lieu, la fin de vie des éprouvettes est choisie tantôt arbitrairement comme le nombre de cycles pour lequel une fissure de 2 mm environ apparaît en surface, tantôt comme le nombre de cycles à rupture des éprouvettes. Ensuite, la géométrie des éprouvettes varie en fonction de l'auteur. Enfin, les grandeurs mécaniques utilisées sont très diverses et les auteurs ne s'accordent pas sur le choix de l'une d'entre elles pour exploiter les données expérimentales.

- Du point de vue qualitatif, les principaux phénomènes sont observés dès 1940. En effet, les élastomères qui cristallisent sous contrainte présentent une augmentation de la durée de vie lorsque, pour une amplitude de contrainte constante, la contrainte moyenne augmente. Il semble que cette augmentation de la durée de vie s'opère dès que la contrainte reste strictement positive au cours du cycle. Par la suite, ce phénomène est étudié pour les matériaux ne cristallisant pas sous contrainte. Les avis ne sont pas unanimes sur les résultats obtenus.
- En ce qui concerne la prédiction de la durée de vie, même si la plupart des grandeurs d'endommagement satisfont au traitement des résultats des essais uniaxiaux, leur généralisation aux chargements multiaxiaux pose problème aux auteurs. À notre sens, les grandeurs homogènes à des énergies semblent plus pertinentes et nous retiendrons tout particulièrement le formalisme proposé par Mars (2001) qui justifie l'emploi d'une densité d'énergie de fissuration décrivant la croissance de défauts au sein du matériau.

Cet état de l'art met en exergue la nécessité d'établir les mécanismes physiques de l'endommagement en fatigue des élastomères. Il va de soi que la pertinence d'une grandeur d'endommagement doit se justifier par son aptitude à traduire de tels mécanismes. Or, jusqu'à présent, aucune étude complète n'a été menée en vue de caractériser les phénomènes mis en jeu lors de l'endommagement à l'échelle microscopique. Ces deux dernières remarques sont la clé de notre démarche, puisque notre travail s'attache à décrire les mécanismes physiques en jeu dans la fatigue des élastomères. Pour cela, nous étudierons l'endommagement en fatigue de deux matériaux ; un caoutchouc naturel (NR) qui cristallise sous contrainte et un copolymère de styrène butadiène (SBR) qui ne cristallise pas sous contrainte (Mark et Erman, 1988). Les résultats des observations devraient permettre de motiver physiquement la formulation d'une grandeur d'endommagement permettant de prédire la durée de vie des pièces industrielles.

Bibliographie

- Abraham, F., Alshuth, T., et Jerrams, S. (2001). The dependance of mean stress and stress amplitude of the fatigue life of elastomers. *Proceeding IRC 2001 (12-14 june), Birmingham, UK*.
- Abraham, F., Alshuth, T., et Jerrams, S. (2005). The effect of minimum stress and stress amplitude on the fatigue life of non-strain crystallising elastomers. *Mat. Design*, **26**, 239–245.
- André, N. (1999). *Critère local d'amorçage de fissures en fatigue dans un élastomère de type NR*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- André, N., Cailletaud, G., et Piques, R. (1999). Haigh diagram for fatigue crack initiation prediction of natural rubber components. *Kautsch. Gummi Kunstst.*, **52**, 120–123.
- Andrieux, F. (1996). *Sur les milieux visco-hyperélastiques endommageables*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne.
- Ashby, M. F. et Jones, D. R. H. (1991). *Matériaux. 2. Microstructures et mise en œuvre*. Dunod, Paris.
- Bathias, C., Le Gorju, K., Lu, C., et Menabeuf, L. (1997). Fatigue crack growth damage in elastomeric materials. R. S. Piascik, J. C. Newman, et N. E. Dowling, éditeurs, *Fatigue and fracture*, volume 27, 505–513. ASTM STP1296.
- Bathias, C., Houel, P., N'Faly Berete, Y., et Le Gorju, K. (1998). Damage characterization of elastomeric composites using X-ray attenuation. K. L. Reifsnider, D. A. Dillard, et A. H. Cardon, éditeurs, *Fatigue and fracture*, volume Progress in durability analysis of composite systems: Third International Conference, 1997, 103–110. Balkema.
- Beatty, J. R. (1964). Fatigue of rubber. *Rubber Chem. Technol.*, **37**, 1341–1364.
- Bergström, J. S. et Boyce, M. C. (1998). Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *J. Mech. Phys. Solids*, **46**, 931–954.
- Braden, M. et Gent, A. N. (1960a). The attack of ozone on stretched rubber vulcanizates. I. the rate of cut growth. *J. Appl. Polym. Sci.*, **3**, 90–99.
- Braden, M. et Gent, A. N. (1960b). The attack of ozone on stretched rubber vulcanizates. II. conditions for cut growth. *J. Appl. Polym. Sci.*, **3**, 100–106.
- Bueche, F. (1961). Mullins effect and rubber-filler interaction. *J. Appl. Polym. Sci.*, **5**, 271–281.
- Busfield, J. J. C., Ratsimba, C. H., et Thomas, A. G. (1997). Crack growth and strain induced anisotropy in carbon black filled natural rubber. *J. Nat. Rubber. Res.*, **12**, 131–141.
- Cadwell, S. M., Merrill, R. A., Sloman, C. M., et Yost, F. L. (1940). Dynamic fatigue life of rubber. *Industrial and Engineering Chemistry (reprinted in Rubber Chem. and Tech. 1940;13:304–315)*, **12**, 19–23.
- Cantournet, S. (2000). *Endommagement et fatigue des élastomères*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie.
- Chagnon, G. (2003). *Modélisation de l'effet Mullins dans les élastomères*. Thèse de Doctorat, Université de Nantes, École Centrale de Nantes.

- Charrier, P., Ostoja-Kuczynski, E., Verron, E., Marckmann, G., Gornet, L., et Chagnon, G. (2003). Theoretical and numerical limitations for the simulation of crack propagation in natural rubber components. J. J. C. Busfield et A. H. Muhr, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber III*, 3–9. Balkema.
- Csmo (2005). <http://www.caoutchouc.qc.ca/>.
- De Souza Neto, E. A., Peric, D., et Owen, D. R. J. (1994). A phenomenological three-dimensional rate-independent continuum damage model for highly filled polymers: formulation and computational aspects. *J. Mech. Phys. Solids*, **42**, 1533–1550.
- Diani, J. (1999). *Contribution à l'étude du comportement élastique et de l'endommagement des matériaux élastomères*. Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- Drozdov, A. D. et Dorfmann, A. I. (2001). Stress-strain relations in finite viscoelastoplasticity of rigid-rod networks: applications to the Mullins effect. *Continuum Mech. Thermodyn.*, **13**, 183–205.
- Farris, R. J. (1964). Dilatation of granular filled polymers under high rates of strain. *J. Appl. Polym. Sci.*, **8**, 25–35.
- Farris, R. J. (1968). The influence of vacuole formation on response and failure of filled elastomers. *Trans. Soc. Rheol.*, 315–334.
- Fielding, J. H. (1943). Flex life and crystallisation of synthetic rubber. *Industrial and Engineering Chemistry*, **35**, 1259–1261.
- Gehman, S. D. et Clifford, R. P. (1954). Fatigue of rubber with two-way stretching. *Rubber world*, **131**, 365.
- Glinka, G., Shen, G., et Plumtree, A. (1995). A multiaxial fatigue strain energy density parameter related to the critical fracture plane. *Fatigue Fract. Eng. M.*, **18**, 37–46.
- Govindjee, S. et Simo, J. C. (1992). Mullins effect and the strain amplitude dependence of the storage modulus. *Int. J. Solids Struct.*, **29**, 1737–1751.
- Ifoca (1984). *Synthèse, propriétés et technologie des élastomères*.
- Ifoca (1990). *Rapport LRCCP*.
- Ifoca (2003). *Formation Comportement en services des polymères, Vieillessement, Analyses de défaillance*.
- Ifoca (2005). <http://www.ifoca.com/>.
- Klüppel, M. et Schramm, J. (2000). A generalized tube model of rubber elasticity and stress softening of filler reinforced elastomers systems. *Macromol. Theor. Sim.*, **9**, 742–754.
- Lake, G. J. (1995). Fatigue and fracture of elastomers. *Rubber Chem. Technol.*, **68**, 435–460.
- Lake, G. J. et Lindley, P. B. (1965). Role of ozone in dynamic cut growth of rubber. *J. Appl. Polym. Sci.*, **9**, 2031–2045.
- Layouni, K., Laiarinandrasana, L., et Piques, R. (2003). Compressibility induced by damage in carbon black reinforced natural rubber. J. J. C. Busfield et A. H. Muhr, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber III*, 292–298. Balkema.
- Lazareva et Khromov (1974). *Kauch i rezina*, **3**, 28.
- Leblanc, J.-L. (1996). *Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères*. Artel, Namur.
- Lee, D. J. et Donovan, J. A. (1987). Microstructural changes in the crack tip region of carbon-black-filled natural rubber. *Rubber Chem. Technol.*, **60**, 910–923.
- Legorju-Jago, K. et Bathias, C. (2001). Application of X-ray tomography for understanding of cavitation process of natural rubbers. *8th international seminar on elastomers*, 129–131, Le Mans, France.

- Legorju-Jago, K. et Bathias, C. (2002). Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers. *Int. J. Fatigue*, **24**, 85–92.
- Lemaitre, J. et Chaboche, J. L. (1996). *Mécanique des Matériaux Solides, seconde édition*. Dunod, Paris.
- Lindley, P. (1974). Non-relaxing crack growth and fatigue in a non-crystallizing rubber. *Rubber Chem. Technol.*, **47**, 1253–1264.
- Lion, A. (1997). On the large deformation behaviour of reinforced rubber at different temperatures. *J. Mech. Phys. Solids*, **45**, 1805–1834.
- Lu, C. (1991). *Etude du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement des élastomères en fatigue et en fissuration par fatigue*. Thèse de Doctorat, Conservatoire National des Arts et Métiers.
- Mandell, J. F., Kawamoto, J., et McGarry, F. J. (1997). Effects of material and loading parameters on fatigue crack growth in wire reinforced rubber. *152nd meeting of Rubber division, American chemical society*, 1–36, Cleveland, Ohio.
- Marckmann, G., Verron, E., Gornet, L., Chagnon, G., Charrier, P., et Fort, P. (2002). A theory of network alteration for the Mullins effect. *J. Mech. Phys. Solids*, **50**, 2011–2028.
- Mark, J. E. et Erman, B. (1988). *Rubberlike Elasticity - A Molecular Primer*. J. Wiley and Sons, New-York.
- Mars, W. V. (2001). *Multiaxial fatigue of rubber*. Thèse de Doctorat, University of Toledo.
- Miehe, C. (1995). Discontinuous and continuous damage evolution in Ogden-type large-strain elastic materials. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **14**, 697–720.
- Mullins, L. (1948). Effect of stretching on the properties of rubber. *Rubber Chem. Technol.*, **21**, 281–300.
- Mullins, L. (1969). Softening of rubber by deformation. *Rubber Chem. Technol.*, **42**, 339–362.
- Ostoja-Kuczynski, E., Charrier, P., Verron, E., Marckmann, G., Gornet, L., et Chagnon, G. (2003). Crack initiation in filled natural rubber: experimental database and macroscopic observations. J. J. C. Busfield et A. Muhr, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber III*, 3–10. Balkema.
- Roberts, B. J. et Benzies, J. B. (1977). The relationship between uniaxial and equibiaxial fatigue in gum and carbon black filled vulcanizates. **2**, 1–13.
- Robisson, A. (2000). *Comportement mécanique d'un élastomère chargé en silice. Etude de l'influence des charges et modélisation par une loi visco-hyperélastique endommageable*. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Saintier, N. (2000). *Prévisions de la durée de vie en fatigue du NR, sous chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Sncp (2005). <http://www.lecaoutchouc.com/>.
- Svensson, S. (1981). Testing methods for fatigue properties of rubber materials and vibration isolators. *Polymer Testing*, **2**, 161–174.
- Townson, G. et Hallet, J. (2005). An introduction to the terminology used in the carbon black industry. P.-E. Austrell et L. Kari, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber IV*, 471–476. Balkema.
- Treloar, L. R. G. (1975). *The Physics of Rubber Elasticity*. Oxford University Press, Oxford.
- Verron, E. (2003). *Modélisation du comportement des structures et des matériaux élastomères*, volume Mémoire d'habilitation à diriger des recherches. Université de Nantes, École Centrale de Nantes.

- Xie, J. (1992). *Etude de la fatigue et de la rupture des assemblages collés composite-élastomère*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris.
- Zhao, J. et Gherbemeskel, G. N. (2000). A review of some of the factors affecting fracture and fatigue in SBR and BR vulcanizates. *Rubber Chem. Technol.*, **74**, 409–427.

Deuxième partie

Description de l'endommagement en fatigue des élastomères

Introduction

Comme nous l'avons vu au cours de l'état de l'art dressé sur la fatigue des élastomères (Partie I, Chapitre 2, p. 27), aucune grandeur mécanique ne fait l'unanimité pour exploiter les résultats des essais de fatigue. Ceci s'explique par le fait que les mécanismes physiques de l'endommagement ne sont pas clairement établis.

Notre objectif est donc de mener une analyse détaillée des mécanismes physiques de l'endommagement en fatigue afin d'orienter le choix d'une grandeur d'endommagement. Le premier chapitre est dédié à la présentation des deux matériaux de l'étude. Le second chapitre est consacré à la description détaillée des moyens d'essais. Pour chacun d'entre eux, le contexte dans lequel il sera utilisé est précisé. Le troisième chapitre décrit l'endommagement à l'échelle macroscopique en fatigue uni- et multiaxiale, et associe aux différents cas de chargement appliqué le type de fissuration rencontré. Cette échelle n'étant pas celle à laquelle s'opèrent les mécanismes d'endommagement, les deux derniers chapitres étudient l'endommagement à l'échelle microscopique. Le quatrième chapitre est dédié à l'amorçage microscopique de fissure, à sa cause, à sa localisation et à sa chronologie, et ce pour les deux matériaux de l'étude, et le cinquième chapitre cherche à comprendre quels sont les phénomènes qui permettent à la fissure microscopique de se propager. Pour les deux matériaux, il s'agit de proposer un mécanisme de propagation de fissure de fatigue.

Afin de simplifier les écritures, nous considérerons dans toute la suite du mémoire que les termes NR et SBR désignent respectivement le caoutchouc naturel et le copolymère de styrène butadiène, tous deux chargés de noirs de carbone.

Chapitre 1

Matériaux de l'étude

Sommaire

1.1	Composition chimique des matériaux	57
1.2	Propriétés mécaniques des deux matériaux	57
1.2.1	Comportement quasi-statique	57
1.2.2	Comportement sous sollicitations cycliques	58

Au cours de cette étude, nous avons principalement travaillé sur le caoutchouc naturel chargé de noirs de carbone. Lors des observations réalisées, certains événements semblaient étroitement liés à la cristallisation sous contrainte et il nous a paru nécessaire de comparer ce matériau avec un élastomère tel que le copolymère de styrène butadiène (SBR) qui ne cristallise pas sous contrainte. Concernant le dernier, il convient de noter qu'il est élaboré à partir du polybutadiène *cis* 1-4 et du styrène. Même si le polybutadiène *cis* 1-4 cristallise sous contrainte (Toki *et al.*, 2004), la copolymérisation aléatoire du polybutadiène avec le styrène ne permet pas au copolymère obtenu de cristalliser sous contrainte (Mark et Erman, 1988). Pour de plus amples informations sur la cristallisation sous contrainte des polymères, le lecteur pourra se référer à l'ouvrage de Rault (2002).

1.1 Composition chimique des matériaux

Le tableau II - 1.1 récapitule la composition des deux matériaux utilisés. Afin de garantir la comparaison des deux matériaux, les proportions en masse de noirs de carbone et d'oxyde de zinc sont identiques. Ici, « pce » signifie pour cent parties d'élastomère en masse.

1.2 Propriétés mécaniques des deux matériaux

1.2.1 Comportement quasi-statique

Les propriétés mécaniques du NR et du SBR sont résumées dans le tableau II - 1.2. Pour les deux matériaux, des essais de traction monotone jusqu'à rupture ont été réalisés en déplacement imposé sur des éprouvettes de traction normalisées. Les résultats sont présentés par les courbes contrainte nominale (Piola-Kirchhoff I) adimensionnée - élongation nominale de la figure II - 1.1. Chacune des deux courbes est une courbe moyenne établie à partir de trois essais de traction monotone. La vitesse de déformation est fixée à 500 mm/min.

TAB. II - 1.1 – *Composition chimique des deux élastomères. Les quantités sont données en pce (pour cent parties d'élastomère en masse)*

Constituants	NR	SBR
Élastomère	100	100
Oxide de zinc	9,85	10
Plastifiant	3	0
Noirs de carbone	34	34
Soufre	3	3
Acide stéarique	3	3
Anti-oxydant	2	5
Accélérateurs	4	4,3

TAB. II - 1.2 – *Propriétés mécaniques des deux élastomères*

Propriétés	NR	SBR
Densité	1,13	1,12
Dureté (Shore A)	58	67
Contrainte à rupture (Mpa)	22,9	16,5
Allongement à rupture (%)	635	343

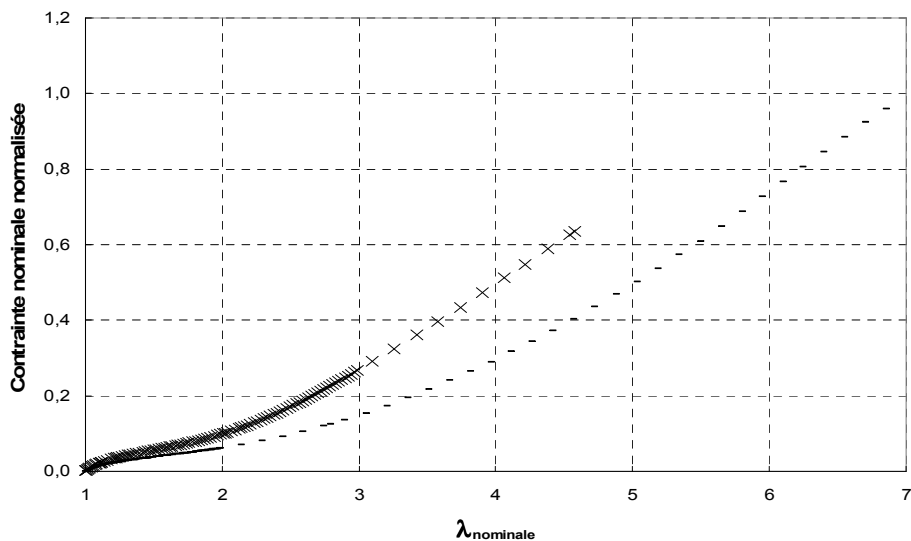


FIG. II - 1.1 – *Traction monotone à rupture (-) NR (×) SBR. Contrainte nominale adimensionnée versus élongation nominale.*

Ces courbes montrent que le SBR est plus raide que le NR à une élongation donnée et que sa limite à rupture est moindre. Il est important de noter que le comportement des deux matériaux est linéaire et de même module tangent dès que l'élongation excède 50% de l'élongation à rupture.

1.2.2 Comportement sous sollicitations cycliques

Dans ce paragraphe, nous rapportons les essais réalisés par le laboratoire d'essais de Trelleborg sur des éprouvettes Diabolo en NR et en SBR, les deux matériaux de l'étude. La géométrie

de ces éprouvettes est détaillée dans la suite (voir partie II, chapitre 2, paragraphe 2.1.1, p. 63). Le premier cas de chargement consiste à réaliser un cycle pour trois elongations croissantes, puis à étirer jusqu'à rupture. La courbe de traction monotone à rupture est rapportée sur chaque graphe. Les résultats sont donnés par les courbes des figures II - 1.2 et II - 1.3.

Le premier point commun entre les deux matériaux est que la rupture obtenue après quelques cycles intervient à un niveau de déformation plus grand qu'en chargement monotone croissant jusqu'à la rupture. Le second point commun est la déformation rémanente qui augmente à chaque cycle réalisé pour des niveaux croissants de déformation, ce qui abonde dans le sens des auteurs qui considèrent qu'il y a une forme de plasticité dans le comportement des élastomères (Miehe, 1995; Bikard et Desoyer, 2001).

Cependant, plusieurs différences existent entre les deux matériaux. La première différence réside dans la forme des boucles. Si on normalise par rapport à l'aire située en dessous de la courbe de charge pour chaque cycle, le NR dissipe davantage d'énergie en un cycle. La seconde différence s'observe en comparant la courbe de charge obtenue pour chaque cycle avec la courbe de traction à rupture. Dans le cas du SBR, ces courbes coïncident, alors que pour le NR elles divergent, plus précisément, les courbes ne coïncident plus à partir de la charge du troisième cycle. Ce phénomène, déjà observé par le passé par Harwood *et al.* (1967), semble distinguer les matériaux cristallisables sous contrainte de ceux qui ne cristallisent pas sous contrainte.

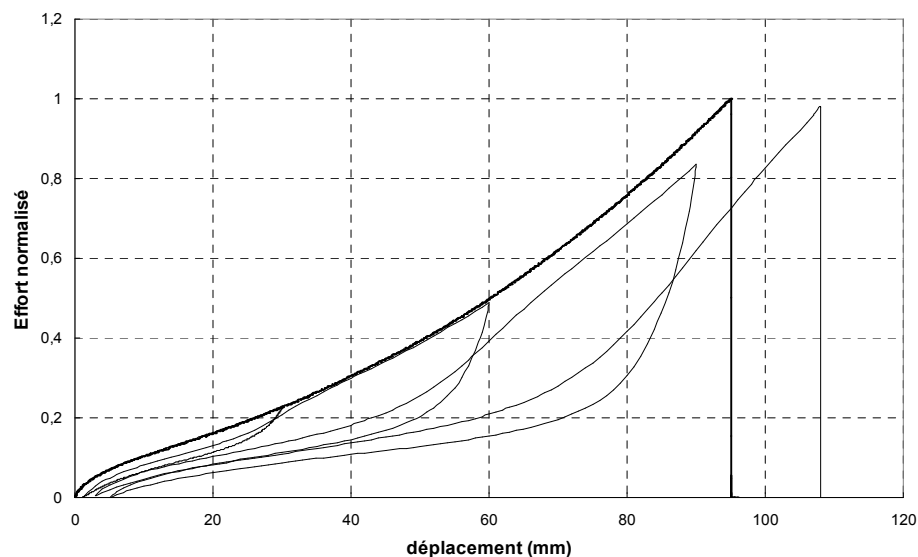


FIG. II - 1.2 – Traction cyclique sur NR (épreuve Diabolo).

Le second cas de chargement (figures II - 1.4 et II - 1.5) a pour objet de comparer la chute de raideur des deux matériaux lorsque, dans l'essai précédent, cinq boucles sont réalisées pour chaque niveau de déformation. Comme les essais précédents, l'aire des boucles d'hystérésis est plus petite dans le cas du SBR et des déformations rémanentes sont observées pour les deux matériaux lorsqu'ils sont soumis à une elongation supérieure à celle imposée au cours des cycles précédents. Ensuite, pour un niveau déformation donné, la perte de raideur cyclique est plus importante dans le NR que dans le SBR. Enfin, comme dans l'essai précédent, la première courbe de charge à une elongation donnée pour le SBR rejoint toujours la courbe de traction monotone jusqu'à rupture alors qu'elle s'en éloigne pour le NR.

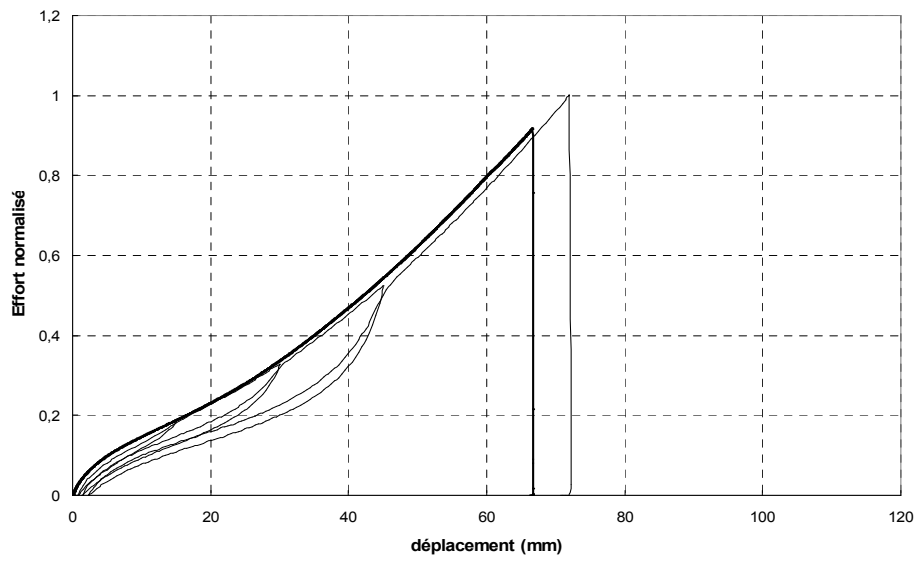


FIG. II - 1.3 – Traction cyclique sur SBR (éprouvette Diabolo).

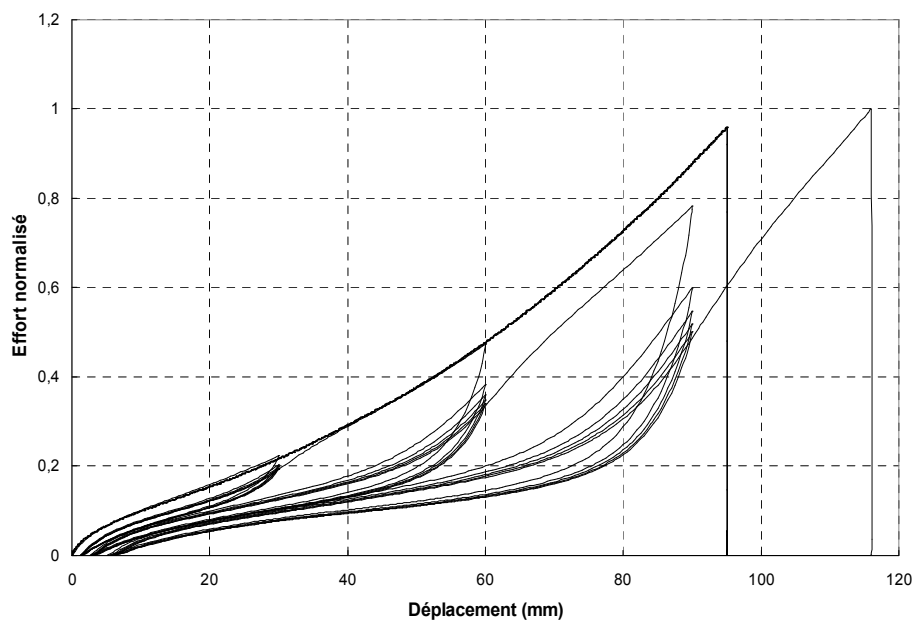


FIG. II - 1.4 – Traction cyclique sur NR (éprouvette Diabolo).

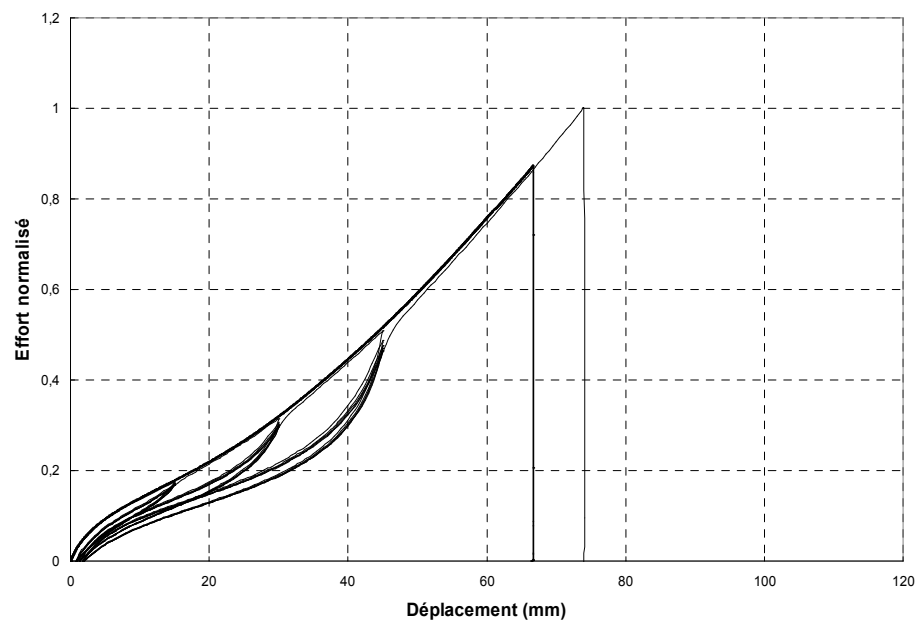


FIG. II - 1.5 – *Traction cyclique sur SBR (éprouvette Diabolo).*

Chapitre 2

Moyens mis en œuvre

Sommaire

2.1	Essais mécaniques	63
2.1.1	Géométries des éprouvettes	63
2.1.2	Matériaux des éprouvettes	64
2.1.3	Critère de fin de vie expérimental	65
2.1.4	Chargements appliqués	65
2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	66
2.3	Microscopie à force atomique (AFM)	67
2.4	Microtomographie par absorption des rayons X	68
2.4.1	Atténuation des rayons X par la matière	69
2.4.2	Dispositif d'acquisition	69

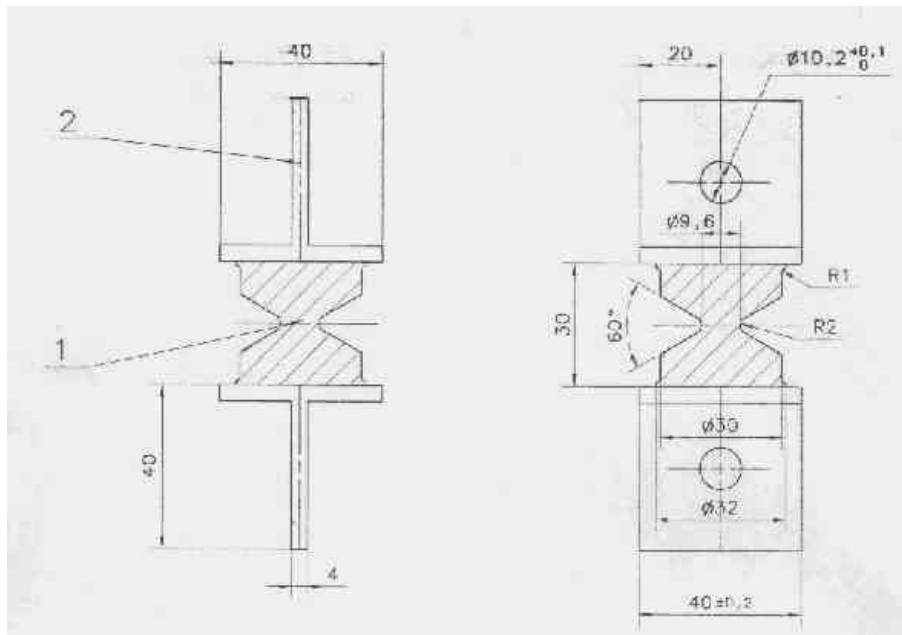
Ce chapitre s'attache à décrire les moyens mis en œuvre afin d'identifier les mécanismes d'endommagement en fatigue. La description débute par les essais de fatigue réalisés, puis continue par les moyens de microscopie et de tomographie utilisés. Pour chacun d'eux, nous expliquons en quoi ces moyens sont nécessaires et quels sont les résultats escomptés.

2.1 Essais mécaniques

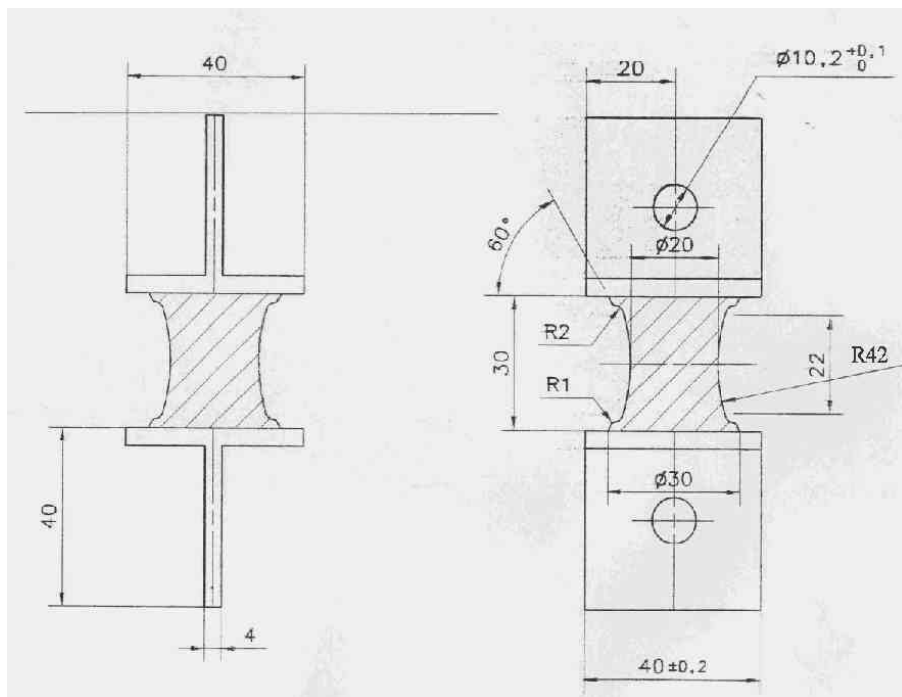
Les essais mécaniques ont été réalisés au laboratoire d'essais de Trelleborg, dans le cadre de la thèse d'Ostoja-Kuczynski (2005). Ces essais sont menés dans une enceinte climatique permettant de réguler la température de surface de l'éprouvette à 23°C. La fréquence des essais est fixée de manière à ne pas élever la température de peau de plus de 20°C, celle-ci étant mesurée par un capteur infrarouge installé dans l'enceinte. En pratique, cela revient à appliquer une fréquence d'essais toujours inférieure à 5 Hz.

2.1.1 Géométries des éprouvettes

Les deux géométries d'éprouvettes axisymétriques utilisées sont représentées par les figures 2.1(a) et 2.1(b). De rayons d'entaille 2 et 42 mm, de hauteur 30 mm, elles seront respectivement appelées éprouvettes AE2 et Diabolo par la suite. Elles sont à comparer avec celles d'André *et al.* (1999) et de Saintier (2000).



(a) Éprouvette Diabolo.



(b) Éprouvette AE2.

FIG. II -2.1 – Géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue.

2.1.2 Matériaux des éprouvettes

Deux élastomères ont été formulés pour ces essais, un NR et un SBR. Une description de leurs propriétés mécaniques et chimiques a déjà été fournie (voir partie II, chapitre 1, p. 57). L'intérêt de ces deux formulations est de pouvoir comparer les mécanismes d'endommagement

en présence (NR) ou non (SBR) du phénomène de cristallisation sous contrainte.

2.1.3 Critère de fin de vie expérimental

Généralement, les essais de fatigue sont menés jusqu'à rupture. Pour chacun d'eux, le nombre de cycles à l'amorçage de fissures noté N_a est relevé. Celui-ci est défini comme le nombre de cycles nécessaire à l'apparition d'une fissure macroscopique de 2 mm en surface de l'éprouvette. Il annonce la perte de raideur imminente (donc de fonctionnalité) de la pièce. Ce type de critère ne vaut que pour la fissuration de surface et il faut donc un critère plus général pour couvrir également les types de fissuration interne.

Comme nous l'avons déjà évoqué dans l'état de l'art dressé précédemment (Partie I, Chapitre 2, p. 27), ce critère visuel est en lien direct avec la chute de la raideur de la pièce (la raideur est calculée par le rapport effort maximum sur déplacement maximum au cours du cycle). Ainsi, Ostoja-Kuczynski *et al.* (2003) ont montré que ce nombre de cycles à l'amorçage de fissure en surface coïncide avec un changement de pente de la dérivée seconde de la raideur de l'éprouvette. Ce critère est donc celui utilisé pour déterminer le nombre de cycles à l'amorçage de fissures pour cette campagne d'essais.

2.1.4 Chargements appliqués

La compréhension des mécanismes d'endommagement en amorçage et propagation de fissures de fatigue requiert différents cas de chargements. Les chargements uniaxiaux vont permettre d'identifier les mécanismes d'endommagement. Les chargements multiaxiaux permettront de vérifier la validité de la grandeur d'endommagement que nous aurons choisie. Les deux prochains paragraphes sont consacrés à la description de ces chargements. Pour des raisons de clarté, les tableaux récapitulatifs des différents cas de chargement ont été regroupés dans l'annexe A.

2.1.4.1 Fatigue uniaxiale

Les essais de fatigue uniaxiale sont menés avec des éprouvettes Diabolo. L'objectif, dans un premier temps, est de construire un diagramme de type Haigh en déformation nominale. Les essais concernés sont la compression répétée ($R_\varepsilon = -\infty$), la traction/compression ($R_\varepsilon \in]0; -\infty[$), la traction répétée ($R_\varepsilon = 0$) et la traction/traction ($R_\varepsilon \in]0; 1[$). Les nombres de cycles à amorçage et à rupture sont notés respectivement N_i et N_r . Nous rappelons ici que N_i correspond au nombre de cycles nécessaire à l'apparition d'une fissure macroscopique de 2 mm en surface de l'éprouvette. Afin de comparer les effets du fluage et de la relaxation cycliques sur l'endommagement, des essais ont été réalisés en effort imposé dans le cas de la traction répétée et de la traction/traction.

Dans un second temps, des essais dédiés à l'étude de l'amorçage sont réalisés. Ils consistent à interrompre des essais de traction répétée à différents nombres de cycles avant amorçage d'une fissure macroscopique en surface. Ces conditions de chargement correspondent aux éprouvettes 03-b et 03-c de la série TR, pour lesquels le lieu de l'amorçage et N_i sont connus. L'objectif de cette expérience est de définir un intervalle de cycles au cours duquel a lieu l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique et de le comparer à N_i .

Dans un troisième temps, des essais dédiés à l'étude de la propagation de fissure ont été réalisés en traction répétée avec un effort maximal de 500 N. Les essais sont interrompus à différents stades de la propagation de manière à observer le front de fissure. Afin d'étudier l'effet de la cristallisation sous contrainte sur la propagation de fissure, des essais similaires ont été réalisés sur le SBR.

2.1.4.2 Fatigue multiaxiale

Les essais de fatigue multiaxiale sont menés avec des éprouvettes AE2. Les premiers essais réalisés sont des essais de torsion répétée et de torsion alternée en angle (θ) imposé, respectivement $[0; +\theta]$ et $[-\theta; +\theta]$. Le but, ici, n'est pas de mener l'essai jusqu'à rupture, mais d'arrêter les essais une fois que des fissures apparaissent en surface afin d'en observer la forme, l'orientation et le type de propagation. . . . L'essai mené jusqu'à rupture engendrerait un matage des surfaces rompues qui rendrait impossible leur analyse fractographique. En fatigue multiaxiale, on cherche plutôt à valider des grandeurs d'endommagement en corrélant l'angle mesuré des fissures et leur localisation avec l'angle et la zone endommagée prédits par la grandeur mécanique choisie. Notons que l'essai de torsion alternée est particulièrement intéressant pour discuter de la pertinence des grandeurs mécaniques prédictives, notamment au niveau de l'orientation du plan de fissuration.

Le dernier essai de fatigue multiaxiale porte sur de la traction/torsion répétées et déphasées de 180° , en angle et déplacement imposés. Cet essai a pour but d'étudier l'influence d'un chargement hors-phase sur la localisation de l'amorçage et sur les événements caractéristiques de la propagation. Il soulève également la question de la prise en compte de l'histoire du chargement dans le calcul de l'endommagement maximum. En d'autres termes, il permet de valider une méthode de cumul de l'endommagement au cours des cycles de fatigue.

2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage étant un moyen d'observation assez largement utilisé aujourd'hui, nous ne détaillerons ni son principe, ni sa technologie. En revanche, le type de matériau que nous observons nécessite une préparation adéquate qu'il convient de commenter. Si la microscopie optique ne nécessite pas de préparation particulière, la microscopie électronique à balayage en vide secondaire requiert la conductivité des surfaces à observer. Les élastomères que nous étudions étant chargés aux noirs de carbone, leurs surfaces peuvent conduire les électrons. Cependant, des phénomènes de charge (accumulation locale d'électrons provoquant une saturation de l'intensité lumineuse, voire un échauffement non négligeable du matériau) peuvent survenir, auquel cas, une couche conductrice peut être déposée sur la surface à observer. Cette couche peut-être de nature diverse. Classiquement, on utilise de l'or ou du carbone déposés en phase vapeur. Dans notre cas, les surfaces sont métallisées par une couche d'or de l'ordre d'une dizaine de nanomètres. Un minimum de précaution est requis au moment de l'interprétation des événements caractéristiques présents sur les surfaces, car les propriétés de cette couche d'or peuvent parfois nuire à la qualité de l'observation. Qu'elles soient à métalliser ou non, les surfaces sont préalablement dépolluées dans un bain de solution neutre (eau déminéralisée) soumis aux ultrasons.

Le MEB sera utilisé pour mesurer l'angle des fissures. Dans ce cas, il est nécessaire de conserver la même distance de travail lors du positionnement de l'axe l'éprouvette et lors de la mesure des angles. La netteté est obtenue en ajustant la hauteur du porte-échantillon. Cette condition évite toute rotation parasite de la fissure par rapport à l'axe de l'éprouvette. Notons de plus que nous aurons recours au MEB afin d'étudier l'amorçage et la propagation de fissure à l'échelle microscopique, ainsi que pour identifier les phénomènes physiques mis en jeu lors de la propagation de fissure.

2.3 Microscopie à force atomique (AFM)

Cette technologie découle de la microscopie à effet tunnel, mais contrairement à cette dernière, la microscopie à force atomique permet de s'affranchir des propriétés électriques des surfaces étudiées (Albertini, 2004). Le microscope à effet tunnel et le microscope à force atomique ont été développés par Binnig et Rohrer, prix Nobel de physique en 1986. Le principe de fonctionnement du microscope à force atomique est fondé sur la détection des forces inter-atomiques s'exerçant entre une pointe et la surface d'un échantillon. Lorsque la pointe est positionnée à quelques nanomètres de la surface, elle est soumise à des forces de longue portée telles que les forces de Van der Waals, à des forces électrostatiques ou magnétiques et à des forces de courte portée. Sous l'effet de ces forces, la poutre qui supporte la pointe va amplifier les variations locales de ces forces. La déflexion induite de la poutre est proportionnelle à la distance entre la pointe et la surface. Comme le montre la figure II - 2.2, pour la plupart des microscopes à force atomique la déflexion de la poutre est mesurée par une méthode optique : un faisceau laser est envoyé sur la surface supérieure et réfléchissante de la poutre. Après réflexion, ce dernier est dirigé sur un

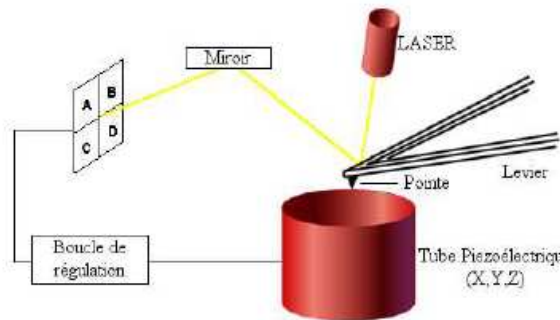


FIG. II - 2.2 – Schéma de principe de l'AFM (Albertini, 2004).

photodétecteur à quatre cadrans par l'intermédiaire d'un miroir. La position du spot laser sur le photodétecteur permet de suivre la déflexion de la poutre pendant que la pointe se déplace à proximité de la surface. Un tube piézoélectrique permet d'ajuster la distance entre l'échantillon et la pointe, définissant ainsi la topographie de la surface sondée. En considérant le potentiel de Lehnard-Jones, il est possible de suivre l'évolution de la force d'interaction entre la pointe et la surface en fonction de la distance les séparant comme le montre la Figure II - 2.3. A partir de cette

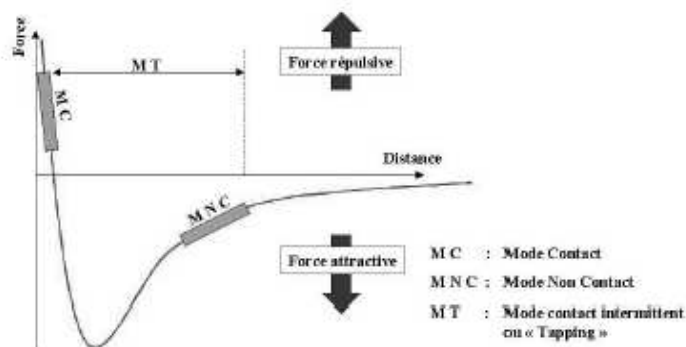


FIG. II - 2.3 – Suivi des interactions relativement à la distance pointe-surface (potentiel de Lehnard-Jones)(Albertini, 2004).

évolution, trois modes principaux de fonctionnement associés à différents domaines d'interaction

pointe-échantillon sont possibles : le mode Contact, le mode Non-Contact, et le mode Contact Intermittent (ou mode Tapping) en modulation d'amplitude. Dans cette étude, les surfaces ont été analysées en mode Contact Intermittent. La poutre est dans un régime d'oscillations forcées à une fréquence proche de sa fréquence de résonance et l'amplitude d'oscillation diminue avec la distance pointe-échantillon. La topographie de la surface est obtenue en utilisant une boucle de rétro-action qui maintient l'amplitude d'oscillation constante en ajustant la position verticale de l'échantillon par un système piézoélectrique. Il est également possible d'accéder à certaines propriétés mécaniques des couches grâce à un module de détection de phase. Cette détection se fait par les photodiodes sensibles au retard de phase du signal de réponse de la poutre. Ce déphasage est très sensible aux variations de propriétés du matériau étudié (adhésion, viscosité et élasticité). L'image topographique et l'image de phase peuvent être réalisées simultanément de manière à établir une concordance entre les éléments topographiques et leur phase. Enfin, il est possible de comparer la réponse des différents éléments topographiques en réalisant des courbes d'approche-retrait et en comparant l'évolution de leur déphasage en fonction de la distance pointe-surface. Le principe consiste à réduire l'amplitude d'oscillation de la poutre en diminuant sa position moyenne par rapport à la surface de l'échantillon. Ainsi, les forces (attractives et/ou répulsives) qui s'exercent successivement sur la pointe, modifient l'angle de phase et informent sur la nature de la phase sondée.

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un microscope Veeco Multimode du laboratoire de micro-caractérisation de l'Institut des Matériaux de Nantes, UMR CNRS 6502. Il est asservi par une électronique Nanoscope IIIa, la station d'acquisition fonctionne sous Windows NT avec la version 5.12r3 du logiciel Nanoscope. Toutes les expériences ont été réalisées en mode Contact Intermittent avec des pointes NanoSensors NCH. Les caractéristiques de la poutre sont les suivantes :

- longueur de $125 (+/- 5) \mu\text{m}$;
- largeur de $30 (+/- 5) \mu\text{m}$;
- épaisseur de $4 (+/- 0.5) \mu\text{m}$;
- constantes de raideur de 21 à 78 N/m ;
- fréquences de résonance de 250 à 280 KHz.

Nous utiliserons l'AFM afin d'étudier les hétérogénéités de la microstructure du NR après moulage des éprouvettes Diabolo.

2.4 Microtomographie par absorption des rayons X

La tomographie par absorption de rayons X est une technique non-destructive qui permet de reconstruire des images en coupe d'un objet à trois dimensions. Le principe repose sur l'analyse de l'interaction du faisceau de rayons X avec la matière qu'il rencontre, par la détection du rayonnement transmis après traversée de l'objet. Les données acquises lors de la mesure (dont la durée varie d'une fraction de seconde à quelques heures) sont collectées et une image numérique est calculée et reconstruite mathématiquement en niveaux de gris. Les zones les plus sombres correspondent à une faible atténuation des rayons X et donc à des éléments de faible densité, et les zones les plus claires correspondent à des éléments de forte densité. La microtomographie diffère de la tomographie par sa haute résolution du fait de l'emploi d'un micro-foyer à rayons (Workshop on the application of X-ray tomography in material science, 2000).

2.4.1 Atténuation des rayons X par la matière

La loi de Beer donne l'intensité transmise I_x par une épaisseur x de matière. Elle est définie par :

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (\text{II - 2.1})$$

où I_0 est l'intensité incidente et μ le coefficient linéaire d'absorption. Notons qu'il est possible de faire apparaître explicitement la densité volumique ρ du matériau en introduisant le coefficient massique d'absorption $\frac{\mu}{\rho}$ dans la loi de Beer :

$$I_x = I_0 e^{-\frac{\mu}{\rho} \rho x} \quad (\text{II - 2.2})$$

Ainsi, cette technique d'observation non-destructive permet de visualiser, en niveaux de gris, les faibles densités (en noir) telles que les cavités et les fortes densités (en blanc) telles que les oxydes présentes dans le volume des éprouvettes en caoutchouc naturel.

2.4.2 Dispositif d'acquisition

Comme le montre la figure II - 2.4, le dispositif d'acquisition se compose d'un tube à rayons X, d'un plateau mobile pour positionner l'objet au cours de l'analyse et d'une série de détecteur.

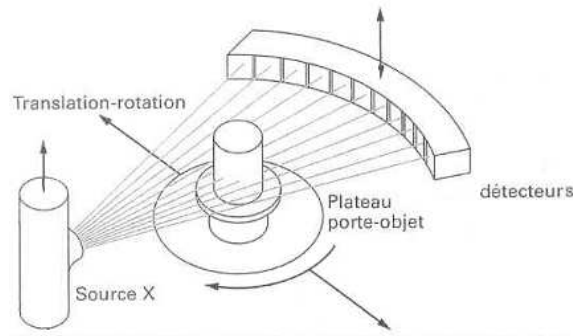


FIG. II - 2.4 – Dispositif d'acquisition.

(Le Bourget du Lac, 73) avec un microfoyer à rayons X de 5 μm avec une fenêtre beryllium. Les réglages utilisés sont les suivants :

- tension de 90 kV ;
- intensité de 520 μA ;
- temps d'intégration de 1 s ;
- résolution spatiale : 40 μm .

Sur les coupes, 1 pixel correspond à 26 μm par 26 μm . Nous utiliserons la micro-tomographie à rayons X afin de détecter l'amorçage et la propagation de fissure dans le volume du matériau, avant qu'elles ne débouchent en surface. Ces expériences nous permettront d'étudier la chronologie de l'endommagement en fatigue.

Chapitre 3

Description macroscopique de l'endommagement

Sommaire

3.1	Fatigue uniaxiale	71
3.1.1	Essais à déplacement imposé	71
3.1.2	Essais à effort imposé	78
3.2	Fatigue multiaxiale	78
3.2.1	Torsion répétée à angle imposé ($R_\theta = 0$)	78
3.2.2	Torsion alternée à angle imposé ($R_\theta = -1$)	80
3.2.3	Torsion/traction alternées en angle et déplacement imposés et déphasées de 180°	82
3.3	Conclusion	84

Dans ce chapitre, il est question de déterminer les différents cas d'endommagement rencontrés en fatigue à l'échelle macroscopique en fonction du chargement mécanique. Ici, nous entendons par endommagement l'amorçage et la croissance de fissures en surface et/ou dans le volume du matériau. Nous rappelons également que les termes NR et SBR sont utilisés respectivement pour qualifier le caoutchouc naturel et le copolymère de styrène butadiène, tous deux chargés de noirs de carbone. Lorsque ce n'est pas précisé, tous les propos tenus sont relatifs au NR. Toutes les données d'essais sont récapitulées dans l'annexe A. Pour les aspects techniques des essais, le lecteur pourra se référer à la thèse d'Ostoja-Kuczynski (2005) qui a réalisé les essais de fatigue. L'analyse de l'endommagement des éprouvettes aux échelles macroscopique et microscopique a été menée par nos soins. Enfin, le schéma de la figure II -3.1 permet de définir préalablement la terminologie utilisée pour décrire les différentes zones de l'éprouvette.

3.1 Fatigue uniaxiale

3.1.1 Essais à déplacement imposé

Les essais à déplacement imposé représentent la majeure partie de la campagne d'essais. Les résultats ont permis de construire un diagramme de Haigh en déformation. Ici, la description de l'endommagement à l'échelle macroscopique porte sur le cas de la traction/compression, de la traction répétée et de la traction/traction. Le cas de la compression/compression fera

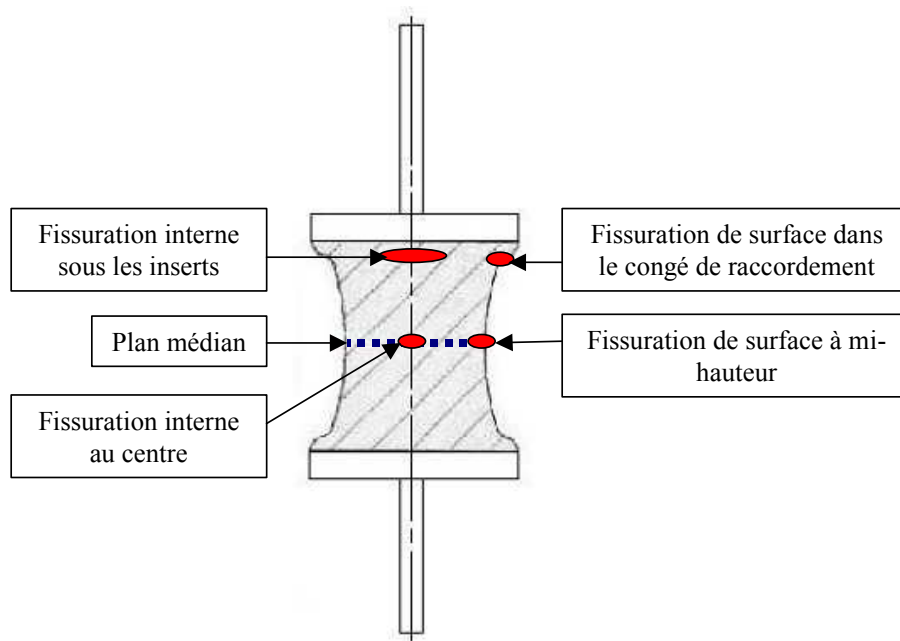


FIG. II - 3.1 – Terminologie adoptée pour qualifier les différentes zones des éprouvettes : exemple de l'éprouvette Diabolo.

l'objet d'une remarque. Nous rappelons qu'en fatigue uniaxiale, les essais sont réalisés avec les éprouvettes Diabolo.

3.1.1.1 Traction/compression ($R_\epsilon \in]-\infty; 0]$) et traction répétée ($R_\epsilon = 0$)

En traction/compression et traction répétée, l'endommagement macroscopique observé correspond à une fissure de surface initiée à mi-hauteur de l'éprouvette et qui se propage dans le plan médian jusqu'à la rupture. Ce cas d'endommagement est le plus décrit de la littérature. Le lecteur pourra se référer aux travaux récents de Saintier (2000), Robisson (2000) et Mars (2001). Comme par la suite les différents cas d'endommagement sont numérotés, le présent cas porte le numéro 1. La figure II - 3.2 montre deux clichés d'éprouvettes Diabolo rompues, l'une en NR (figure 3.2(a)), l'autre en SBR (figure 3.2(b)). L'axe des éprouvettes est positionné verticalement, le point d'injection vers le bas à 8 mm de l'insert métallique inférieur (position de référence pour les descriptions à venir).

Dans le cas du NR, les faciès de rupture présentent une forme bombée au-dessus du point d'injection (voir figure 3.2(a)). Nous verrons lors de l'analyse microscopique que cette zone ne contient pas systématiquement la zone d'amorçage, ce qui suggère que la fissure contourne la zone au voisinage du point d'injection. Dans son étude sur le SBR, Robisson (2000) constate également ce phénomène et conclut que le voisinage du point d'injection des éprouvettes Plot qu'elle utilise est une zone dont les propriétés mécaniques diffèrent du reste de l'éprouvette. La zone de propagation est plus rugueuse que la zone d'amorçage. Dans le cas du SBR, la surface rompue présente une zone circulaire contenant le défaut ainsi qu'une zone plane de propagation rapide (voir figure 3.2(b)). La rugosité de ces zones est moindre que pour le NR. La zone circulaire est légèrement inclinée car, comme le montre la figure II - 3.3, en début de propagation les fissures ne se propagent pas exactement dans un plan perpendiculaire à la direction de sollicitation. Notons enfin que pour les deux matériaux le plan de fissuration est

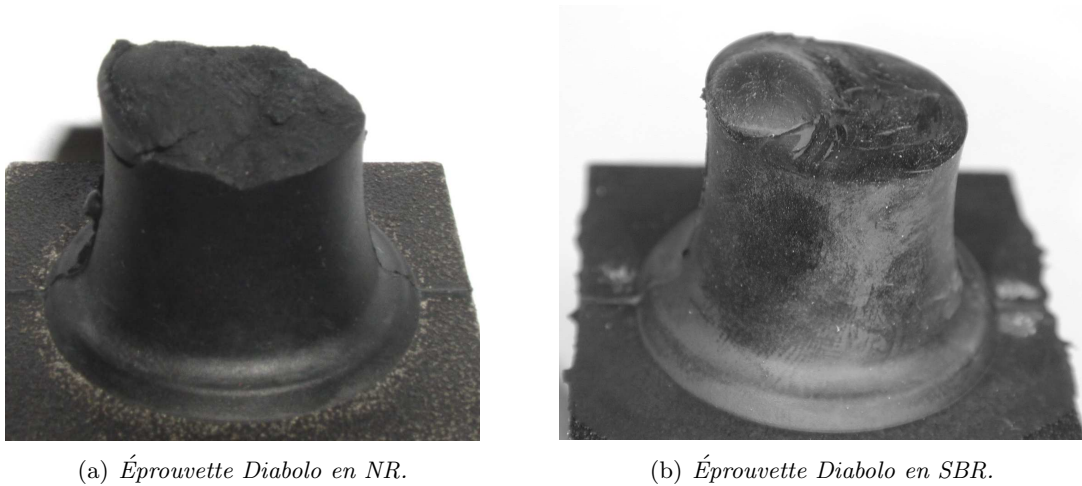


FIG. II -3.2 – Cas d'endommagement I: plan de fissuration perpendiculaire à la direction de sollicitation.

légèrement décalé par rapport au plan médian de l'éprouvette et ce, du côté opposé au point d'injection.

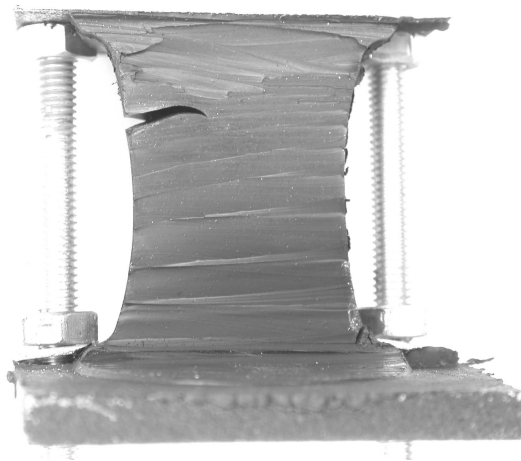


FIG. II -3.3 – Fissuration dans le SBR. L'éprouvette est coupée en deux afin d'observer le profil de la fissure, puis l'éprouvette est légèrement étirée à l'aide d'un système d'extension rudimentaire.

Remarque : en traction répétée sur le NR, même si l'éprouvette rompt toujours à mi-hauteur, un type de fissuration interne peut apparaître sous les inserts des éprouvettes pour de forts niveaux de déplacement maximum (200% de déformation). Ce cas d'endommagement, composé de fissuration de surface à mi-hauteur menant à la rupture et de fissuration interne sous les inserts est désigné par le numéro 3. Ce cas d'endommagement fera l'objet d'une description plus détaillée par la suite.

3.1.1.2 Traction/traction, 33% de déformation minimale ($R_\epsilon \in [0,14; 0,33]$)

Les essais de traction avec précharge statique de la littérature servent uniquement à définir la durée de vie pour le niveau de chargement considéré, les cas d'endommagement que génèrent

ce chargement ne sont jamais étudiés. C'est pourquoi nous présenterons ces résultats de manière détaillée. Pour ce cas de chargement, se développent des fissures de surface à mi-hauteur d'éprouvette et des fissures internes sous les inserts. En fonction du niveau de déformation maximum appliqué, une compétition s'instaure entre les deux types de fissuration pour la rupture de l'éprouvette :

- Jusqu'à des déformations maximales de 167% ($R_\epsilon \in [0,20; 0,33]$), la rupture de l'éprouvette est due à la fissuration interne sous l'insert du côté du point d'injection. Ce type de fissuration est également observé au niveau de l'insert opposé. La figure II - 3.4 montre que de multiples fissures s'initient dans l'élastomère et coalescent en donnant naissance à un front de propagation unique et circulaire, puis entraînent la rupture finale adhésive de l'éprouvette à l'interface élastomère-insert. La zone où apparaissent ces fissures internes est

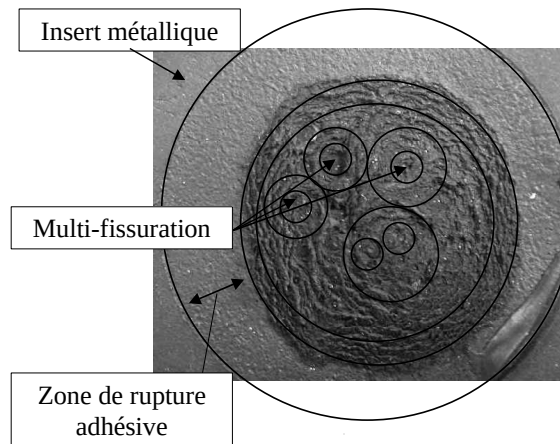


FIG. II - 3.4 – Croissance et coalescence de cavités dans l'élastomère sous les inserts, puis rupture finale adhésive de l'éprouvette à l'interface élastomère-insert (Traction/traction, $R_\epsilon \in [0,14; 0,33]$).

fortement confinée et il y règne des conditions de forte pression hydrostatique. Ce résultat est en accord avec ceux de Legorju-Jago et Bathias (2002) sur l'amorçage et la croissance de fissures internes sous chargement hydrostatique. Un second type de fissuration est observé à une hauteur d'environ 20 mm de la base de l'éprouvette. La fissure, en cours de propagation, s'est initiée en surface et se propage perpendiculairement à la direction de sollicitation (cas d'endommagement n°1). Ce cas d'endommagement composé de fissuration interne sous les inserts menant à la rupture et de fissuration de surface à mi-hauteur porte le numéro 2.

- Pour des déformations maximales supérieures à 167% ($R_\epsilon \in [0,14; 0,17]$), même si des fissures internes se développent au niveau des inserts, l'éprouvette rompt par la propagation d'une fissure de surface dans un plan perpendiculaire à la direction de sollicitation et distant d'environ 20 mm de la base de l'éprouvette. Ce cas d'endommagement porte déjà le numéro 3 d'après la remarque de la section précédente.

3.1.1.3 Traction/traction, 67% de déformation minimale ($R_\epsilon \in [0,25; 0,36]$)

Au regard des résultats précédents, il semble qu'une compétition dépendant des niveaux de chargements maximum s'instaure entre fissuration interne sous les inserts et fissuration de surface à mi-hauteur dès lors qu'une précharge statique est appliquée. Pour le vérifier, de nouveaux essais sont réalisés avec un niveau de précharge plus élevé. Comme pour le cas précédent, des fissures apparaissent en surface et en interne sous les inserts. Contrairement aux précédentes, les fissures

de surface se propagent en profondeur en bifurquant. En fonction du niveau de déformation maximale, il y a de nouveau compétition entre les deux types de fissuration :

- Traction/traction 67-183% de déformation ($R_\epsilon = 0,36$). L'essai a été arrêté au-delà du million de cycles. L'éprouvette non rompue présente de petites fissures (voir figure II - 3.5) de surface dans le congé de raccordement (voir figure II - 3.1) que nous appellerons « piqûres » par la suite. Ces piqûres présentent la particularité de ne propager ni en profondeur ni en surface, elles ne peuvent donc pas mener à la rupture de l'éprouvette. De plus, elles sont plus nombreuses du côté opposé au point d'injection. En découpant le matériau à proximité des inserts métalliques, des fissures internes sont révélées, elles sont plus nombreuses du côté du point d'injection. Ce cas d'endommagement est désigné par le numéro 4.

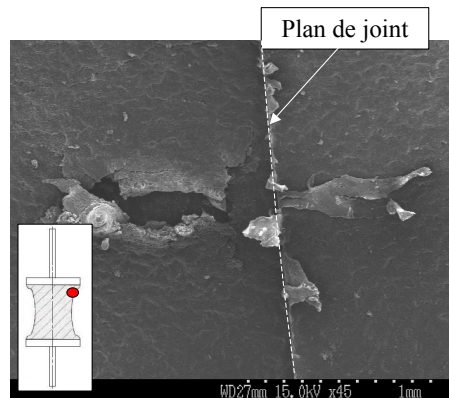


FIG. II - 3.5 – *Piqûres en traction/traction en déplacement imposé (Traction/traction, $R_\epsilon \in [0,25; 0,36]$, éprouvette TTD20-3a).*

- Traction/traction 67-200% ($R_\epsilon = 0,33$). Des piqûres et une fissure sont observées du côté opposé au point d'injection. La particularité de cette fissure est de s'initier dans le volume au voisinage de l'insert métallique et de se propager en bifurquant, formant ainsi des branches. On parle généralement de « branching ». Le schéma de la figure II - 3.6 illustre cette propagation en forme de branches. La figure II - 3.7 est une vue de dessus de la zone encadrée du schéma de la figure II - 3.6. Ici, la partie de l'éprouvette restée solidaire de l'insert métallique est découpée. Cette découpe met en évidence que des multiples fissures internes sont à l'origine de la fissure branchée. Ce cas d'endommagement porte le numéro 5.
- Traction/traction 67-233% ($R_\epsilon = 0,29$). Pour ce niveau de chargement, les éprouvettes rompent par fissuration interne du côté du point d'injection. Deux des trois éprouvettes présentent une fissure branchée dans la partie centrale de l'éprouvette. En découpant l'élastomère au niveau des inserts métalliques, des fissures internes sont révélées sous l'insert opposé à la rupture. Ce cas d'endommagement porte le numéro 6.
- Traction/traction 67-266% ($R_\epsilon = 0,25$). Ce dernier niveau de chargement est le plus représentatif de la compétition entre fissuration de surface et fissuration interne. En effet, les éprouvettes rompent soit par fissuration interne au niveau des inserts et le phénomène de « branching » est observé, soit directement par « branching » (voir figure II - 3.8) avec présence de fissures internes au niveau des inserts. Ce dernier cas de rupture est désigné par le numéro 7. L'hypothèse la plus probante qui justifierait le « branching » consiste à invoquer le phénomène de cristallisation sous contrainte. En effet, une précharge statique suffisante pour maintenir un état partiellement cristallisé dans la partie centrale rendrait

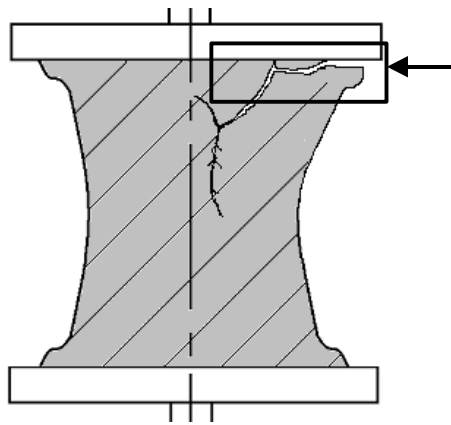


FIG. II - 3.6 – Schéma de la fissuration par branching (Traction/traction 67-200%, $R_\epsilon = 0,33$).

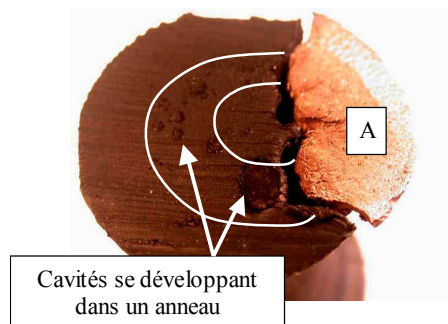


FIG. II - 3.7 – Vue de dessus de la zone encadrée de la figure II - 3.6 (Traction/traction 67-200%, $R_\epsilon = 0,33$, éprouvette TTD20-4a).



FIG. II - 3.8 – Branching à mi-hauteur de l'éprouvette Diabolo (Traction/traction 67-200%, $R_\epsilon = 0,33$, éprouvette TTD20-6b).

cette dernière plus résistante à la propagation de fissure. Dans sa thèse, Saintier parle de cumul de cristallisation pour un seuil de précharge statique donné. Pour ces raisons, le

plan médian de l'éprouvette n'est plus celui de moindre énergie et les fissures bifurquent en formant des branches.

3.1.1.4 Remarque sur le cas particulier de la compression répétée ($R_\epsilon = -\infty$)

La figure II - 3.9 montre le résultat d'un essai de compression/compression mené jusqu'à rupture. L'état de l'éprouvette exclut toute analyse fractographique. En revanche, si l'essai est arrêté avant la rupture, la figure II - 3.10 montre que l'endommagement se traduit d'abord par des fissures de surface parallèles à l'axe de l'éprouvette. Une analyse fractographique ultérieure au MEB a montré que la fissure s'initie à 2 mm de la surface, débouche en surface et se propage sous la surface tangentiellement à la section de l'éprouvette. Ce type d'endommagement dépend



FIG. II - 3.9 – Rupture d'une éprouvette Diabolo en compression répétée.



FIG. II - 3.10 – Fissure selon l'axe de l'éprouvette Diabolo en compression répétée.

fortement de la géométrie de l'éprouvette. En effet, lors de l'application du chargement, il se crée un effet de tonneau ; le diamètre de l'éprouvette au niveau des inserts demeure constant

alors que le diamètre au centre augmente, engendrant ainsi un fort étirement tangentiellement à la section de l'éprouvette.

3.1.2 Essais à effort imposé

Deux essais ont été réalisés à effort imposé.

3.1.2.1 Traction répétée ($R_\sigma = 0$)

À l'instar des essais de traction répétée à déplacement imposé, l'endommagement observé pour les essais de traction répétée réalisés à effort imposé se résume à une fissure de surface à mi-hauteur de l'éprouvette et qui se propage jusqu'à la rupture dans le plan médian (cas d'endommagement numéro 1).

3.1.2.2 Traction/traction ($R_\sigma \in [0,19; 0,24]$)

Un seul cas de rupture est observé pour ce chargement. Il s'agit de la fissuration interne sous les inserts.

3.2 Fatigue multiaxiale

Comme en fatigue uniaxiale, l'analyse de l'endommagement en fatigue multiaxiale porte sur la localisation et l'orientation des fissures. Lorsque l'essai est mené jusqu'à rupture, il n'est plus possible de mesurer l'angle des fissures de surface, c'est pourquoi les observations sont réalisées sur des éprouvettes non rompues présentant des fissures en cours de propagation dont il est possible de mesurer l'angle par rapport au plan médian des éprouvettes. Comme précédemment, les résultats des observations sont présentés en fonction du chargement appliqué. Ici, le rapport de sollicitation est établi en angle. Ces essais ont été menés avec les éprouvettes AE2.

3.2.1 Torsion répétée à angle imposé ($R_\theta = 0$)

Un cas unique d'endommagement est observé quel que soit le niveau de l'angle maximum appliqué : des fissures de surface à mi-hauteur se propageant peu en profondeur mais perpendiculairement à la surface. L'orientation de ces fissures varie en fonction du niveau de chargement. La mesure de l'angle de ces fissures est peu précise et permet uniquement d'obtenir des ordres de grandeur. Pour illustrer ce propos, le cliché de la figure II -3.11 montre qu'une fissure macroscopique de l'ordre du millimètre peut être composée de plusieurs fissures microscopiques d'angles différents et que, de ce fait, les mesures réalisées à l'échelle macroscopique sont difficilement exploitables quantitativement. Les mesures d'angles doivent donc se faire sur des fissures microscopiques, et si possible avant qu'elles ne se propagent en surface (et qu'elles coalescent avec des fissures microscopiques voisines). De plus, la figure II -3.12 montre que dans une même zone d'une éprouvette donnée, les angles des fissures microscopiques différent. L'apparition successive de fissure dans une zone modifie l'état local de déformation. Enfin, une forte dispersion existe entre les angles d'éprouvettes ayant subi le même niveau de torsion. Pour toutes ces raisons, les mesures d'angles réalisées (même à l'échelle microscopique) permettent uniquement d'avoir un ordre de grandeur de l'angle des micro-fissures pour un cas et un niveau de chargement donné, et d'obtenir ainsi des tendances quant à l'évolution de l'angle moyen des fissures en fonction du niveau de chargement. Le tableau II -3.1 rapporte les mesures réalisées sur trois éprouvettes sollicitées à des niveaux de torsion maximum différents. Les résultats montrent que l'angle tend

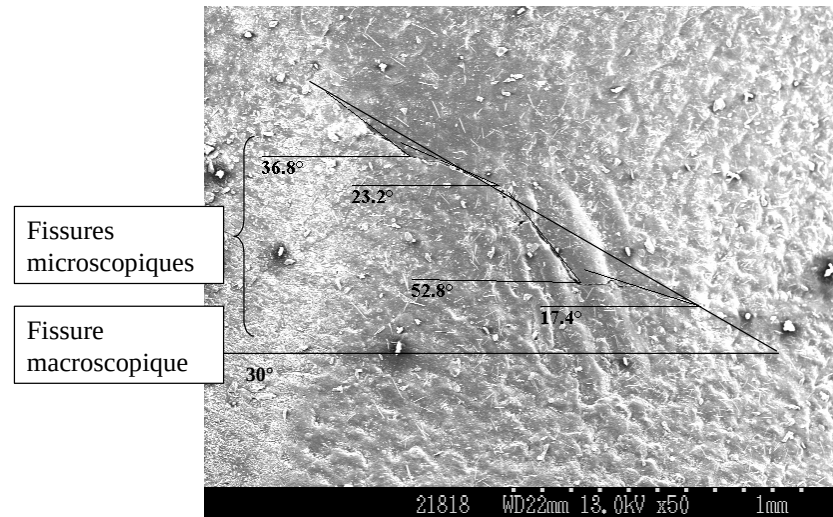


FIG. II -3.11 – Différence de mesure d'angles entre l'échelle microscopique et macroscopique (éprouvette TOR-3b).

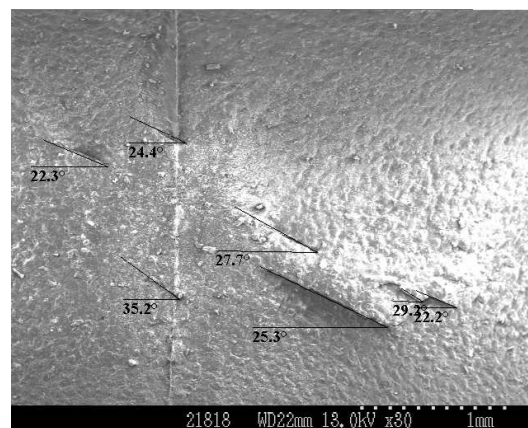


FIG. II -3.12 – Différence de mesure d'angles entre des micro-fissures d'une même zone (éprouvette TOR-3b).

à diminuer avec le niveau croissant de torsion. Lorsque l'essai se poursuit après l'amorçage de

TAB. II - 3.1 – Angles de fissures mesurés en torsion répétée (série TOR)

Référence	chargement(°)	angle moyen (°)
TOR-4a	0-90	$30,8 \pm 5,9$
TOR-3b	0-120	$28,4 \pm 7,6$
TOR-1d	0-175	$23,7 \pm 2,3$

micro-fissures en surface, ces dernières croissent, bifurquent et coalescent. Le cliché de la figure II - 3.13 montre ce phénomène, schématisé sur la figure II - 3.14.

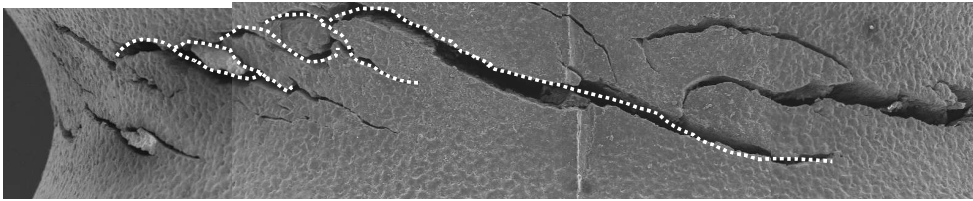


FIG. II - 3.13 – Coalescence de fissures en torsion répétée (éprouvette TOR-5c).

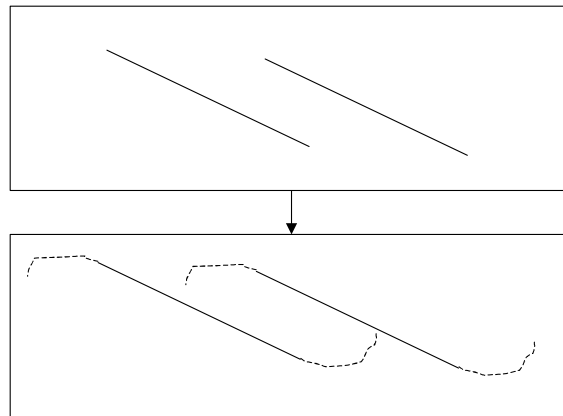


FIG. II - 3.14 – Schéma de la bifurcation des fissures en torsion et de leur coalescence.

3.2.2 Torsion alternée à angle imposé ($R_\theta = -1$)

À l'instar de la série précédente, les résultats des observations montrent que l'endommagement se résume à des fissures se propageant perpendiculairement à la surface. Du fait du chargement alterné, un fort effet de matage est observé. Comme le montre la figure II - 3.15, il se manifeste par l'aplanissement des lèvres des fissures et l'éjection de matière visible sur le cliché, ce qui rend difficile l'analyse de ces fissures. Les éprouvettes exploitables conduisent à des résultats contradictoires. En effet, la figure II - 3.16 montre une fissure en dents de scie et la figure II - 3.17 montre une fissure quasi-horizontale avec de nombreuses fissures horizontales de part et d'autre. Ces observations montrent la difficulté de conclure sur le nombre et l'orientation des plans de fissuration, ce qui exclut la validation d'une approche par plans critiques pour ce type de chargement.

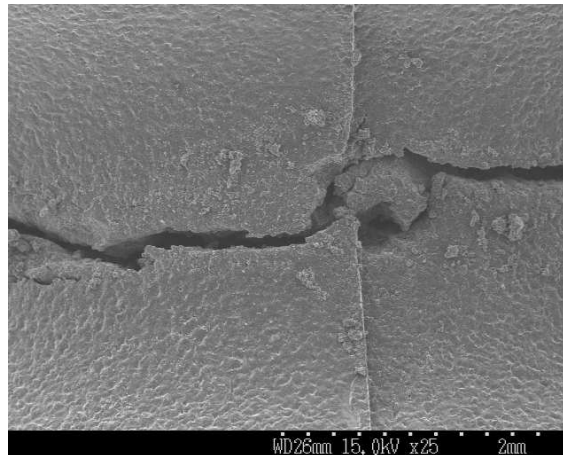
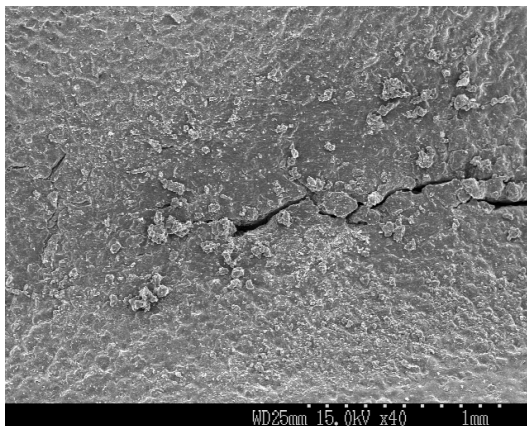
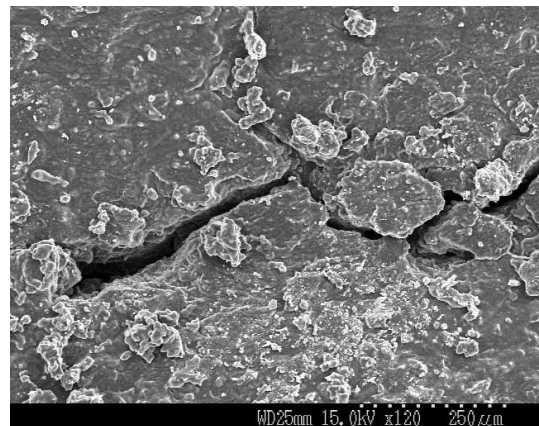


FIG. II -3.15 – Fissure matée, plane (éprouvette TOA-1a).



(a) Vue générale.



(b) Grossissement de la figure 3.16(a).

FIG. II -3.16 – Fissure en dents de scie (éprouvette TOA-6c)

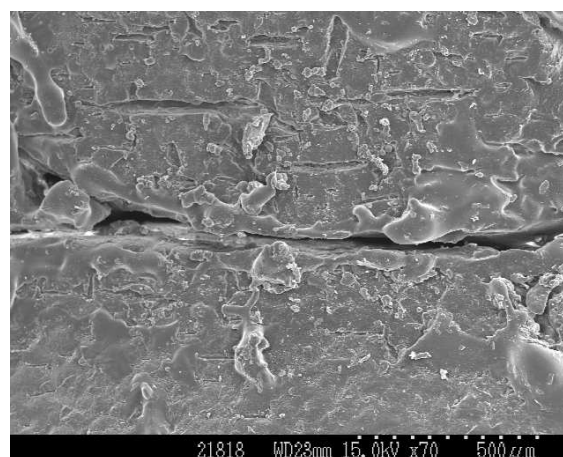
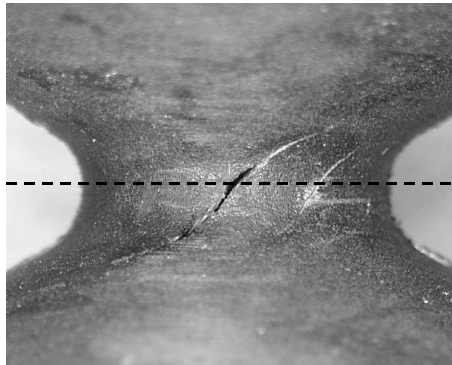


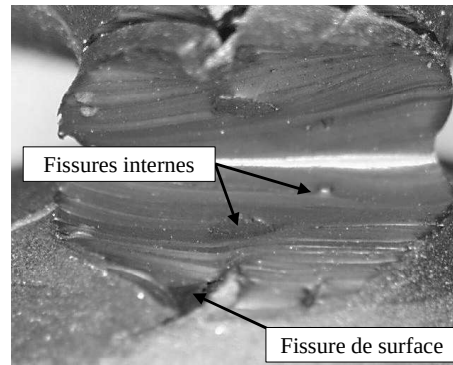
FIG. II -3.17 – Fissure plane (éprouvette TOA-4b).

3.2.3 Torsion/traction alternées en angle et déplacement imposés et déphasées de 180°

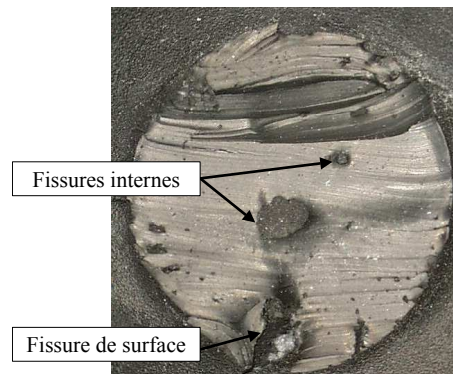
Comme le montrent les clichés de la figure II - 3.18, ce cas de chargement présente, d'une part des fissures de surface qui se propagent perpendiculairement à la surface (figure 3.18(a)) et d'autre part des fissures internes au centre de l'éprouvette (figures 3.18(b) et 3.18(c)). Lorsque l'essai est prolongé, les fissures internes rejoignent celles de surface. Les éprouvettes de cette série



(a) Fissures de surface.



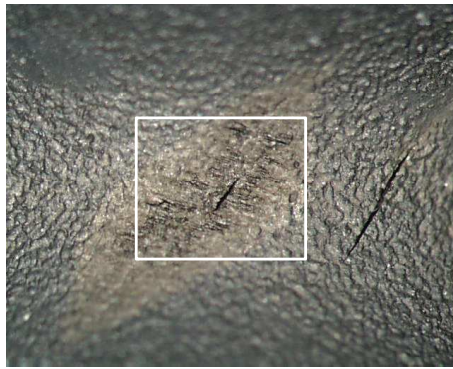
(b) Découpe dans le plan médian suivant les pointillés de la figure 3.18(a).



(c) Fissuration interne 3.18(b).

FIG. II - 3.18 – Vue de dessus du plan de découpe (éprouvette TORTRHP-3a).

se distinguent des précédentes par la présence de fissures internes, mais aussi par l'existence d'une forme particulière de fissures qui se développent uniquement dans des zones semblables à des tâches noirâtres à l'échelle macroscopique (figure II - 3.19). Un grossissement de ces zones met en évidence que cet aspect est donné par des multiples fissures parallèles entre elles et concentrées dans ces zones.



(a) *Vue générale.*



(b) *Grossissement de la zone encadrée sur la figure 3.19(a).*

FIG. II -3.19 – *Fissure de surface (éprouvette TORTRHP-5a).*

3.3 Conclusion

Tout d'abord, l'endommagement macroscopique se traduit par de nombreux cas. En fatigue uniaxiale, sept cas d'endommagement ont été relevés. Ils sont résumés dans le diagramme de la figure II - 3.20. Tous ces cas sont observés lors d'essais à déplacement imposé. Ces résultats

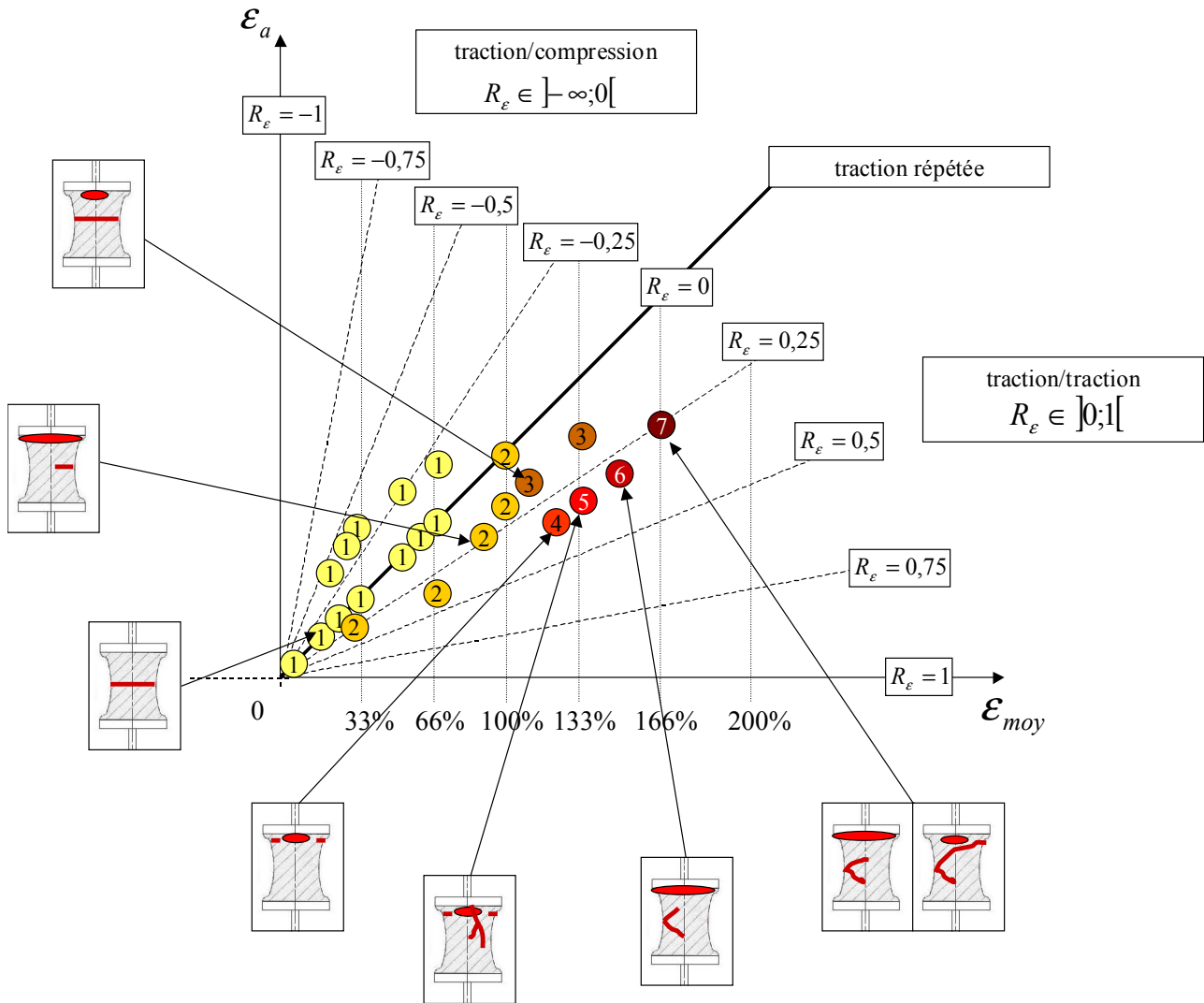


FIG. II - 3.20 – Synthèse des cas d'endommagement observés en fatigue uniaxiale à déplacement imposé en fonction de la sollicitation appliquée à l'échelle macroscopique.

mettent en lumière qu'un cas unique d'endommagement est observé en traction/compression et que de multiples cas d'endommagement apparaissent dès lors qu'une précharge statique en traction est appliquée. Numérotés de 1 à 7, ces cas d'endommagement correspondent à un ou plusieurs modes de fissuration simultanés et sont illustrés par les croquis des éprouvettes Diabolo. En ce qui concerne les essais multiaxiaux, un seul cas d'endommagement a été observé.

Finalement, les nombreux cas d'endommagement relevés sont issus d'un ou plusieurs mode de fissuration. Ainsi, nous retiendrons cinq modes de fissuration majeurs pouvant engendrer la rupture de l'éprouvette, chaque cas étant illustrés par la figure II - 3.21 :

- (a) Fissuration de surface à mi-hauteur de l'éprouvette et se propageant dans le plan médian ;

- (b) Fissuration de surface à mi-hauteur de l'éprouvette et se propageant dans le volume en bifurquant successivement, formant ainsi des branches. Ce phénomène est qualifié de « branching » ;
- (c) Fissuration de surface à mi-hauteur de l'éprouvette et se propageant peu en profondeur, mais selon un plan incliné perpendiculaire à la surface ;
- (d) Fissuration interne sous les inserts, sous forme de multiples fissures qui se propagent circulairement, puis coalescent jusqu'à provoquer une rupture finale adhésive à l'interface éprouvette-insert. Contrairement aux autres types de fissuration, la fissuration interne sous les inserts est induite par un fort niveau de pression hydrostatique. Ce cas d'endommagement serait donc davantage lié à la géométrie de l'éprouvette qu'aux chargements macroscopiques eux-mêmes ;
- (e) Fissuration interne au centre de l'éprouvette et se propageant vers la surface dans le plan médian.

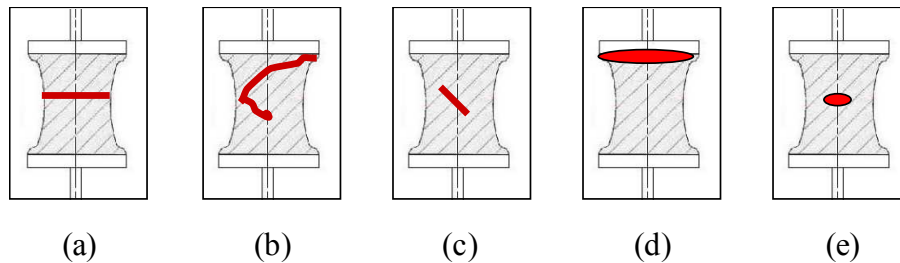


FIG. II-3.21 – Synthèse des cinq cas de fissuration menant à la rupture.

À notre connaissance, toutes les études qui s'intéressent à la prédiction de la durée de vie des élastomères se contentent d'observations à l'échelle macroscopique pour valider leur approche. Ainsi, les grandeurs utilisées dans ces approches sont considérées comme pertinentes dès lors qu'elles localisent le lieu d'amorçage et l'orientation des fissures. Aucune de ces études ne s'interrogent sur les mécanismes physiques de l'amorçage de fissure à l'échelle macroscopique. Dépourvue de sens physique, ces approches atteignent rapidement leur limite lorsque les chargements se complexifient (chargement multiaxial hors-phase par exemple).

Notre objectif dans les chapitres à venir est d'abord de définir ce qu'est l'amorçage d'une fissure à l'échelle macroscopique puis d'étudier les mécanismes de la propagation de fissures. Ces analyses devraient aider à proposer une grandeur physiquement motivée pour l'étude de l'endommagement des élastomères en fatigue.

Chapitre 4

Amorçage de fissure

Sommaire

4.1	Amorçage de fissure dans le NR	88
4.1.1	Localisation de la zone d'amorçage de fissure	88
4.1.2	Morphologie et nature chimique des défauts	90
4.1.3	Distribution des défauts dans le volume	93
4.1.4	Chronologie de l'endommagement et nombre de cycles à l'amorçage microscopique	94
4.1.5	Hétérogénéité de la microstructure du mélange élastomère vulcanisé	98
4.2	Amorçage de fissure dans le SBR	106
4.2.1	Localisation de l'amorçage	106
4.2.2	Morphologie et nature chimique des défauts	106
4.3	Conclusion	108

Dans l'état de l'art sur la fatigue des élastomères (partie I, chapitre 2, p. 27), nous avons vu que de multiples grandeurs sont utilisées pour prédire l'amorçage de fissure à l'échelle macroscopique sans pour autant faire l'unanimité. En effet, ces approches classiques atteignent leur limite lorsqu'il s'agit d'étudier des chargements multiaxiaux. Nous avons également vu, au cours du chapitre précédent, que cinq types de fissuration distincts peuvent conduire à la rupture et qu'une compétition peut s'opérer entre eux en fonction du cas et du niveau de chargement considéré. À ce stade de l'étude, il semble évident que la compréhension des mécanismes physiques d'endommagement est un préliminaire à la formulation d'une grandeur d'endommagement appropriée. Cette dernière remarque paraît pour le moins triviale, mais peu d'études s'intéressent à la description des phénomènes physiques relatifs à l'endommagement, ce qui explique la diversité des grandeurs utilisées dans la littérature. À notre connaissance, il n'existe pas d'études dédiées aux mécanismes microscopiques d'amorçage et de propagation de fissures de fatigue dans les élastomères. Par exemple, les rares études qui s'intéressent à l'origine physique de l'amorçage de fissure (Saintier, 2000; Robisson, 2000) traitent de la nature chimique et de la localisation du défaut mais occultent l'intérêt de définir le nombre de cycles auquel survient l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique.

L'enjeu de ce chapitre est de réaliser une étude complète sur l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique, c'est-à-dire de déterminer sa nature chimique, le nombre de cycles auquel il a lieu, ainsi que l'influence du procédé de fabrication et ce, dans le cas des deux matériaux de l'étude. Dans un premier temps, des analyses fractographiques ont été menées au MEB afin

de localiser la zone d'amorçage sur les surfaces rompues. Ensuite, la morphologie et la nature chimique des défauts donnant lieu à l'amorçage sont discutées. Enfin, dans le cas du NR, une étude par micro-tomographie par rayons X est réalisée afin de déterminer le nombre de cycles à l'amorçage microscopique.

4.1 Amorçage de fissure dans le NR

4.1.1 Localisation de la zone d'amorçage de fissure

L'analyse suivante porte sur les cinq cas de fissuration de (a) à (e) conduisant à la rupture et répertoriés dans la conclusion du chapitre précédent.

4.1.1.1 Fissuration de surface, cas (a), (b) et (c)

Les trois types de fissuration de surface présentent les mêmes caractéristiques en ce qui concerne l'amorçage de fissure. Les analyses fractographiques réalisées au MEB montrent que l'amorçage se situe en sub-surface de l'éprouvette, à une distance variant de 200 à 600 μm de la surface. De rares cas d'amorçage ont lieu à une plus faible distance de la surface. Ce résultat est étonnant car le voisinage direct de la surface est la zone de plus fortes contraintes et a priori la probabilité d'avoir un défaut concentrateur de contraintes est la même en tout point du matériau. Une explication possible à ce phénomène consiste à prendre en compte l'effet du procédé de fabrication sur les propriétés mécaniques de la zone jouxtant la surface (voir paragraphe 4.1.5, p. 98). Le cliché de la figure II - 4.1 est représentatif des zones contenant les défauts donnant lieu à l'amorçage observées dans le NR. Notons que les chargements uniaxiaux comprenant une partie du cycle en compression (traction/compression, série TRF) ou ceux en torsion pour lesquels un frottement important existe entre les surfaces rompues (torsion répétée, série TOR, torsion alternée, série TOA, torsion/traction répétées et déphasées de 180° , série TORTRHP) entraînent un matage des surfaces rompues. Dans ce cas, les zones d'amorçage peuvent être masquées et difficilement localisables. Notons enfin que des cas de multi-fissuration ont été observés mais ils restent minoritaires.

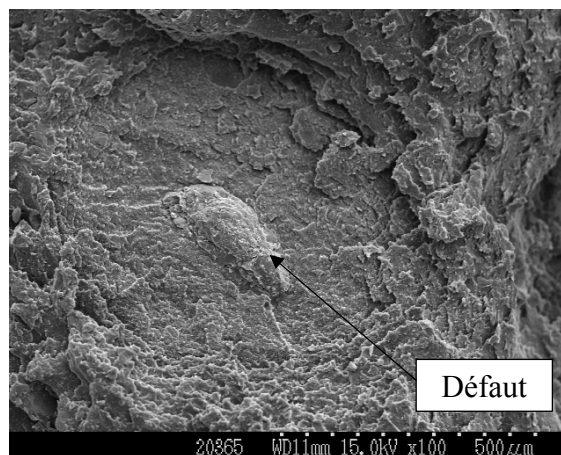


FIG. II - 4.1 – Zone d'amorçage dans le NR (traction répétée, éprouvette TRD-1b).

4.1.1.2 Fissuration interne, cas (d) et (e)

Il convient de distinguer les deux situations selon que la fissuration ait lieu sous les inserts ou au centre de l'éprouvette.

Fissuration interne sous les inserts, cas (d) La fissuration interne sous les inserts se distingue de tous les autres types de fissuration car elle se compose systématiquement de multiples fissures dont le front de propagation est circulaire ou elliptique, les défauts donnant lieu à l'amorçage se trouvant au centre. A l'instar des fissures de surface, la figure II - 4.2 montre que la fissuration sous les inserts présente des zones d'amorçage peu rugueuse de diamètre moyen maximum de l'ordre du millimètre. De plus, il semble que les fissures s'initient en décrivant un anneau au centre de la section de l'éprouvette (figure II - 4.3).



FIG. II - 4.2 – Zone contenant le défaut menant à l'amorçage de fissure sous les inserts (éprouvette TTF200-2c).

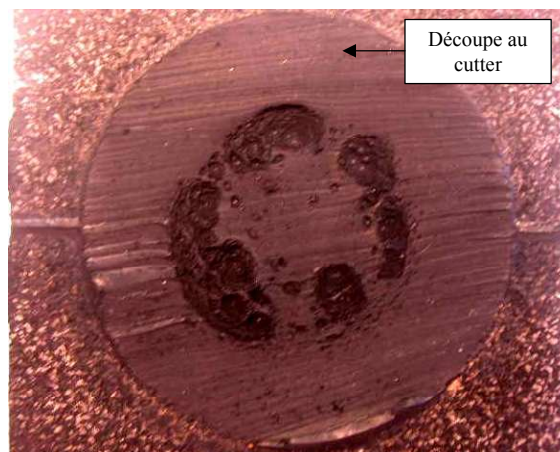


FIG. II - 4.3 – Apparition des cavités en anneau.

Fissuration au centre, cas (e) La figure II - 4.4 montre une surface rompue au centre de l'éprouvette. Dans ce cas également il peut y avoir multi-amorçage (3 amorçages au maximum).

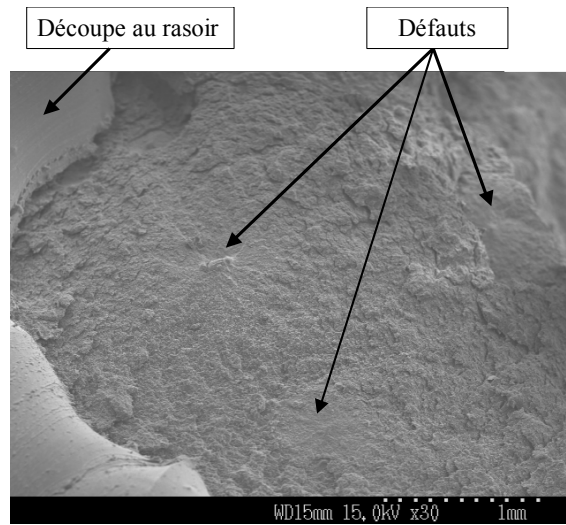


FIG. II - 4.4 – *Multi-amorçage au centre de l'éprouvette en traction/torsion répétées et déphasées (éprouvette TORTRHP-4e).*

4.1.2 Morphologie et nature chimique des défauts

Nous allons aborder la caractérisation des défauts en fonction de la localisation de l'amorçage. En fait, nos analyses tendent à montrer que la nature des défauts diffère en fonction de la localisation de l'amorçage et donc du chargement local appliqué. En effet, nous distinguerons deux cas : l'amorçage dans la partie centrale de l'éprouvette (fissuration de surface à mi-hauteur et fissuration interne au milieu) et l'amorçage sous les inserts (fissuration interne).

4.1.2.1 Amorçage dans la partie centrale

Les cas d'amorçage observés dans la partie centrale de l'éprouvette, concerne deux types de défaut. Le premier et le plus représentatif des cas est l'amorçage à partir d'un agglomérat de noir de carbone. Il est observé dans tous les cas d'amorçage dans la partie centrale. Le noir de carbone que nous utilisons est normalisé (référence N326 selon l'ASTM-D 1765). Le diamètre moyen des particules est de 26 nm. Le noir de carbone est introduit sous forme d'aggrégats dans le mélange. Le diamètre moyen des aggrégats varie de 0,5 à 50 μm . Ces aggrégats peuvent également s'agglomérer en particules de diamètre moyen variant de 50 à 400 μm et emprisonnant de l'élastomère, c'est pourquoi les cartographies EDSX ne permettent pas de les distinguer de la matrice. Dans notre cas, l'amorçage s'opère sur les grands agglomérats. Sur le faciès de rupture, ces agglomérats ont un diamètre moyen de 200 à 400 μm . Comme le montre la figure II - 4.5, deux cas se présentent : soit l'agglomérat se rompt en deux (figure 4.5(a)), soit un phénomène de cavitation a lieu au voisinage de ses pôles et dans ce cas, il est recouvert d'élastomère (figure 4.5(b)). Même si dans ce dernier cas, le noir de carbone n'est pas visible, il s'avère être le seul type de défaut fortement lié à la matrice par des liaisons covalentes, ce qui explique que l'amorçage n'ait pas lieu à l'interface entre lui et la matrice. Le second cas d'amorçage correspond à de nombreuses cavités concentrées dans une même zone. Ce cas n'a été observé qu'en chargement de torsion répétée et de torsion alternée. Comme le montre la figure II - 4.6, des cavités de diamètre moyen inférieur à 10 μm , sont observées sur une surface de diamètre moyen variant entre 200 et 300 μm . Le nombre de ces cavités est de l'ordre de la dizaine. Certaines hypothèses peuvent être émises en ce qui concerne l'origine de ces cavités. En effet, le diamètre maximal

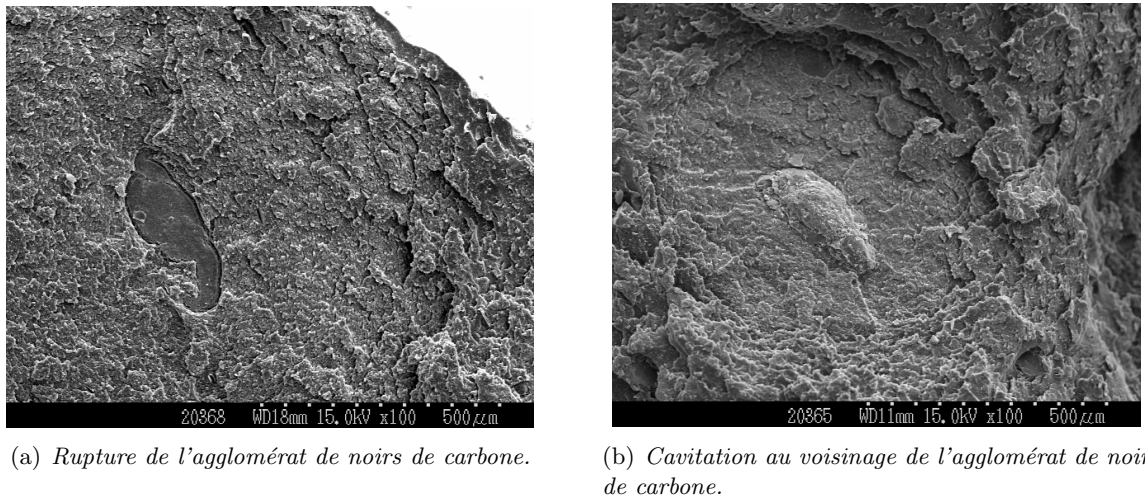


FIG. II - 4.5 – Amorçage à partir d'un agglomérat de noirs de carbone.

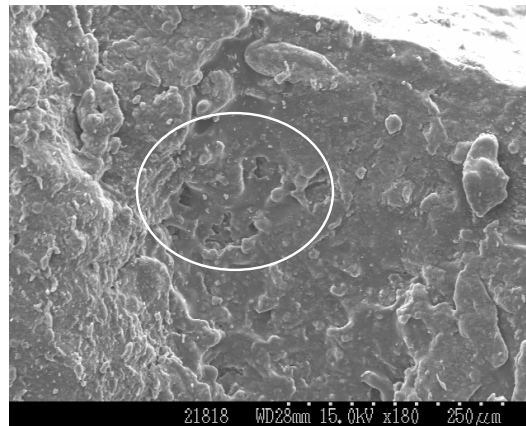


FIG. II - 4.6 – Amorçage à partir d'une zone présentant de nombreuses cavités de l'ordre d'une dizaine de microns.

des oxydes de zinc observés atteint $10\text{ }\mu\text{m}$. Ces cavités peuvent donc être issues de la décohésion de ces oxydes et de la matrice élastomère. Nous retiendrons de ces deux types de défaut que leur taille maximale est du même ordre de grandeur, $400\text{ }\mu\text{m}$ pour les agglomérats de noirs de carbone et $300\text{ }\mu\text{m}$ pour la zone contenant les cavités.

4.1.2.2 Amorçage sous les inserts

L'amorçage sous les inserts se distingue de tous les autres cas d'amorçage par la nature chimique et la taille des défauts en cause. En effet, ces défauts contiennent généralement de l'oxygène et du silicium et leur diamètre moyen est inférieur à $100\text{ }\mu\text{m}$. De plus, la surface de ces oxydes de silicium ne présente pas d'élastomère, ce qui montre qu'aucune liaison forte ne se développe entre elles et la matrice. Les figures II - 4.7 et II - 4.8 sont des cartographies EDSX de ce type de défaut. Le premier défaut (figure II - 4.7) contient de l'oxygène, du silicium et du magnésium. La présence de ces trois éléments semble indiquer que ce défaut est une particule de talc (silicate de magnésium hydraté de formule chimique $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$). Le talc est utilisé lors de la fabrication pour éviter que les bandelettes d'élastomère ne se collent avant leur

introduction dans la presse à injecter. Le second défaut (figure II - 4.8) contient également de l'oxygène, du silicium et du magnésium, mais aussi de l'aluminium. En fait, les silicates peuvent s'associer à des éléments métalliques tels que le calcium, le magnésium ou encore l'aluminium pour former des structures plus complexes. Ce type de défaut peut se trouver au niveau de l'écorce terrestre et être puisé par l'hévéa. Notons enfin que les nombreux silicates associés à des éléments métalliques et observés sur les faciès de rupture témoignent de leur présence dans tout le volume des éprouvettes.

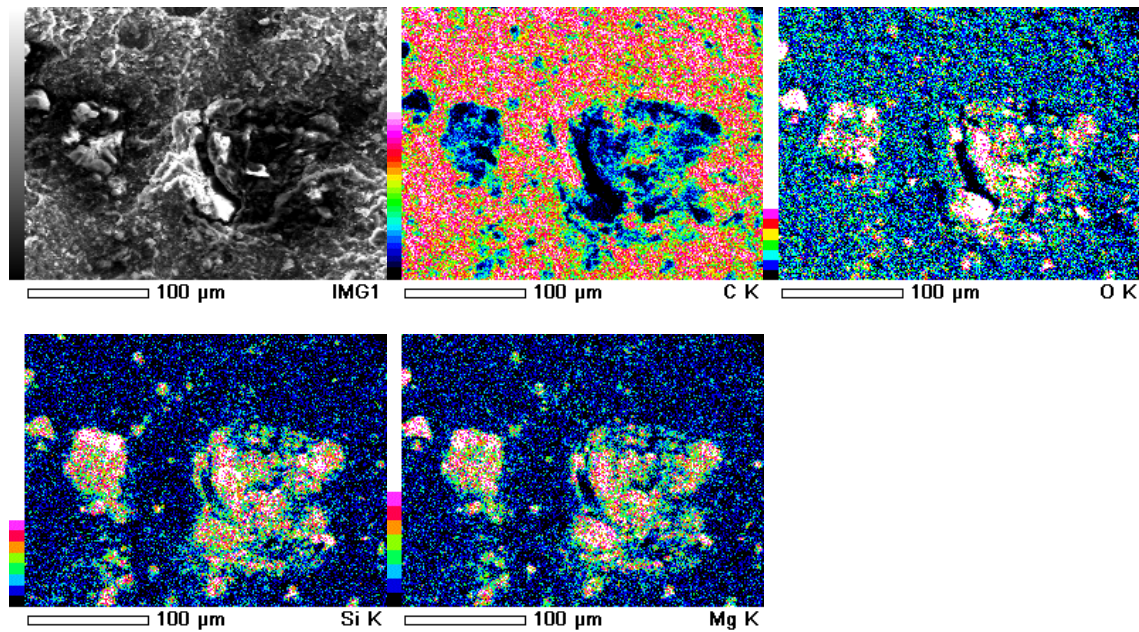


FIG. II - 4.7 – Cartographie EDSX d'une particule de talc.

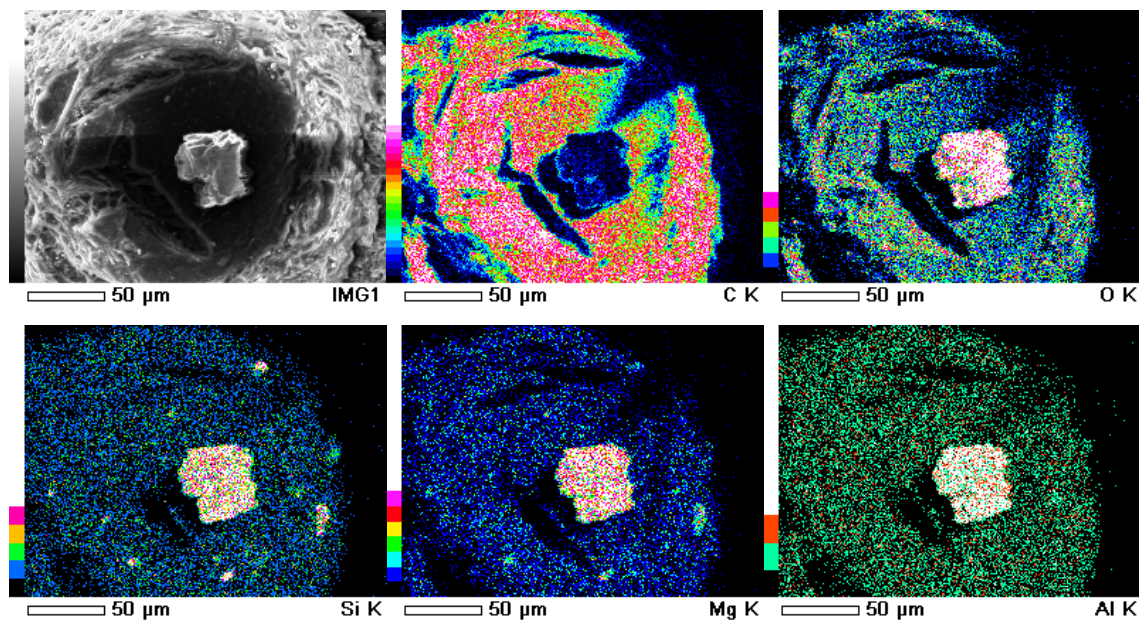


FIG. II - 4.8 – Cartographie EDSX d'une particule située au niveau des inserts.

4.1.3 Distribution des défauts dans le volume

La distribution des défauts peut être analysée par micro-tomographie à rayons X (voir partie II, chapitre 2, p. 63). En effet, le contraste obtenu est directement lié à la différence de densité entre les différents éléments en présence. Ainsi, comme le montre la figure II -4.9, il est possible de distinguer les oxydes, plus denses que le carbone qui constitue le squelette des macromolécules de l'élastomère (en blanc), mais aussi des cavités (en noir). Il est également possible de distinguer les plus grands agglomérats de noirs de carbone, légèrement plus foncés que la matrice. En effet, la densité de la matrice est environ le double de celle du noir de carbone : de l'ordre de 1 kg/dm^3 pour la matrice et $0,455 \text{ kg/dm}^3$ pour le noir de carbone (selon la norme ASTM-D 1765). L'analyse porte sur la partie centrale des éprouvettes Diabolo. La figure II -4.10 montre

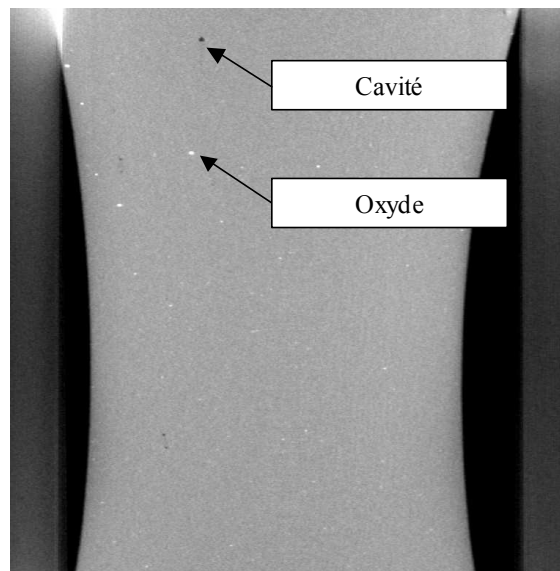


FIG. II -4.9 – Cliché obtenu par micro-tomographie à rayons X . Les contrastes reflètent la variation de numéro atomique entre les différents éléments.

les clichés obtenus sur une éprouvette Diabolo vierge de toute sollicitation mécanique. La figure 4.10(a) est une coupe transverse et la figure 4.10(b) est une coupe longitudinale. Les coupes transverses (selon le plan $(\vec{x}, \vec{z})$) permettent de visualiser le Diabolo par tranches de haut en bas. La zone imagée, de hauteur 20 mm, est centrée à mi-hauteur du Diabolo. Les coupes longitudinales (selon le plan $(\vec{x}, \vec{y})$) permettent quant à elles de visualiser le Diabolo de profil, tranche par tranche. Les coupes représentent une épaisseur de 26 microns et chaque pixel de chaque coupe correspond à un carré de 26 microns de côté. Chaque tranche du volume scanné est étudiée.

Ce qu'il faut retenir de cette première analyse sur une éprouvette vierge de toute sollicitation concerne l'absence de zones noires correspondant à des cavités. Ceci ne signifie pas qu'il n'y a pas de cavités dans le matériau vierge mais qu'elles ne sont pas détectables à l'échelle de la résolution spatiale du micro-tomographe. À ce sujet, une étude récente montre qu'initialement le matériau est peuplé de cavités microscopiques dont la distribution conditionne les propriétés physiques de l'élastomère (Adriaenssens *et al.*, 2000).

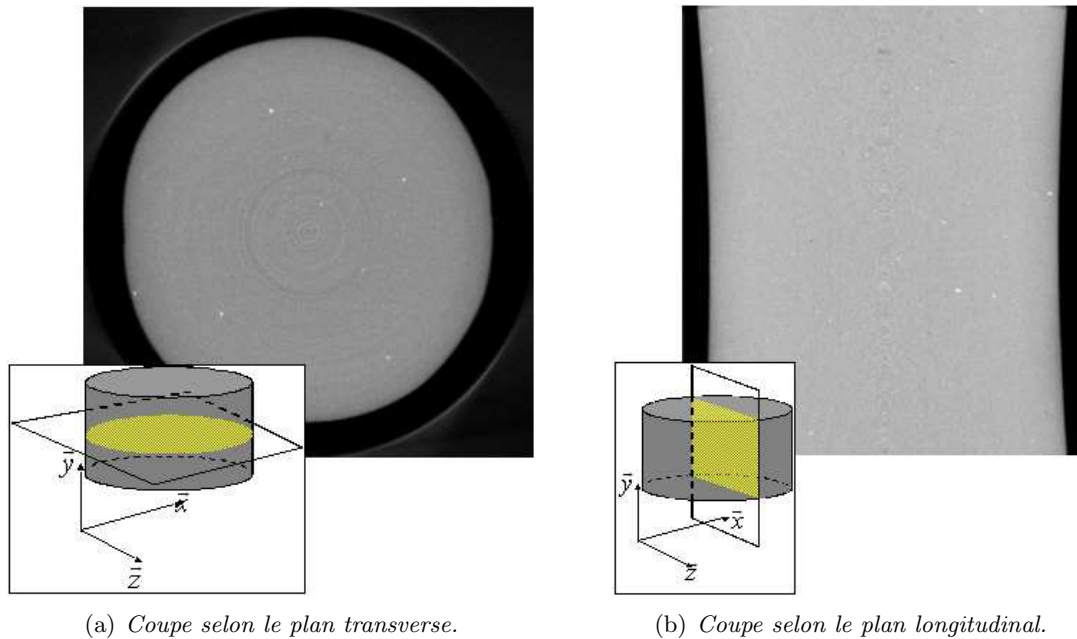


FIG. II - 4.10 – Micro-tomographie par rayons X d'une éprouvette vierge de toute sollicitation mécanique.

4.1.4 Chronologie de l'endommagement et nombre de cycles à l'amorçage microscopique

Les observations précédentes ont mis en évidence que l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique a lieu en sub-surface entre 200 et 600 μm de profondeur. Ainsi, le nombre de cycles à l'amorçage macroscopique détecté au cours des essais de fatigue correspond en fait à un phénomène de propagation de fissure microscopique débouchant en surface. La question ici est de savoir si l'amorçage de fissure macroscopique en surface est proche, en terme de nombre de cycles, de l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique. Il s'agit donc de décrire la chronologie de l'endommagement avant qu'il ne soit visible en surface sous la forme d'une fissure. Pour ce faire, nous avons réalisé des essais de traction répétée ($\lambda = 2$), arrêtés à différents nombres de cycles avant amorçage d'une fissure macroscopique en surface (N_i). Ici, N_i est moyenné sur 5 essais préalables. Les essais ont été arrêtés à 1 cycle, 5 cycles, 25% de N_a , 50% de N_a et 75% de N_a (série TRDINT). À chacune de ces cinq étapes correspond une éprouvette. Après l'essai, les éprouvettes sont étirées à une elongation moindre que celle de l'essai de fatigue ($\lambda = 1,33$, pour ouvrir les fissures) puis la section centrale de l'éprouvette (voir figure II - 4.11). L'analyse porte sur toutes les tranches de ce volume scanné représentant un cylindre de 17 mm de diamètre sur 20 mm de hauteur. Les résultats présentés sont des coupes transversales et longitudinales de ce volume.

4.1.4.1 Événements recherchés

Dans un premier temps, nous recherchons des cavités dans l'ensemble du matériau. Comme pour ce type de chargement, toutes les zones d'amorçage sans exception sont situées entre 200 et 600 μm de profondeur, toutes les cavités observées dans cette zone sont susceptibles de croître et de mener à la ruine de l'éprouvette. Dans un second temps, nous recherchons les fissures de cette zone en phase de propagation : lors de l'étude de la morphologie des défauts donnant lieu

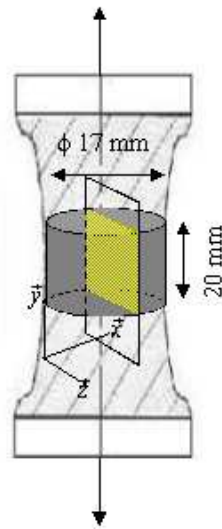


FIG. II - 4.11 – La section centrale de l'éprouvette étirée est scannée par tranche.

à l'amorçage, nous avons conclu que la taille maximale du défaut était de $250 \times 400 \mu\text{m}$. Ainsi, toutes les cavités de cette zone, de taille supérieure à $250 \times 400 \mu\text{m}$ correspondent à une fissure en phase de propagation .

4.1.4.2 Éprouvette à 1 cycle

Ici, nous considérons que l'analyse est faite sur le premier cycle de fatigue. Pour cette éprouvette, l'examen des coupes transverse et longitudinale n'a pas permis de détecter de cavités de taille supérieure à la taille maximale des défauts. Ceci signifie qu'il n'y a pas eu propagation de fissure. En revanche, de nombreuses cavités de taille inférieure ont été détectées dans le volume de l'éprouvette. Les clichés de la figure II - 4.12 récapitulent les deux types de cavité observés. Sur ces clichés, les oxydes, de fortes densités, apparaissent en blanc. La figure 4.12(a) montre des cavités aux pôles d'oxydes, dans l'axe de l'étirement. Ce résultat est prévisible dans la mesure où les interactions entre les oxydes et la matrice sont faibles. De ce fait, il y a décohésion de l'inclusion et de la matrice élastomère. Ce type de cavités est le plus observé et concorde avec les observations réalisées par Saintier (2000) à la surface d'un NR en chargement quasi-statique. Le second type est illustré par le cliché de la figure 4.12(b). Deux cavités sont observées dans la même zone. Le grossissement de cette zone (encadré blanc sur cette même figure) montre que ces cavités sont séparées par une forme plus foncée (donc moins dense) que la matrice élastomère. La taille et la densité de cette forme correspondent à celles d'un agglomérat de noirs de carbone. Dans ce cas, l'apparition des cavités répond à des phénomènes plus complexes. En effet, les interactions entre les agglomérats de noirs de carbone et la matrice étant fortes un phénomène de cavitation peut naître au voisinage de l'agglomérat. La cavitation au voisinage d'une inclusion rigide fortement liée à la matrice a été largement étudiée dans le passé, le lecteur pourra se référer aux résultats expérimentaux d'Oberth et Bruener (1965) et de Gent et Park (1984), ainsi qu'aux développements théoriques de Diani (1999).

Même si aucune cavité n'a été détectée à l'échelle de la résolution spatiale du micro-tomographe, ces premiers résultats montrent que l'amorçage de fissure peut avoir lieu dès la première charge par décohésion ou par cavitation. En effet, comme l'a observé expérimentalement Saintier et comme l'a déterminé théoriquement Diani, la cavitation aux pôles d'inclusions rigides peut

apparaître à partir d'une elongation égale à 1,2. Un calcul par éléments finis (voir figure II -4.13) montre que localement, ce niveau d'elongation est atteint dans la partie centrale de l'éprouvette à partir d'une elongation nominale égale à 1,11, ce qui concerne l'ensemble des éprouvettes de notre campagne d'essais.

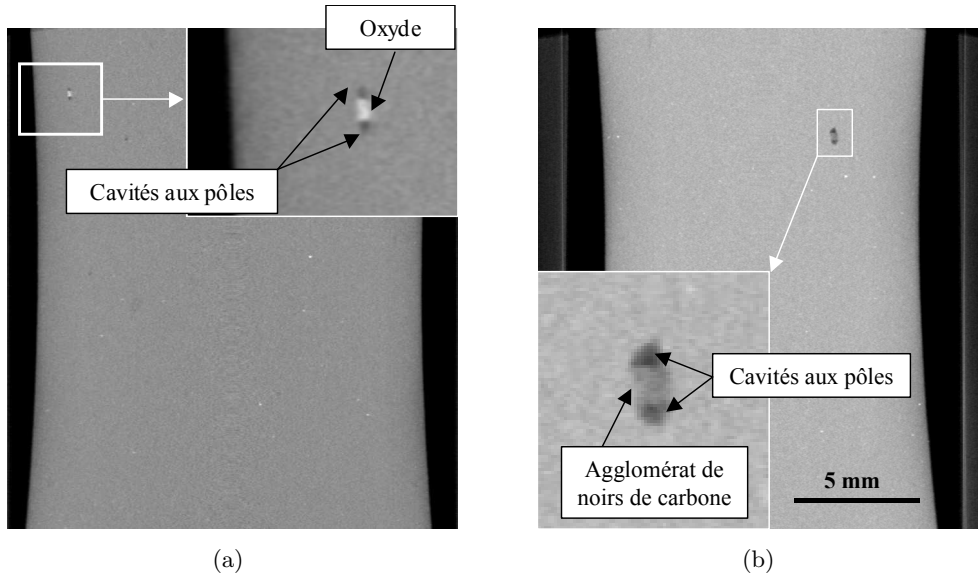


FIG. II -4.12 – Coupes longitudinales, éprouvette à 1 cycle.

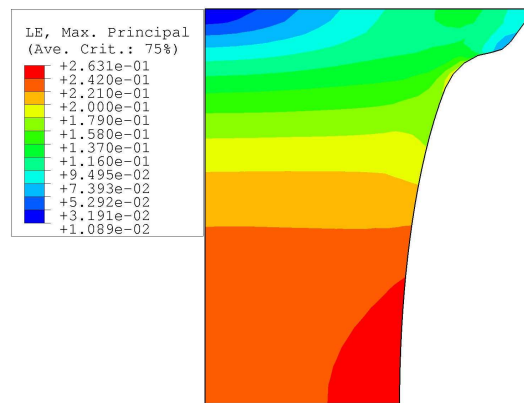


FIG. II -4.13 – Étirement de l'éprouvette Diabolo à une elongation de 1,11. Localement l'elongation excède 1,2. Calcul par éléments finis avec Abaqus: maillage axisymétrique, 511 nœuds, 464 éléments mixtes (déplacement, pression), loi de comportement néo-hookéenne.

4.1.4.3 Éprouvette à 5 cycles

Comme précédemment, de nombreuses cavités issues soit de la décohésion entre les oxydes et la matrice élastomère, soit de la cavitation au voisinage d'agglomérats de noirs de carbone sont révélés. Les figures 4.14(a) et 4.14(b) illustrent ce dernier cas où deux cavités sont visibles au niveau d'un agglomérat de noirs de carbone. Une de ces cavités se situe à un pôle de l'agglomérat

et l'autre le scinde en deux. La cavitation aux pôles suivie par la rupture de l'agglomérat a déjà été constatée par Saintier. Selon lui, la rupture de l'agglomérat serait également due à de la cavitation.

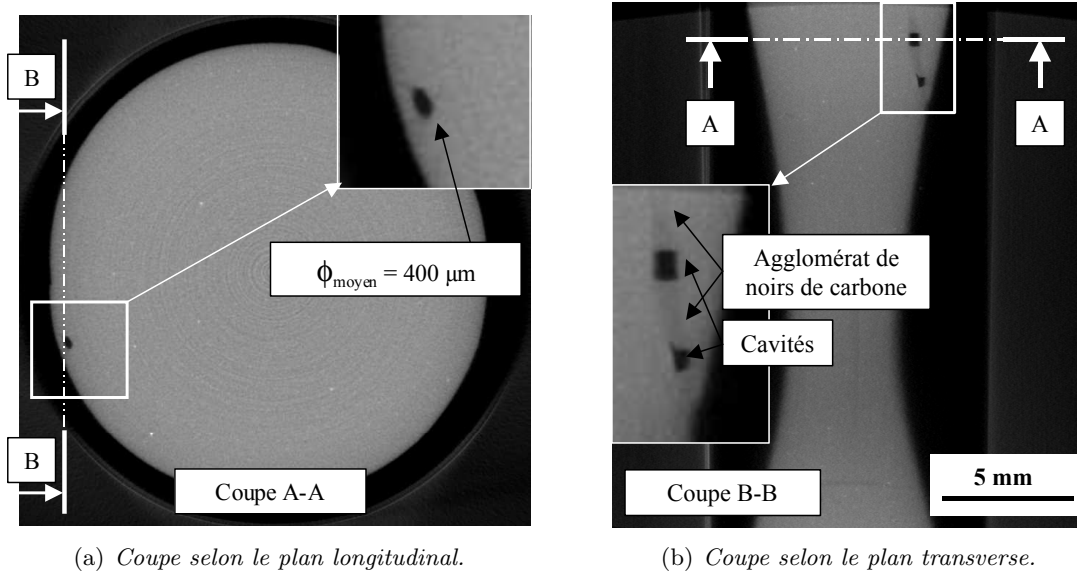
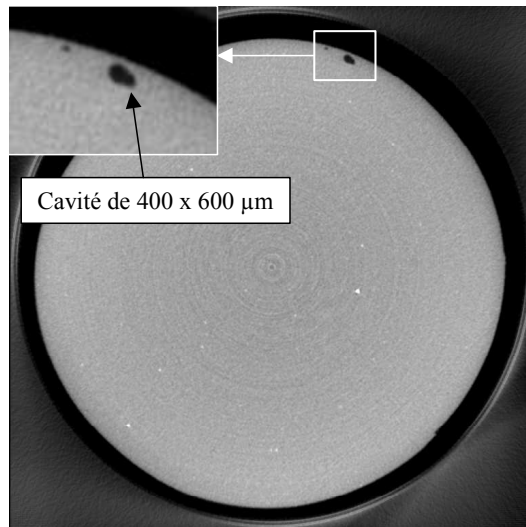


FIG. II -4.14 – Micro-tomographie par rayons X d'une éprouvette vierge de toute sollicitation mécanique, éprouvette à 5 cycles.

La localisation en sub-surface de ces cavités indique qu'elles peuvent générer un front de propagation pouvant mener à la rupture de l'éprouvette. Il reste maintenant à déterminer si le front de propagation progresse dès l'amorçage de la fissure (création d'une cavité) ou si un temps d'« incubation » est nécessaire.

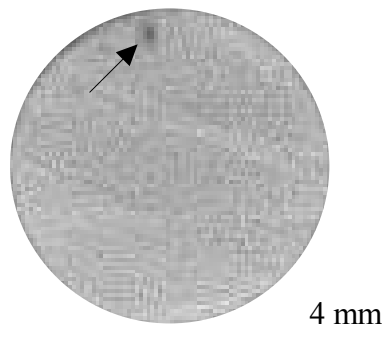
4.1.4.4 Éprouvette à 25% de N_a

À 25% de N_a , le nombre de cavités issues de la décohésion des oxydes et de la matrice élastomère est sensiblement le même qu'à 1 et 5 cycles, ce qui signifie que les cas de décohésion dépendent principalement du niveau de chargement et non du nombre de cycles de fatigue. Ceci s'explique par le fait que les liaisons entre les oxydes et la matrice sont faibles. En revanche, le nombre de cavités observées au niveau d'agglomérats de noirs de carbone est en nette progression, ce qui signifie que le chargement cyclique favorise ce type d'amorçage de fissure. En fait, plusieurs cycles sont nécessaires pour rompre les liaisons fortes entre ces agglomérats et la matrice. Observons maintenant la coupe transverse de la figure II -4.15. Une cavité est présente dans la zone où se situent les défauts à l'origine de l'amorçage de fissure menant à la ruine. Sa taille est supérieure à la taille maximale des défauts donnant lieu à l'amorçage, ce qui signifie que cette cavité correspond à une micro-fissure en phase de propagation. Ce résultat montre que la phase précédant l'amorçage à l'échelle macroscopique correspond au moins à 75% (en terme de nombre de cycles) de propagation à l'échelle microscopique. Cette dernière remarque signifie que, même s'il y a une phase d'« incubation » entre amorçage et propagation, celle-ci peut être négligée à l'échelle de l'essai. Ce résultat est majeur car il montre qu'une grandeur motivée physiquement pour traduire l'endommagement des élastomères en fatigue doit prendre en compte la croissance de défauts (en l'occurrence de fissures) au sein du matériau.

FIG. II - 4.15 – Coupe transverse, éprouvette à 25% de N_a .

4.1.4.5 Éprouvettes à 50 et 75% de N_a

L'analyse de ces éprouvettes a pour but de confirmer le fait qu'au-delà de 25% de N_a , les fissures de fatigue sont en phase de propagation. Ainsi, les cavités recherchées doivent être de taille supérieure à celles détectées à 25% de N_a . Compte tenu des tailles des cavités recherchées, ces dernières peuvent être détectées à partir d'un tomographe à rayons X de moindre résolution (sans micro-foyer). De la même manière que précédemment, les éprouvettes sont étirées à une elongation égale à 1,33 avant d'être scannées. Dans les deux cas (50 et 75% de N_a), une cavité est détectée sous la surface. Comme le montre la figure II - 4.16, à 75% de N_a , la fissure est de l'ordre de 1 mm (à l'état déformé).

FIG. II - 4.16 – Coupe transverse, éprouvette à 75% de N_a , analyse par tomographie à rayons X.

4.1.5 Hétérogénéité de la microstructure du mélange élastomère vulcanisé

Cette étude est motivée par le fait que des résultats obtenus en amorçage et en propagation de fissures ne sont pas explicables par des analyses purement mécaniques. Cela concerne la présence d'une zone jouxtant la surface et semblant se comporter différemment du reste de l'éprouvette. Seule une variation de microstructure pourrait expliquer l'hétérogénéité de comportement des

différentes zones de l'éprouvette. Par exemple, l'effet de peau est un phénomène bien connu dans les polymères. Il définit la variation des propriétés mécaniques de la zone directement en contact avec les parois chauffées du moule. Dans les élastomères, les variations des propriétés mécaniques au voisinage de la surface sont uniquement étudiées au travers du vieillissement (Bielinski, 2004). Dans notre cas, de nombreuses explications sont possibles quant à l'origine de cette zone : le vieillissement, mais aussi l'hétérogénéité de vulcanisation ou encore la sollicitation cyclique. L'étude des résultats d'essais montre que cette zone est observée indépendamment du nombre de cycles subis par l'éprouvette. Ceci tend à discriminer le vieillissement et la sollicitation cyclique. Il semble donc que cette zone, ainsi que les variations de propriétés mécaniques au niveau du point d'injection soient deux phénomènes induits lors du moulage par injection. Pour étudier ces phénomènes, nous avons choisi d'analyser une éprouvette vierge de toute sollicitation mécanique par microscopie à force atomique (voir partie II, chapitre 2, section 2.3, p. 67).

4.1.5.1 Expérience

L'analyse est menée sur une éprouvette Diabolo. Afin de comparer la microstructure des différentes zones de l'éprouvette, cette dernière est découpée selon le schéma de la figure II - 4.17. Quatre découpes ont été réalisées dans l'éprouvette ; deux découpes aux niveaux des inserts métalliques (tranches 1 et 4), une découpe à 17 mm de la base où apparaissent les fissures (tranche 2) et une découpe au niveau du point d'injection (tranche 3). Pour des raisons d'encombrement maximum du microscope, des échantillons sont prélevés dans chaque tranche, trois suivant le diamètre et un à 90°. Chaque échantillon est numéroté de 1 à 16. Ainsi, 12 échantillons jouxtent la surface et 4 échantillons proviennent du cœur. Le choix de la position des différents échantillons permet d'une part de comparer la microstructure à cœur et en peau et ce, pour différentes hauteurs dans l'éprouvette. En fonction de la position de chaque échantillon, différentes zones sont analysées. Deux cas se présentent :

- (i) lorsque l'échantillon jouxte la surface (voir figure 4.18(a)), cinq zones sont analysées : une zone à 150 μm (zone A), 300 μm (zone B), 450 μm (zone C), 600 μm (zone D) et 2 mm (zone E) de la surface de l'éprouvette.
- (ii) lorsque l'échantillon est prélevé à cœur (voir figure 4.18(b)), une seule zone est analysée (zone F, au centre de l'échantillon). En effet, des essais exploratoires sur les échantillons prélevés à cœur) n'ont montré aucune différence de topographie ou de phase en fonction du lieu d'observation (topographie et phase).

Afin d'assurer la représentativité des résultats et en raison de la faible superficie analysée (5 μm par 5 μm), cinq analyses sont réalisées par zone et ce, en mode Contact Intermittent.

4.1.5.2 Résultats

L'intérêt du mode contact intermittent est double. Tout d'abord, alors que les forces appliquées sur la surface sont de quelques nanonewtons en mode contact, elles sont de l'ordre d'une fraction de nanonewtons en mode contact intermittent. Ceci évite de détériorer la surface de l'élastomère. De plus, le contact intermittent permet de mettre en évidence une différence de phase dans la réponse des différents éléments de la surface. Ainsi, l'AFM est un moyen de distinguer le noir de carbone de la matrice élastomère par une différence de réponse à l'excitation de la pointe. Les résultats de l'étude consistent donc en l'interprétation et la comparaison de la topographie et de l'image de phase associée des différentes zones d'observation. La figure II - 4.19 est un exemple de résultat obtenu. Comme tous les résultats présentés par la suite, l'image topographique est à gauche de l'image de phase. Ces clichés sont une reconstitution en trois

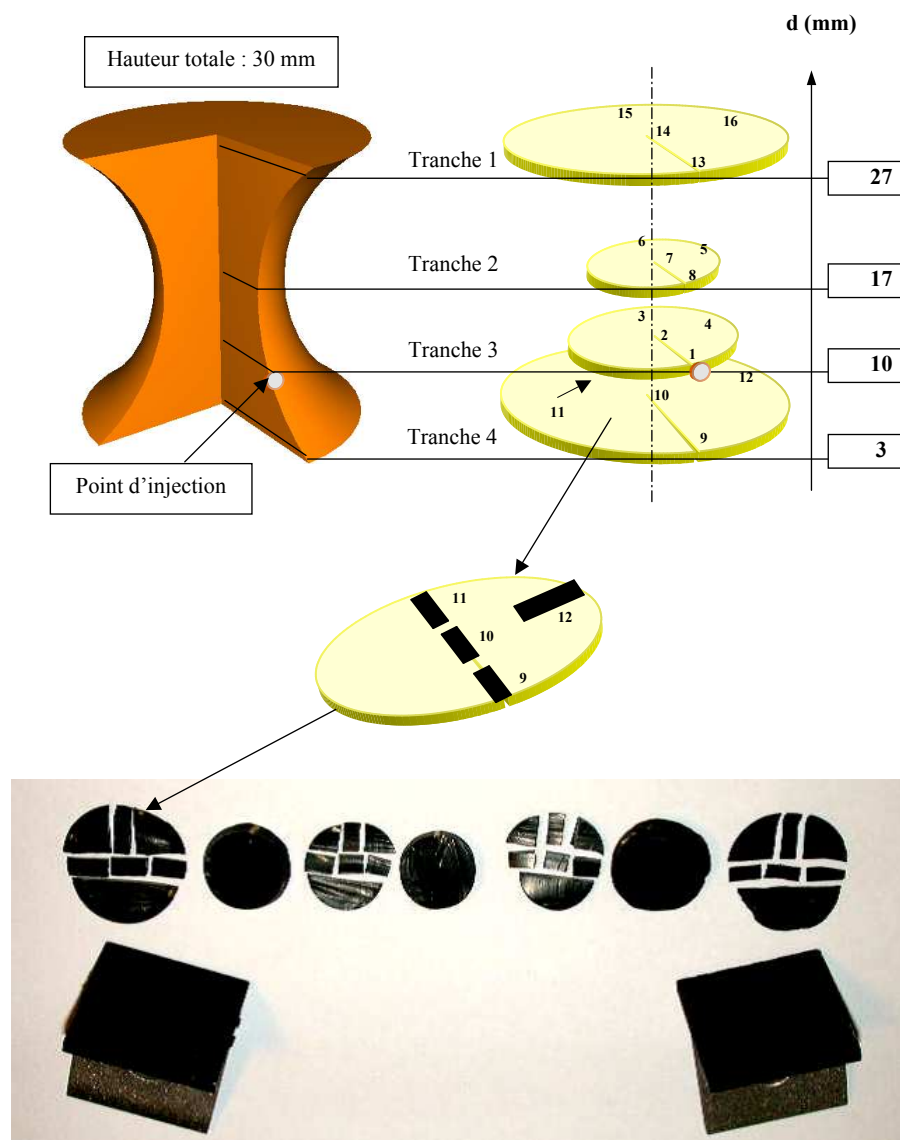
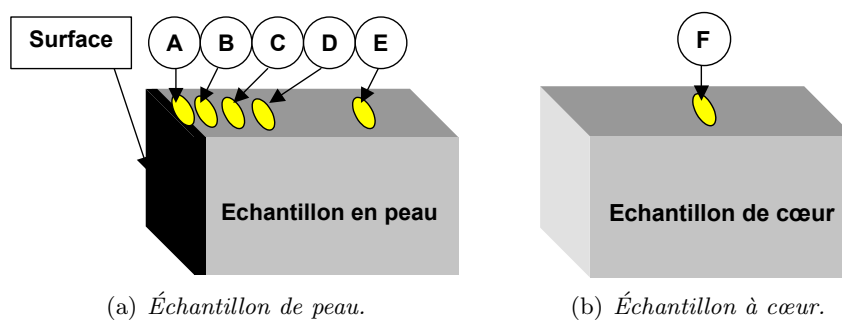


FIG. II - 4.17 – Découpe de l'éprouvette en tranche.



(a) Échantillon de peau.

(b) Échantillon à cœur.

FIG. II - 4.18 – Zones analysées en fonction de la localisation de l'échantillon.

dimensions des données acquises lors de l'analyse de la surface. Sur l'image topographique, à gauche, le contraste est obtenu par la différence d'altitude des différentes zones. Apparaissent

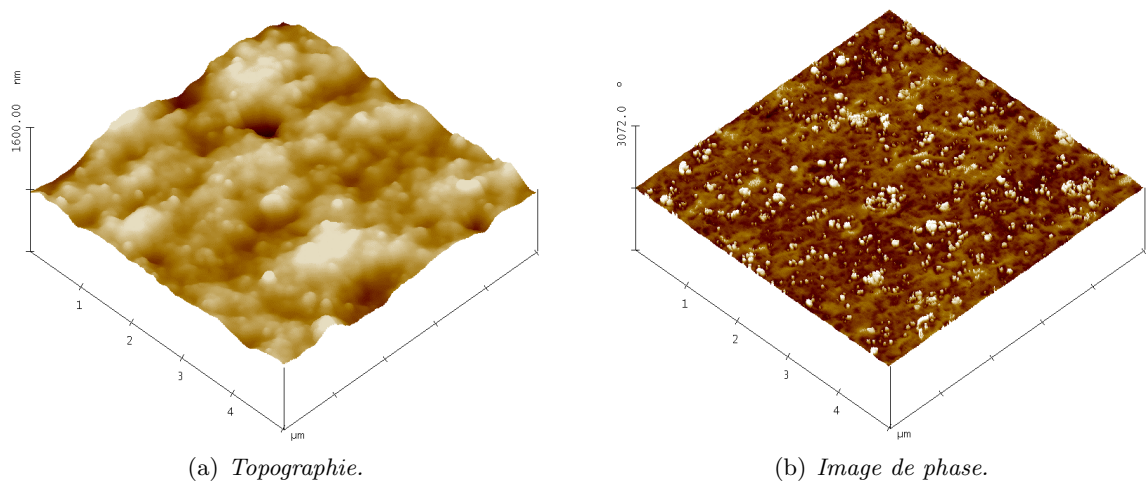


FIG. II - 4.19 – Reconstitution 3D de la surface analysée.

en blanc les zones les plus hautes (pour maintenir constante l'amplitude de déplacement du levier, la hauteur est asservie et ses variations sont enregistrées afin d'obtenir ce contraste). En ce qui concerne l'image de phase, les noirs de carbone, de module plus important que la matrice élastomère apparaissent en blanc. La taille de ces noirs de carbone, de l'ordre de quelques centaines de nanomètres, correspond à celle d'agrégats de noirs de carbone. Il n'est pas possible de les confondre avec des oxydes de zinc dans la mesure où la taille des oxydes est de l'ordre de $5\ \mu\text{m}$. De plus, lorsque une découpe au cutter les disloque, les observations réalisées au MEB montrent que les oxydes restent concentrés sur une zone de l'ordre de $5\ \mu\text{m}$ (le diamètre moyen des cavités qui les contiennent). Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Jeon *et al.* (2003) lors de son étude sur la distribution des noirs de carbone pour deux formulations de NR, l'une avec 30 pce (parties pour cent d'élastomère) de noirs de carbone et l'autre avec 10 pce.

Analyse des différentes zones

La figure II - 4.20 est représentative des zones ne jouxtant pas la surface. Ces zones sont repérées E et F sur les différents échantillons. Ici, deux phases se distinguent, l'élastomère en noir et les agrégats de noirs de carbone en blanc. Ce résultat vaut pour toutes les zones éloignées de la surface et ce, indépendamment du voisinage du point d'injection. Intéressons-nous maintenant aux zones proches de la surface, repérées de A à D sur les échantillons, respectivement de 150 à $600\ \mu\text{m}$ de la surface. Prenons l'exemple de la surface de l'échantillon 1, située au-dessus du point d'injection. La zone à $600\ \mu\text{m}$ de la surface présente les mêmes caractéristiques que les zones E et F éloignées de la surface. En revanche, en se rapprochant davantage de la surface, la figure 4.21(a) montre la topographie et l'image de phase de la zone C située à $450\ \mu\text{m}$ de la surface. La figure 4.21(b) est un grossissement de l'encadré blanc de la figure 4.21(a). Alors que jusqu'à présent seulement deux phases se distinguaient (l'élastomère et les agrégats de noirs de carbone), une troisième phase apparaît. Elle est délimitée par les lignes en pointillés sur la figure 4.21(b). Elle se développe autour des agrégats de noirs de carbone et forme une interface très nette avec la phase élastomère. Les figures 4.22(a) et 4.22(b) sont les topographies et images de phase obtenues dans les zones A et B de l'échantillon 1. En observant les images de phase, il apparaît clairement que la part de la troisième phase grandit avec la proximité de la surface. L'interface entre elle et la phase élastomère est toujours aussi nette. Ce résultat est généralisable à l'ensemble des surfaces des échantillons jouxtant la surface. En fait, l'analyse des autres échantillons a montré qu'une

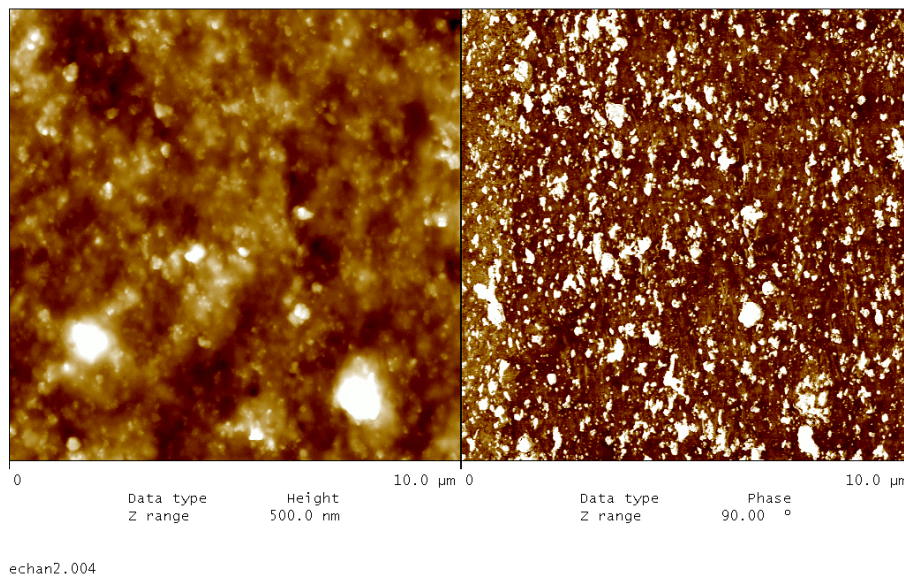


FIG. II - 4.20 – Zone éloignée de la surface, échantillon 2.

troisième phase apparaît toujours entre 150 et 450 μm de la surface. Sa fraction volumique, que l'on peut estimer à partir de la surface qu'elle occupe sur les images, est supérieure à celle de l'élastomère, ce qui signifie qu'elle influence les propriétés mécaniques de cette zone. Ce résultat est de premier ordre car il montre qu'une peau de microstructure différente, et donc de propriétés mécaniques différentes du reste de l'éprouvette, est présente sur l'ensemble de l'éprouvette. De plus, l'épaisseur de cette peau correspond à celle de la peau observée sur les faciès de rupture.

Nature de la troisième phase

Une troisième phase est présente en peau de l'éprouvette. Nous pensons que cette phase est engendrée par la proximité de la source de chaleur au niveau des parois du moule et de la faible capacité de l'élastomère à dissiper la chaleur. Ce qui explique ce fort gradient de microstructure. Afin de mieux comprendre ce phénomène, nous souhaitons ici caractériser cette troisième phase. Pour cela, des courbes d'approche-retrait de l'élastomère, des agrégats de noirs de carbone et de la troisième phase ont été réalisées sur la surface de l'échantillon 4, à 50 μm de la surface. Les résultats sont présentés par la figure II - 4.23. Pour chaque graphe, l'amplitude d'oscillation est tracée en haut et la phase correspondante en bas. Deux types de courbes se distinguent. Tout d'abord, la courbe de phase de la figure 4.23(a) présente une faible phase attractive, puis une phase répulsive importante qui caractérise les matériaux de faible mouillabilité tel que le noir de carbone (en général les matériaux de modules élastiques élevés). Ensuite, les courbes de phase de l'élastomère et de la troisième phase, (respectivement figures 4.23(b) et 4.23(c)) présentent une phase continuellement attractive qui témoigne de la nature des forces agissant sur la pointe et de la similitude du comportement de ces deux zones. Les courbes sont caractéristiques de matériaux de forte mouillabilité au regard de celle du noir de carbone. Ces courbes montrent également que cette troisième phase ne peut provenir que de l'évolution de l'élastomère lui-même. La comparaison des deux courbes de phase montre que l'élastomère présente un attractif plus fort que la troisième phase, ce qui signifie qu'il est moins raide qu'elle, comme le suggèrent les différences de contraste sur les images de phase où cette troisième phase apparaît plus claire que l'élastomère. Ainsi, la troisième phase serait une phase élastomère plus réticulée que dans le

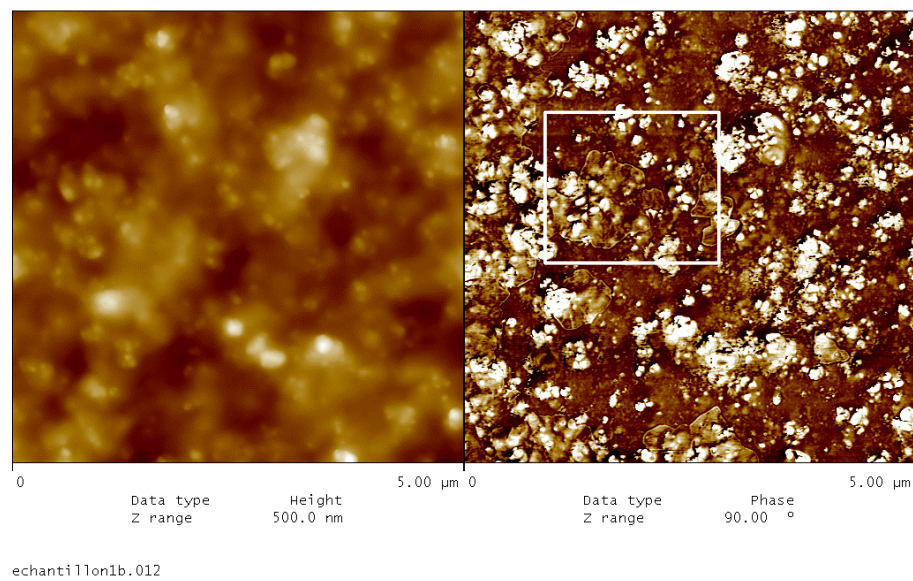
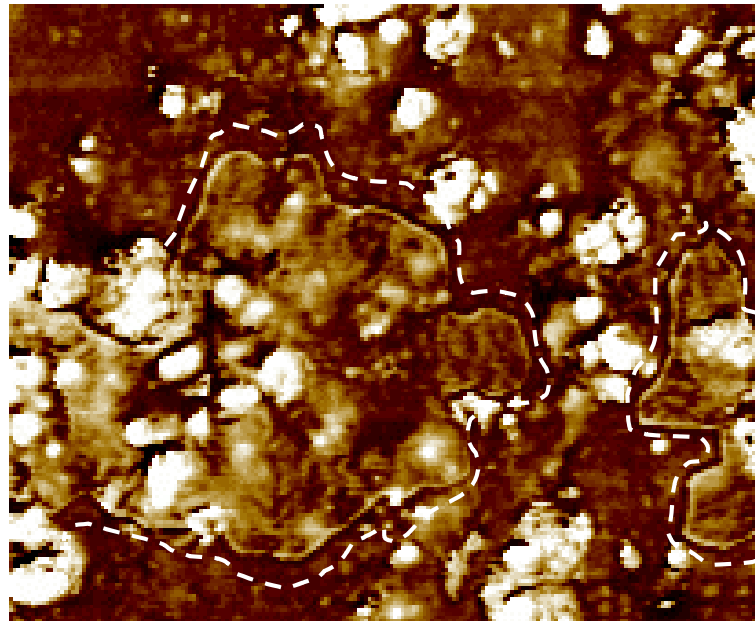
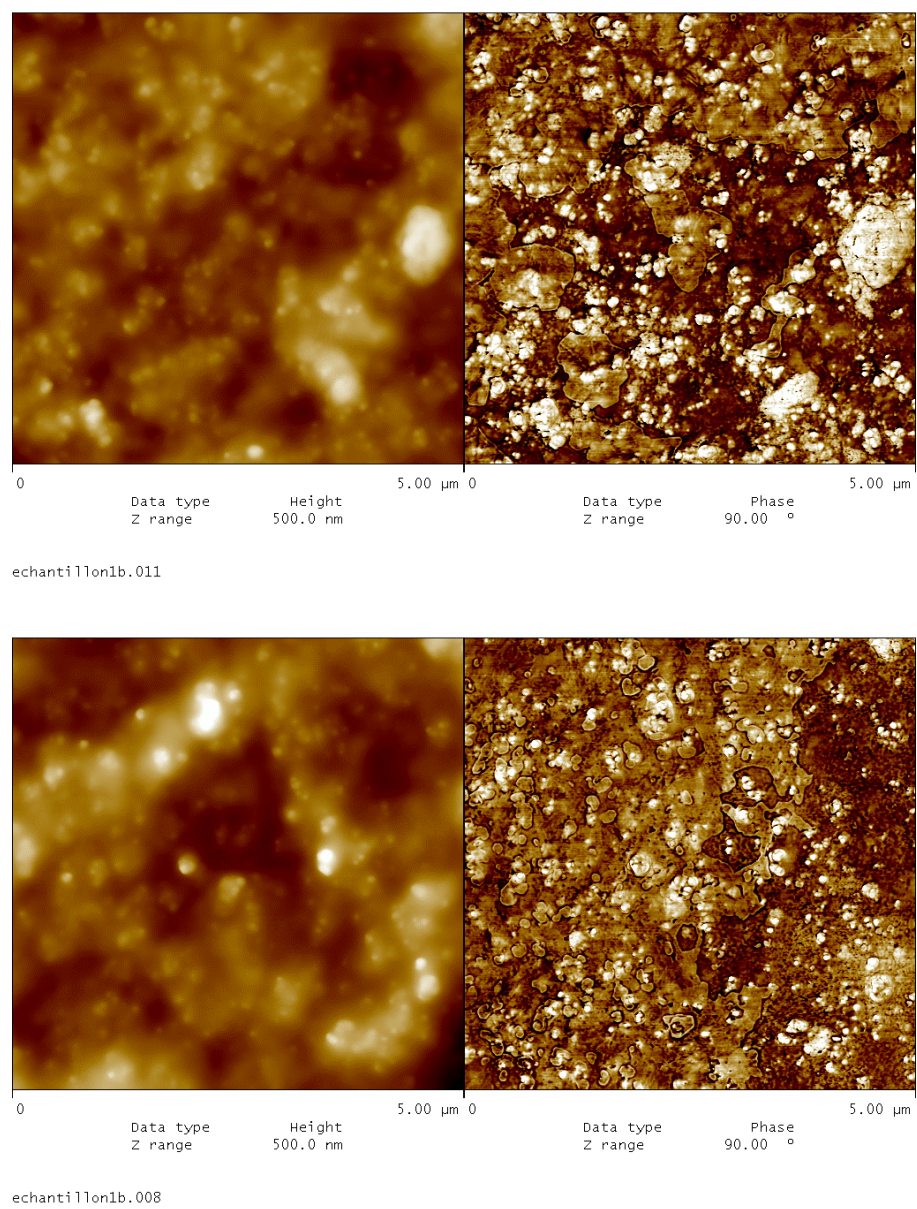
(a) *Topographie et image de phase de la zone C de l'échantillon 1.*(b) *Grossissement de l'encadré blanc de la figure 4.21(a).*

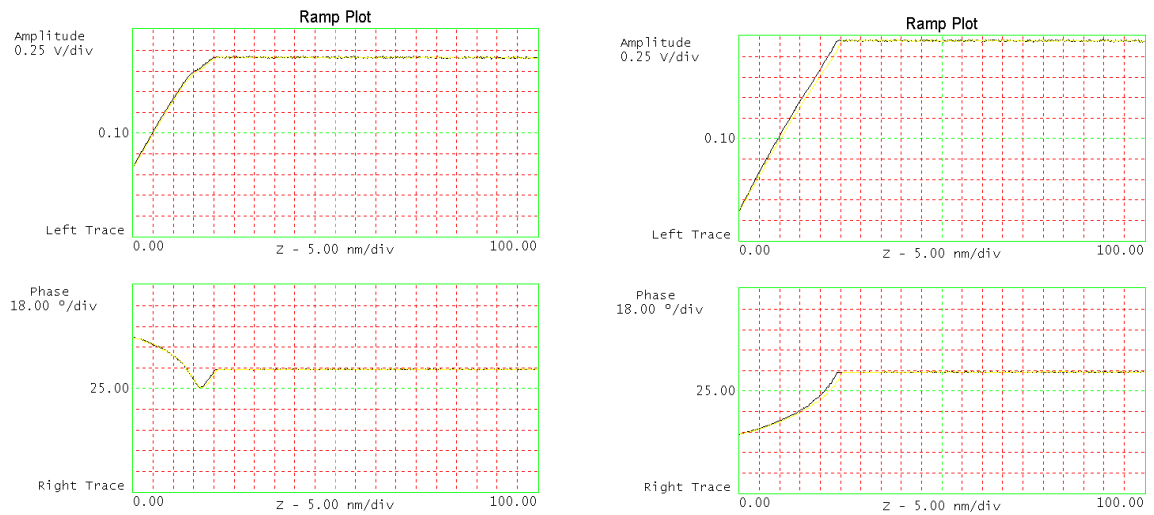
FIG. II-4.21 – Zone D, l'échantillon 1.

volume du matériau. De ce fait, la variation de morphologie observée au voisinage de la surface lors des analyses fractographiques des pièces soumises à un chargement cyclique correspond bien à une peau dont le comportement est différent du reste de la pièce.



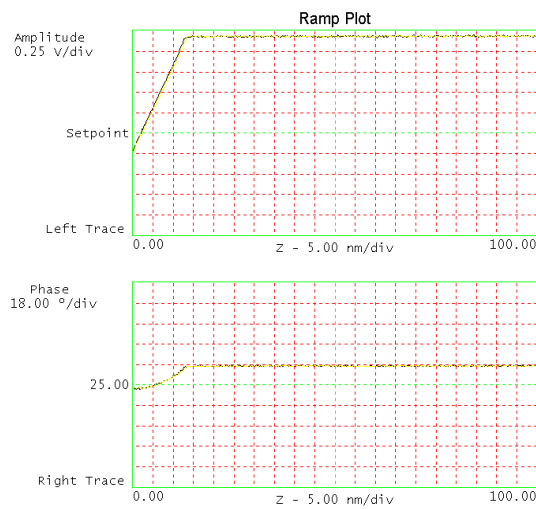
(b) Topographie et image de phase de la zone A de l'échantillon 1.

FIG. II -4.22 – Zones A et B de l'échantillon 1.



(a) *Aggrégat de noirs de carbone.*

(b) *Élastomère.*



(c) *Troisième phase.*

FIG. II - 4.23 – *Courbes d'approches réalisées sur l'échantillon 4.*

4.1.5.3 Bilan

Une différence de microstructure a été constatée entre la peau et le cœur de l'éprouvette Diabolo. L'analyse réalisée a montré qu'une troisième phase correspondant vraisemblablement à de l'élastomère survulcanisé est présente uniquement en peau et engendre un comportement plus raide que celle-ci, ce qui éclaire sur la présence d'une peau sur les faciès de rupture.

4.2 Amorçage de fissure dans le SBR

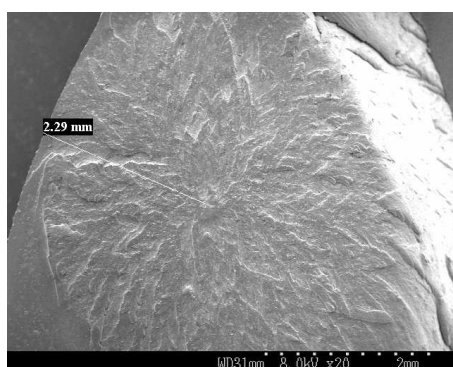
Ici, les résultats portent sur la traction répétée ($R_\epsilon=0$) en déplacement imposé. Il convient de noter que cette unique série ne permet pas de conclure de manière indiscutable quant à l'amorçage de fissure dans le SBR, mais elle fournit de réels arguments de comparaison avec le NR. Les observations ont été menées sur toutes les éprouvettes rompues et sur 8 éprouvettes sur 14 en phase de propagation de fissure. Le choix de ces dernières s'est fait de manière à couvrir toute la gamme de sollicitation.

4.2.1 Localisation de l'amorçage

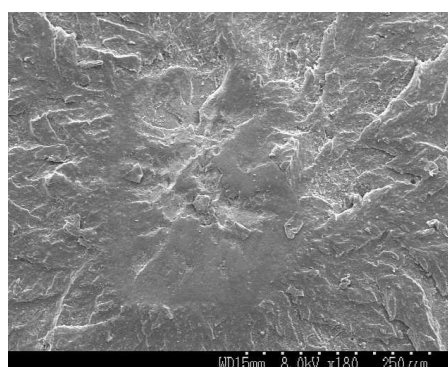
Contrairement au NR, l'amorçage peut se situer aussi bien en surface que dans le volume de l'éprouvette jusqu'à 6 mm de la surface. Notons que le lieu d'amorçage est indépendant du niveau de sollicitation : lorsque le niveau de sollicitation croît, la probabilité d'un amorçage en surface est la même que celle d'un amorçage en profondeur.

4.2.2 Morphologie et nature chimique des défauts

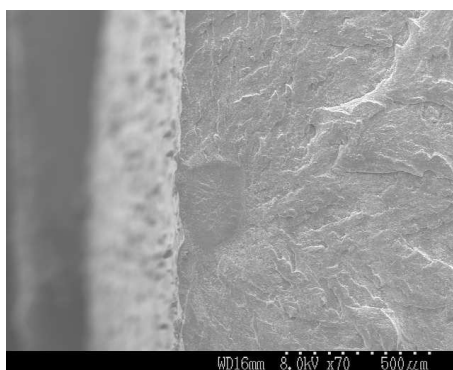
La figure II - 4.24 regroupe des clichés représentatifs des zones d'amorçage dans le SBR. L'observation de ces clichés montre que les défauts sont de morphologie comparable. Leur taille n'excède pas $200 \times 300 \mu\text{m}$, ce qui est du même ordre de grandeur que la taille maximale des défauts dans le NR. De plus, les clichés montrent que l'amorçage de fissure est dû à la rupture de ces défauts. Si l'on s'intéresse à la surface rompue des défauts, des rivières indiquent qu'ils n'ont pas rompus en un cycle. Une fois le défaut rompu, la fissure ainsi amorcée se propage dans la matrice élastomère. Aucune hétérogénéité n'a été mise en évidence à la surface des défauts, ce qui pourrait signifier que la fissure s'initie par cavitation au centre de ces défauts. Ce résultat diffère de ceux obtenus précédemment pour le NR. Des cartographies EDSX des différents éléments chimiques qui composent ces défauts ont été réalisées. Toutes les cartographies conduisent au même résultat, indiquant ainsi que les défauts sont de même nature chimique (voir figure II - 4.25). Le carbone et l'oxygène sont présents en même quantité dans la matrice et dans le défaut (les contrastes sont simplement dus au relief), l'élément silice est détecté dans la matrice et dans le défaut, ce qui est classique pour les élastomères dont le talc (silicate de magnésium hydraté de formule chimique $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$) fait partie du processus d'élaboration : les bandelettes de gomme non vulcanisées sont enduites de talc afin d'éviter la formation de liaisons entre elles qui nuiraient à leur déroulement lors de leur introduction dans la presse à injection. Il n'est donc pas surprenant de retrouver des particules de talc dans le mélange. Il apparaît clairement que le soufre et le zinc détectés dans le défaut sont en plus grande quantité que dans la matrice. Le zinc étant un activateur de la vulcanisation au soufre, il semble évident que les défauts sont des parties d'élastomère survulcanisé. Ce phénomène est peut-être dû à une hétérogénéité de chauffage du mélange injecté ou à un échauffement local du matériau (par cisaillement dans la presse à injecter).



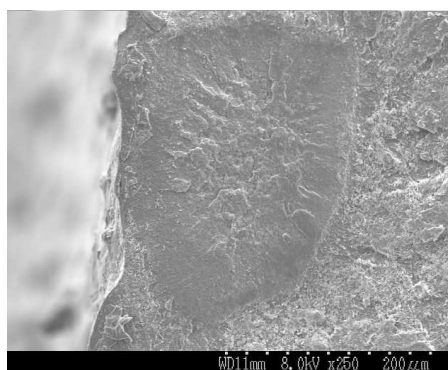
(a) Éprouvette TRDINTSBR-9a, 0-15 mm.



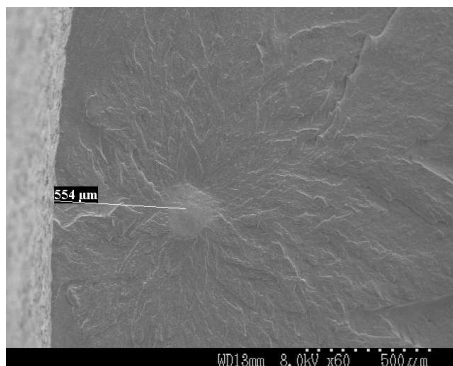
(b) Grossissement du défaut.



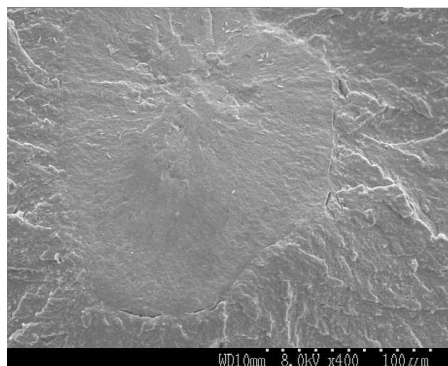
(c) Éprouvette TRDINTSBR-8d, 0-17,5 mm.



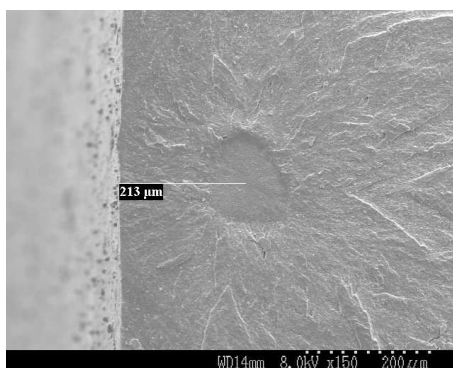
(d) Grossissement du défaut.



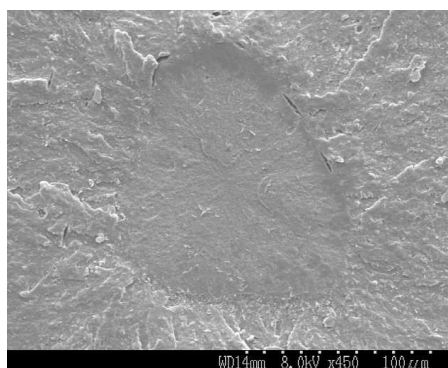
(e) Éprouvette TRDINTSBR-7e, 0-20 mm.



(f) Grossissement du défaut.



(g) Éprouvette TRDINTSBR-6c, 0-25 mm.



(h) Grossissement du défaut.

FIG. II - 4.24 – Zones d'amorçage dans le SBR.

Notons qu'au cours de ses travaux de thèse, Robisson (2000) a identifié les agglomérats de noirs de carbone comme cause de l'amorçage dans le SBR. L'auteur ne précise pas la manière dont ces agglomérats ont été caractérisés. L'amorçage de fissure à partir d'agglomérats de noirs de carbone n'a pas été observé dans le SBR de notre étude.

Pour finir, soulignons qu'à l'instar du NR, certaines éprouvettes présentent une sorte de peau (figure II - 4.26).

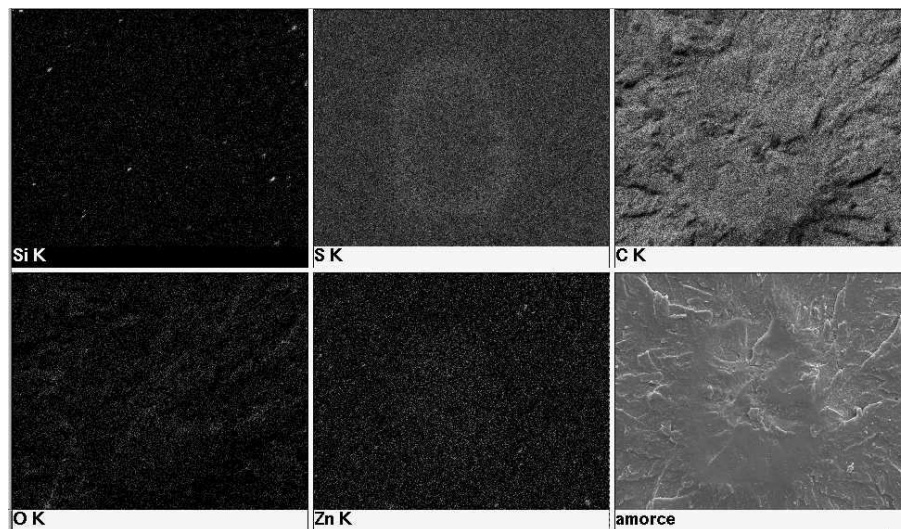


FIG. II - 4.25 – Cartographie EDSX des éléments chimiques du défaut (éprouvette TRDINTSBR-9a).

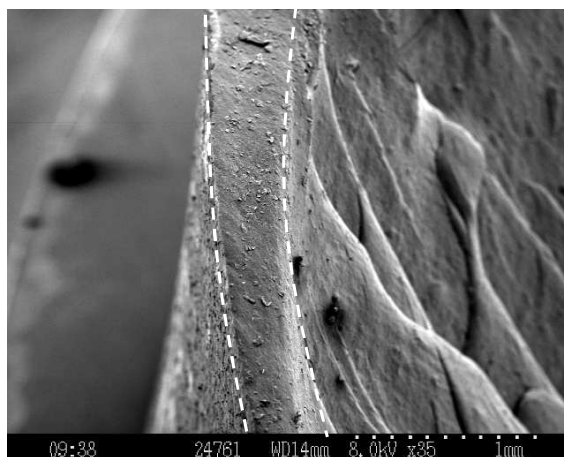


FIG. II - 4.26 – Présence d'une peau.

4.3 Conclusion

La majeure partie de l'étude de l'initiation de fissure a été menée sur le NR. Pour ce matériau, les analyses fractographiques menées sur les faciès de rupture des éprouvettes ont permis de localiser et de caractériser les défauts donnant lieu à l'amorçage de fissure de fatigue dans ces deux matériaux.

En ce qui concerne la localisation de l'amorçage des fissures dites de surface à l'échelle macroscopique, il se situe sous la surface entre 200 et 600 μm de profondeur. Une étude par AFM a permis de montrer que l'éprouvette présente, au niveau de l'ensemble de sa surface, une peau d'épaisseur variant entre 150 et 400 μm et de comportement différent du cœur. De plus, un fort gradient de microstructure existe entre la peau et le cœur. La présence d'une peau peut être l'une des explications à la localisation de l'amorçage en sub-surface. L'amorçage de fissure dans le NR se manifeste par trois phénomènes : la décohésion entre les oxydes et la matrice élastomère, la cavitation dans ou au voisinage des agglomérats de noirs de carbone, et la croissance de cavités contenant des oxydes de zinc. La taille maximale de ces défauts n'excède pas $250 \times 400 \mu\text{m}$ dans le plan de la surface rompue.

En ce qui concerne la chronologie de l'amorçage, une étude en micro-tomographie par rayons X a montré que les phénomènes décrits précédemment peuvent se produire dans l'ensemble du volume dès les premiers cycles, voire au premier cycle. En effet, la plupart des décohésions semblent apparaître dès le premier cycle de charge tandis que les cas de cavitation dans ou au voisinage des agglomérats continuent de s'opérer au cours du cyclage.

De cet amorçage en sub-surface, qui a lieu précocément dans la vie de la pièce, se propage une fissure de fatigue qui va déboucher en surface. L'examen des clichés de micro-tomographie montre qu'il y a propagation d'une fissure microscopique dès 25% de la vie de la pièce, ce qui signifie que l'apparition de fissure en surface correspond pour au moins 75% à une phase de propagation de fissure à l'échelle microscopique. Ainsi, le nombre de cycles à l'amorçage, définit dans la littérature comme l'apparition d'une fissure en surface est un abus de langage. Ceci signifie que la prédiction de la durée de vie doit se faire au travers d'une grandeur représentative de l'endommagement entre les premiers cycles de fatigue et l'apparition d'une fissure en surface. Elle doit donc être capable de traduire la croissance de fissure au sein du matériau.

Enfin, l'amorçage de fissure dans le SBR apparaît au niveau d'une zone survulcanisée de taille maximale $200 \times 300 \mu\text{m}$, qui après cavitation en son centre, se scinde en deux. L'état de surface rugueux constatés à la surface du défaut rompu montre que celui-ci se rompt en fatigue. En ce qui concerne la localisation de l'amorçage, elle apparaît dans une zone s'étendant de la surface jusqu'à 6 mm de profondeur. Ceci semble indiquer que le nombre de défauts de microstructure concentrateurs de contrainte dans le SBR est moindre que dans le NR.

Chapitre 5

Propagation de fissure

Sommaire

5.1	Propagation de fissure de fatigue dans le NR	111
5.1.1	Description des faciès de rupture	111
5.1.2	Identification des phénomènes physiques de propagation de fissure de fatigue dans le NR	119
5.1.3	Mécanisme de propagation de fissure de fatigue	126
5.1.4	Remarque sur le cas particulier des stries de fatigue	128
5.2	Propagation de fissures de fatigue dans le SBR	133
5.2.1	Description des faciès de rupture	133
5.2.2	Identification des mécanismes physiques de la propagation de fissure dans le SBR	135

Au cours du chapitre précédent, nous avons vu que l'amorçage de fissure a lieu au cours des premiers cycles de fatigue et que la fissure menant à la rupture se propage au plus tard à partir du quart de sa vie ($25\%N_a$). Ainsi, dans les conditions expérimentales de notre étude, l'endommagement en fatigue est en majeure partie constitué par la propagation de fissure. Dans la perspective de choisir une grandeur qui traduise au mieux l'endommagement des élastomères en fatigue, la question qui est soulevée dans ce chapitre est d'identifier les phénomènes physiques qui permettent aux fissures de se propager. Pour ce faire, nous allons d'abord étudier les faciès de rupture des éprouvettes de la campagne d'essais au MEB afin de définir quels sont les événements caractéristiques de la propagation de fissure en fonction du chargement considéré. Ensuite, des essais dédiés à l'étude de la propagation de fissure en fatigue permettront d'identifier les phénomènes physiques en jeu et ce, pour les deux matériaux de l'étude. Enfin, un mécanisme de propagation de fissure sera proposé dans le cas du NR et du SBR.

5.1 Propagation de fissure de fatigue dans le NR

5.1.1 Description des faciès de rupture

Cette description débute par la fissuration de surface, composée de trois variantes : la fissuration dans le plan médian de l'éprouvette, le « branching » et la fissuration s'opérant en torsion. Ensuite, la description s'intéresse aux deux variantes de fissuration interne : la fissuration sous les inserts et la fissuration au centre de l'éprouvette.

5.1.1.1 Fissuration de surface dans le plan de la section médiane de l'éprouvette (cas (a), p. 84)

Les faciès de rupture obtenus par ce cas de fissuration sont décrits à partir des essais de traction répétée à déplacement imposé (série TR). La figure 5.1(a) est une vue générale du faciès de rupture, les figures 5.1(b) et 5.1(c) en sont la représentation schématisée. Quatre zones

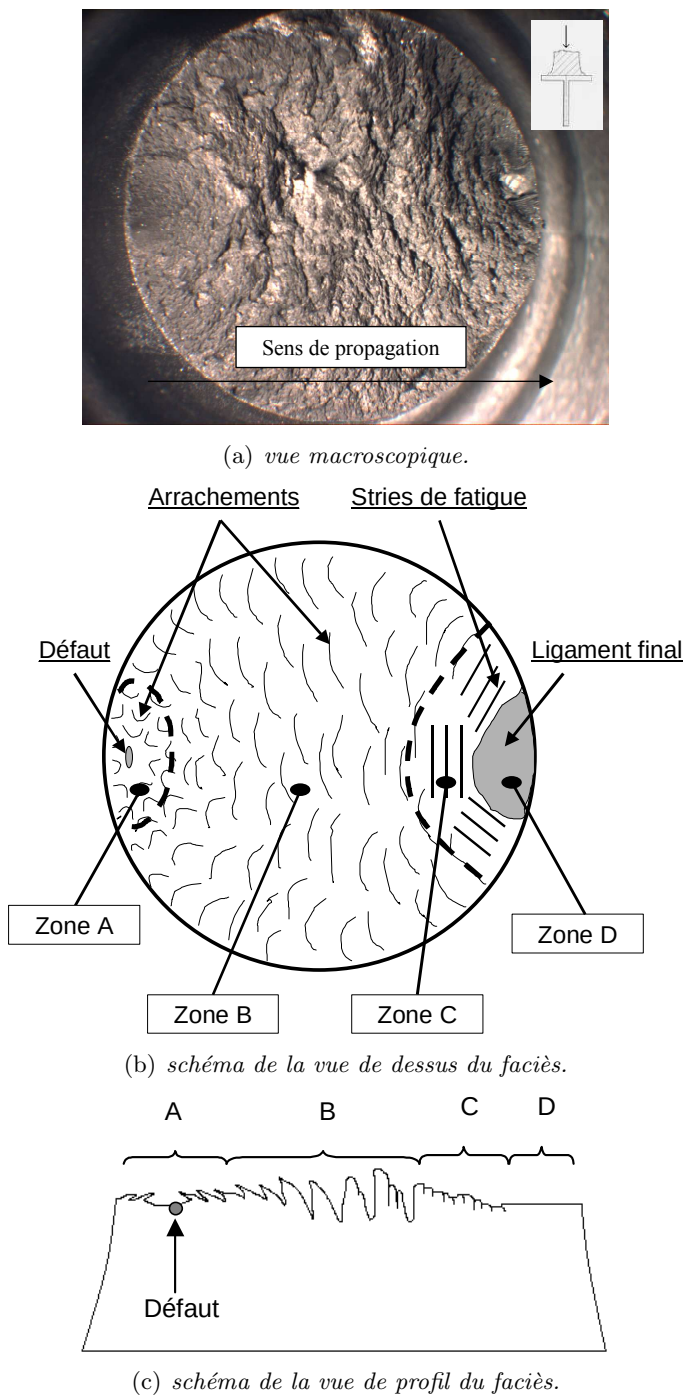


FIG. II - 5.1 – Description générale du faciès de rupture.

se distinguent sur le faciès de rupture :

- (i) La zone A correspond à une zone elliptique contenant le défaut. Dans cette zone la proximité de la surface de l'éprouvette engendre un front de fissure elliptique à partir du défaut. L'état de surface de cette zone est montré sur la figure II - 5.2. La rugosité de cette zone

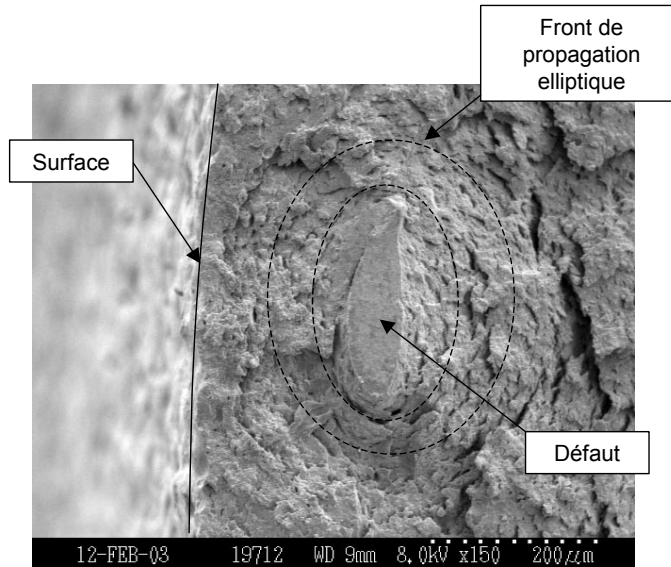
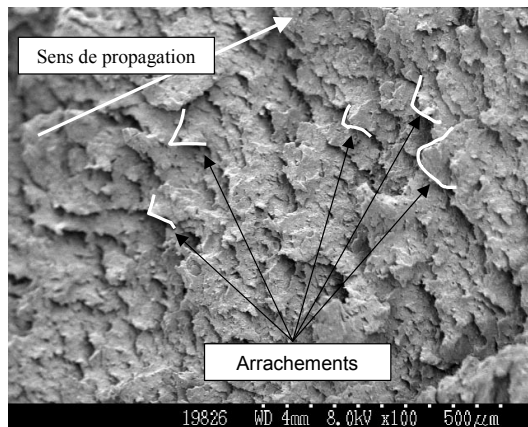


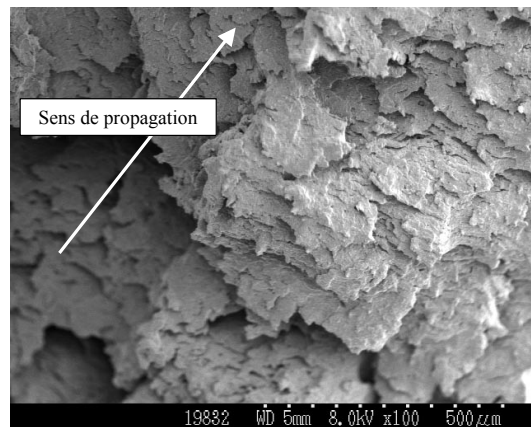
FIG. II - 5.2 – Zone A.

est caractérisée par des formes triangulaires dont la base est tangentielle au front de propagation de fissure et le sommet est orienté vers le défaut, ce qui permet de se repérer sur le faciès de rupture. Par la suite, nous appellerons ces formes « arrachements ». Le cliché de la figure 5.3(a), pris parallèlement au plan de fissuration, montre que ces arrachements sont quasi-parallèles au faciès de rupture. Ils sont schématisés dans la zone A de la figure 5.1(c).

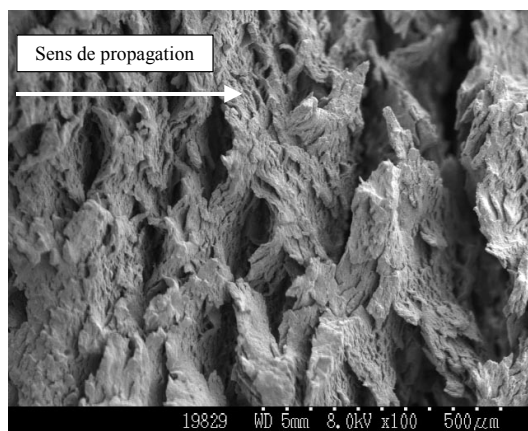
- (ii) L'apparition de la zone B débute lorsque la fissure débouche en surface. Les arrachements disposés en ellipse jusqu'à la surface, décrivent alors un arc de cercle. Notons que cette description est idéale car localement le front de fissure n'avance pas de manière homogène. Comme le montrent les figures 5.1(c), 5.3(b), 5.3(c) et 5.3(d), la zone B est constituée par des arrachements dont la taille et l'orientation évoluent. En début de zone B, les arrachements sont de petites tailles, orientés vers le défaut et parallèles au faciès (figure 5.3(b)), puis leur taille augmente au cours de la propagation, ils tendent à se redresser pour s'orienter perpendiculairement au faciès et des micro-fissures apparaissent entre les pics ainsi formés (figure 5.3(c)). De ce fait, cette zone est plus rugueuse que la zone A. En fin de zone B, la forme des arrachements s'apparente à des marches (figure 5.3(d)). Il va sans dire que cette évolution est induite par le niveau croissant de contrainte en fond de fissure.
- (iii) La zone C est formée par des stries de fatigue. Il n'y a plus d'arrachements dans cette zone. Comme le montre la figure II - 5.4, la surface de ces stries est lisse et caractéristique de la rupture sous chargement monotone (une strie se forme en un cycle).



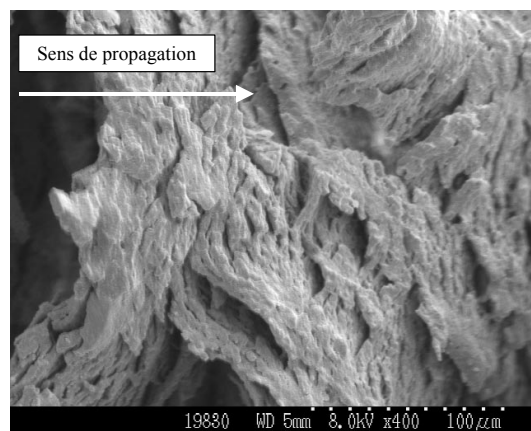
(a) Arrachements de la zone A.



(b) Arrachements en début de zone B.



(c) Arrachements en milieu de zone B.



(d) Arrachements en fin de zone B.

FIG. II - 5.3 – Taille des arrachements en fonction de la zone considérée (éprouvette TRD-1b).

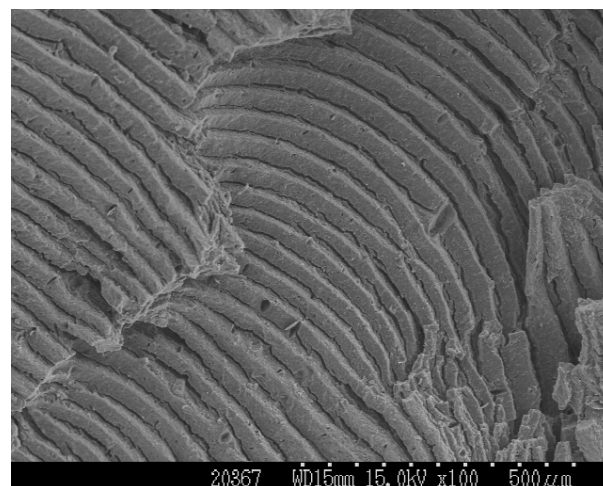


FIG. II - 5.4 – Zone C: stries de fatigue.

(iv) La zone D correspond à la rupture sous chargement monotone du ligament final.

Cette description correspond à des cas de chargements modérés. Lorsque le niveau de chargement augmente, la taille des zones B et C, ainsi que leur morphologie changent. En effet, plus le chargement est important, plus la taille de la zone C augmente, i.e. plus le faciès est peuplé de stries. Dans ce cas, la taille des stries augmente (leur longueur ainsi que leur largeur) et le front de fissure avance de manière quasi-homogène. Il est possible que pour des niveaux de chargement très élevés imposé en effort, la zone B disparaisse intégralement au profit de la zone C. Dans ce cas, en fin de zone C (avant le ligament final), la morphologie des stries évoluent vers des formes semblables à de fines lamelles. Comme le montre la figure II-5.5, elles sont de faibles épaisseur et semblent s'affaisser sous leur propre masse. Cette description générale, qui concerne le cas

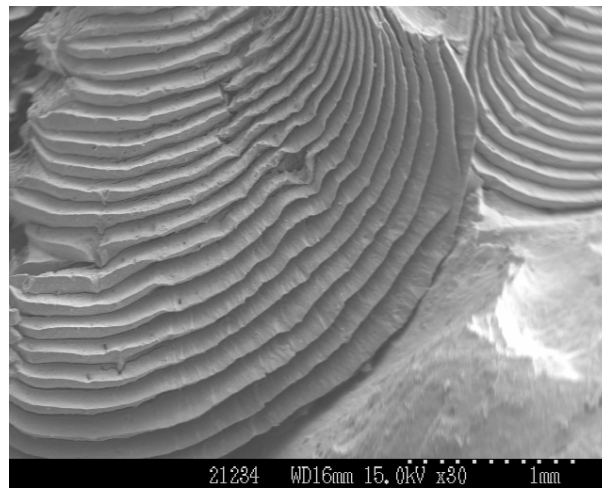


FIG. II-5.5 – *Les lamelles succèdent aux stries en fin de zone C pour des niveaux de chargement élevés (éprouvette de la série TC).*

où une seule fissure se propage, s'applique également à la multi-fissuration. En effet, plusieurs faciès de rupture présentent des surfaces rompues issues de la propagation de deux fissures. Dans tous les cas, les fronts de propagation se rejoignent pour n'en former plus qu'un seul jusqu'à la rupture finale. Aucun cas de fissures diamétralement opposées n'a été observé.

Remarquons qu'indépendamment des zones décrites précédemment, le faciès de rupture est bombé au voisinage du point d'injection (voir partie II, chapitre 3, p. sec: bombée). Ceci a déjà été observé par Robisson (2000). D'après l'auteure, la fissure contourne cette zone dont le comportement serait différent du reste de l'éprouvette. Cette hypothèse s'avère une piste intéressante pour expliquer les types de fissuration ne s'opérant que dans la moitié de l'éprouvette opposée au point d'injection, et la fissuration interne en tête se développant prioritairement du côté du point d'injection.

5.1.1.2 Branching (cas (b), p. 84)

À l'échelle microscopique, le faciès de rupture obtenu par « branching » présente les mêmes caractéristiques que celles décrites précédemment : une zone de propagation elliptique contenant le défaut, une zone de propagation en arc de cercle et des arrachements qui décrivent des lignes de propagation. Sur les cinq éprouvettes présentant du « branching », aucune strie de fatigue n'a été observée. Aucune conclusion définitive ne peut être tirée sur la présence ou non de stries de fatigue lors du « branching » sans réaliser d'essais dédiés à ce type de fissuration.

Nous retiendrons de cette analyse qu'à l'échelle microscopique, la morphologie de la zone de propagation dans le cas du branching, est comparable à celle obtenue par le mode de fissuration précédent. Les surfaces générées présentent dans chaque cas des arrachements.

5.1.1.3 Fissuration de surface se propageant peu en profondeur selon un plan incliné perpendiculaire à la surface (cas (c), p. 84)

Ce type de fissuration de surface est caractéristique des chargements de torsion (répétée et alternée). Ce type de chargement engendre systématiquement de la multi-fissuration. Pour étudier la propagation de ce type de fissure, nous avons découpé une éprouvette de torsion répétée fissurée selon la section centrale. La figure II - 5.6 est un assemblage de six clichés pris au MEB de la surface découpée au cutter. Les surfaces rompues en fatigue sont indiquées par des flèches. La figure II - 5.7 montre l'une de ces surfaces rompues. L'amorçage a lieu en sub-

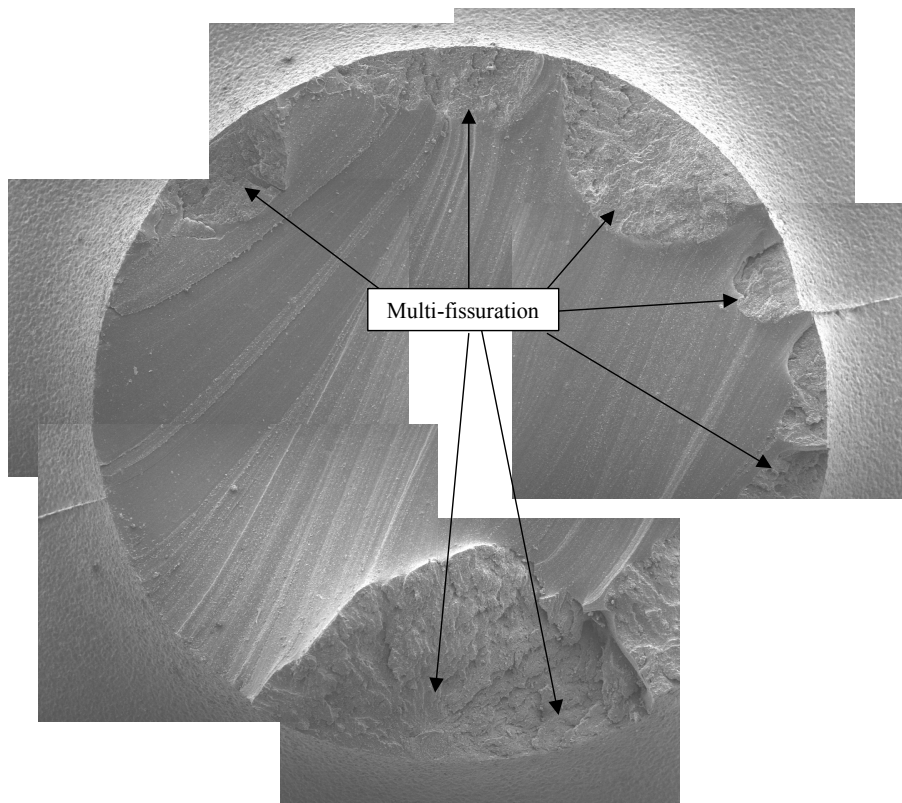


FIG. II - 5.6 – *Multi-fissuration en torsion répétée.*

surface. Les flèches indiquent le sens de la propagation. Dans ce cas, le front de propagation est perpendiculaire à la surface, ce qui explique que ces fissures ne soient jamais profondes. Comme dans les deux types de fissuration de surface précédents, des arrachements forment les lignes de propagation. La différence majeure avec les arrachements observés jusqu'à présent est le matage qui s'opère en torsion. À ce sujet, notons que le frottement des surfaces engendre également des formes que nous qualifierons de rouleaux (voir figure II - 5.8). Ces rouleaux ne sont pas décrits dans la littérature relative à la fatigue des élastomères.

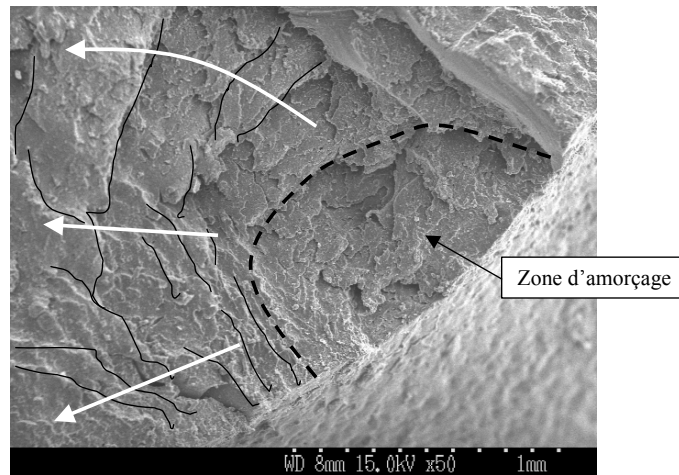


FIG. II -5.7 – Amorçage en sub-surface et propagation perpendiculaire à la surface.

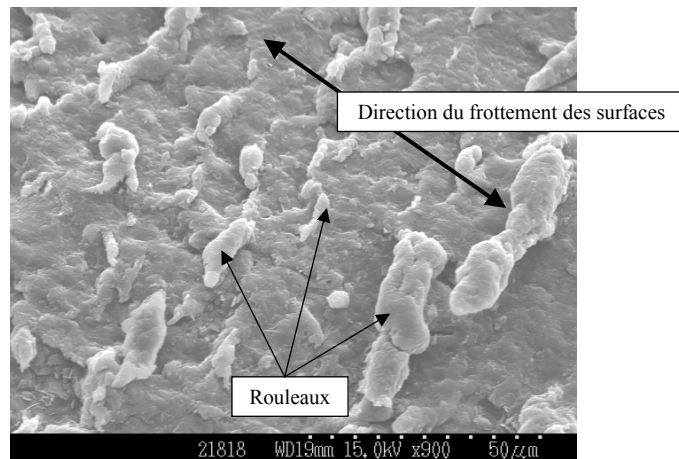
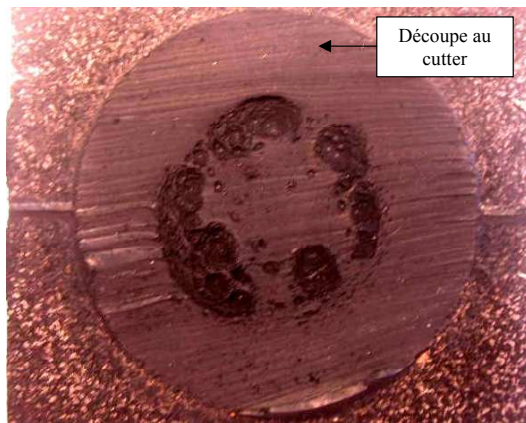


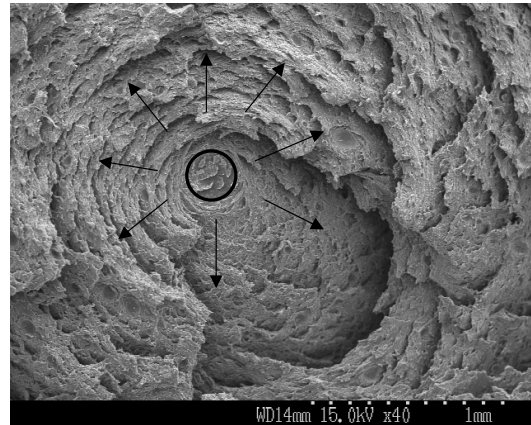
FIG. II -5.8 – Rouleaux dus au frottement des surfaces.

5.1.1.4 Fissuration interne sous les inserts (cas (d), p. 84)

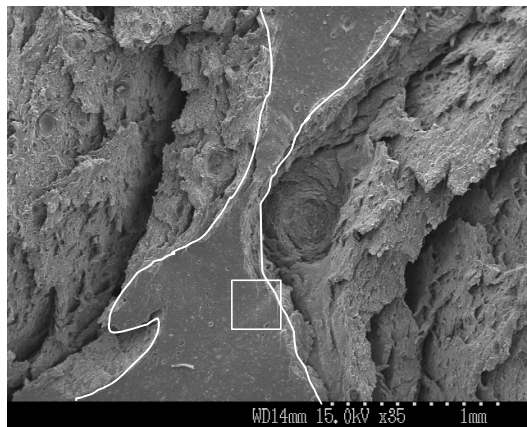
Comme le type de fissuration précédent, la fissuration interne sous les inserts présente systématiquement de la multi-fissuration. La figure 5.9(a) montre que les fissures s'amorcent en décrivant un anneau au centre de la section. La figure 5.9(b) montre que chacune des zones d'amorçage (dans le cercle noir) donne lieu à un front circulaire de propagation générant des arrachements. Lorsque les fronts de propagation circulaires se rapprochent, la figure 5.9(c) suggère que la membrane qui les sépare rompt en chargement monotone et engendre une surface lisse. La figure 5.9(d) est un grossissement de cette surface lisse (zone encadrée, figure 5.9(c)). Ce cliché montre que de nombreuses cavités de taille maximale $10\ \mu\text{m}$ peuplent cette surface. Cette zone est très intéressante, car la rupture sous chargement monotone a figé certains phénomènes physiques de la propagation de fissures et il semble que comprendre l'origine de ces cavités peut aider à expliquer les mécanismes de propagation de fissure de fatigue. Après coalescence des fissures, un front de propagation unique est formé et avance jusqu'à provoquer la rupture finale adhésive de l'élastomère et de l'insert. Lorsque le niveau de chargement augmente, les lignes de propagation se distinguent davantage autour du défaut. En ce qui concerne la rencontre



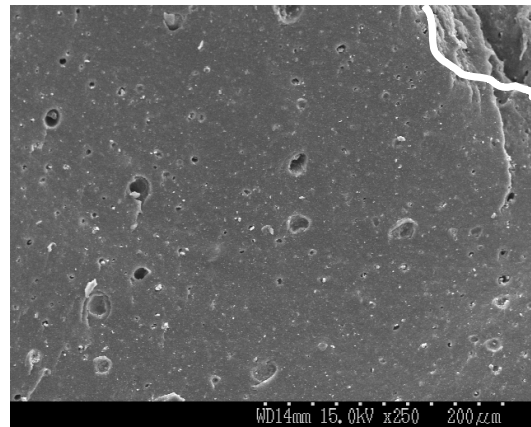
(a) Multi-fissuration décrivant un anneau.



(b) Zone d'amorçage.



(c) Rencontre de deux fronts de propagation.



(d) Grossissement de la zone encadrée de la figure 5.9(c).

FIG. II - 5.9 – Fissuration sous les inserts.

des fronts de propagation, le niveau élevé de contraintes permet de rompre une membrane plus épaisse entre les fronts, ce qui explique l'importante aire des surfaces générées. À l'instar des plus faibles niveaux de chargement, des cavités sont observées sur ces surfaces lisses. Enfin, lorsque le niveau de chargement est très élevé, des stries de fatigue peuvent apparaître dès l'amorçage. Toutes ces observations sont à rapprocher du premier type de fissuration pour lequel les forts niveaux de chargements favorisent la formation de stries dès l'amorçage.

5.1.1.5 Fissuration au centre de l'éprouvette (cas (e), p. 84)

Au cours de notre campagne d'essais, ce type de fissuration n'est survenu qu'en traction/torsion déphasées de 180° couplé à de la fissuration de surface. La figure II - 5.10 montre un assemblage de clichés pris au MEB d'une éprouvette AE2 découpée au cutter afin de révéler les surfaces rompues. Ici, il est question d'étudier la propagation dans la zone des fissures internes. Deux zones d'amorçage sont observées. De ces zones naissent des fronts de fissures circulaires. À la différence de la fissuration sous les inserts, les fronts de fissures se rejoignent sans rupture sous chargement monotone, ce qui exclut la présence de surfaces lisses sur le faciès. Une fois encore, des arrachements dessinent les lignes de propagation successives. Toutes les observations menées mettent en exergue que les surfaces rompues lors de la propagation de fissures de fatigue

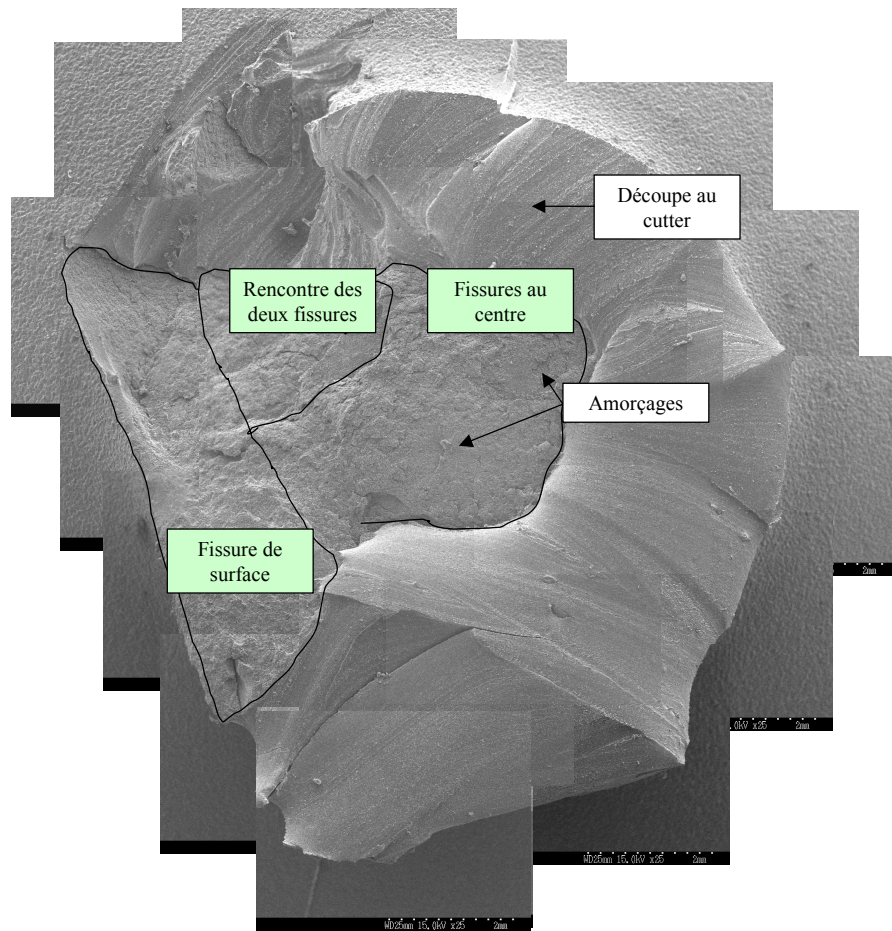


FIG. II -5.10 – Découpe d'une éprouvette AE2 présentant de la fissuration au centre.

dans le NR présentent tous des arrachements, voire des stries. La forme du front de fissure, elliptique, semi-circulaire ou circulaire ne dépend que de la localisation de la fissure considérée, respectivement sous la surface, se propageant en profondeur ou sous les inserts. L'enjeu de la suite de ce chapitre est de comprendre comment se forment les arrachements ainsi que les stries de fatigue. Pour cela, des essais dédiés à la propagation de fissure ont été réalisés. Ils ont pour objectif de permettre l'identification des phénomènes physiques de propagation de fissure dans le NR.

5.1.2 Identification des phénomènes physiques de propagation de fissure de fatigue dans le NR

Comme nous venons de le voir, quel que soit le chargement considéré, les zones de propagation des faciès de rupture présentent un point commun : les arrachements. Dans plusieurs cas, des stries sont aussi un point commun entre les différentes surfaces rompues. Notre objectif, ici, est de comprendre comment la fissure se propage et d'expliquer ainsi la formation des arrachements et des stries. Pour cela, nous avons mis au point une technique d'observation permettant de révéler l'endommagement de la matière derrière le front de fissure. Cette technique consiste à découper le front de fissure pendant son observation au MEB en combinant deux sources d'énergie : l'une obtenue par l'étirement statique de l'éprouvette observée, l'autre obtenue par

la concentration du faisceau d'électrons dans la zone propice à la découpe. Par la suite, nous définirons plus précisément ce qu'est une zone propice à la découpe. Les éprouvettes utilisées sont les Diabolos des essais asservis en effort (0-500 N) et interrompus en phase de propagation de fissure ainsi que l'éprouvette Diabolo TRD-6a dont l'essai, à déplacement imposé, a été arrêté après apparition d'une fissure en surface. Les résultats des observations étant dans tous les cas similaires, nous présentons ici les résultats obtenus à partir de l'éprouvette Diabolo TRD-6a.

5.1.2.1 Description générale d'une fissure en cours de propagation

Dans un premier temps, l'éprouvette préfissurée en fatigue est mise en tension à l'aide du dispositif présenté par la figure II -5.11(a) de manière à ouvrir la fissure en imposant l'élongation appliquée au cours de l'essai de fatigue (1,33). L'éprouvette est métallisée à l'or à cette élongation, puis elle est introduite dans la chambre du MEB . La figure II -5.12 présente un schéma de la

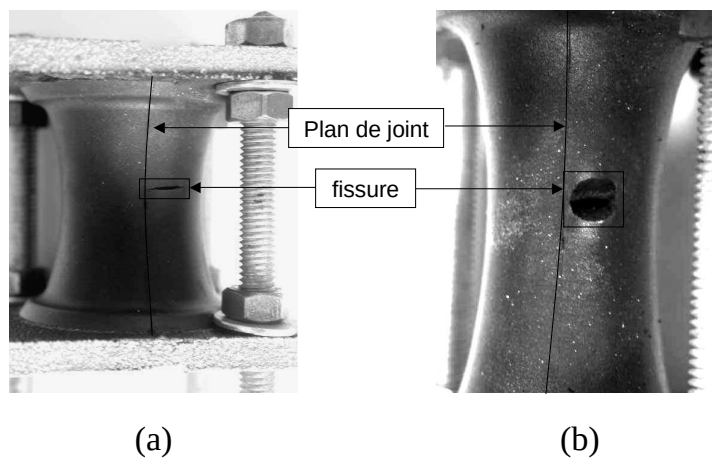


FIG. II -5.11 – Éprouvette NR préfissurée (a) état non déformé (b) état déformé.

fissure ainsi que de son voisinage. Six zones se distinguent à l'état déformé. Avant l'apparition de la fissure, seulement deux zones étaient présentes; la zone centrale de l'éprouvette, notée A, et la zone B de part et d'autre de celle-ci. Lorsque la fissure débouche en surface, quatre

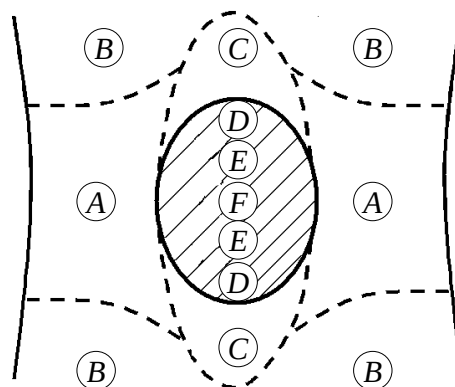


FIG. II -5.12 – Schéma de la fissure (zones D à F) et de son voisinage (zones A à C).

nouvelles zones apparaissent : la zone C, qui correspond à la partie relaxée de la zone A lorsque

la fissure est ouverte et les zones D, E et F qui correspondent à la fissure. Ces trois dernières zones sont présentées par les clichés de la figure II -5.13. La zone F correspond au front de fissure, la zone D aux surfaces générées lors de l'avancée de la fissure et la zone E à la frontière entre ces deux zones (figure II -5.13(a)). La principale différence entre les zones D et F est le niveau d'étirement. Comme le montre la figure II -5.13(b), la zone D est peuplée d'arrachements qui sont caractéristiques des surfaces rompues en fatigue et donc relaxées. La zone F est composée de ligaments fortement étirés qui délimitent des surfaces elliptiques lisses. Enfin, la zone E contient à la fois des arrachements et des ligaments, elle désigne l'interface entre les zones relaxées et étirées.

Après cette brève description macroscopique de la fissure, nous allons maintenant nous intéresser

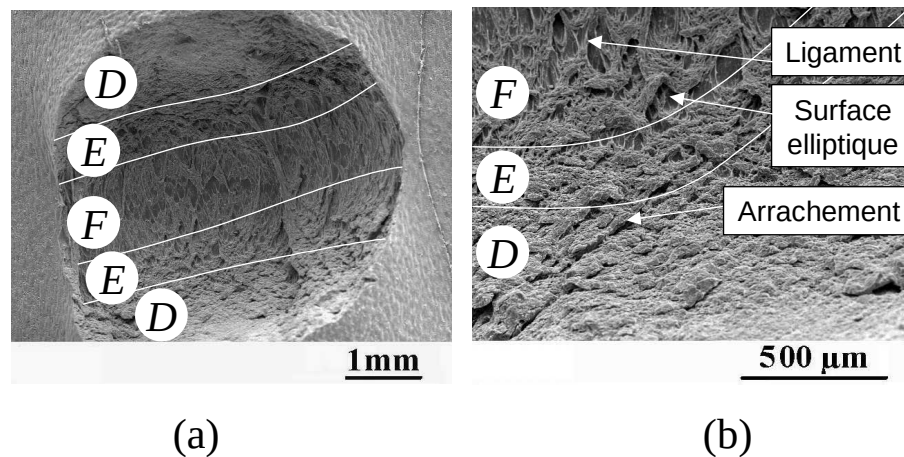


FIG. II -5.13 – *Détail des zones D, E et F pour deux grossissements.*

à la zone F : le front de fissure. La figure II -5.14 regroupe différents clichés du front de fissure, chaque cliché étant pris à un grossissement différent. La figure II -5.14(a) montre que le front de fissure est composé de ligaments de plusieurs centaines de micromètres de longueur, fortement étirés et entourant des surfaces elliptiques lisses. La figure II -5.14(b) est un grossissement de ces surfaces elliptiques lisses. Des micro-fissures sont présentes dans ces zones. Lors d'observations similaires, nous avons vérifié que ces micro-fissures sont déjà présentes lorsque l'éprouvette est étirée à l'élongation maximale imposée en fatigue, i.e. ces micro-fissures ne sont pas issues d'un niveau de chargement en statique supérieur à celui auquel l'éprouvette a été soumise au cours de l'essai de fatigue. La présence de ces micro-fissures montre que les zones elliptiques lisses inter-ligamentaires sont propices à la propagation de la fissure. Cette propriété va être utilisée par la suite pour réaliser notre découpe. La figure II -5.14(c) montre les extrémités des ligaments, qui sont situées en bas et en haut des surfaces elliptiques lisses. Sur cette figure se distingue très nettement une zone rugueuse au pied des ligaments. Elle correspond en fait aux ligaments rompus qui se sont rétractés. Enfin, la figure II -5.14(d) met en évidence des oxydes de zinc présents sur toute la surface du front de fissure. Ces oxydes peuvent être considérés de forme sphérique et de taille variant de quelques centaines de nanomètres à 5 µm.

5.1.2.2 Micro-découpe du front de fissure

Les observations précédentes ont permis de décrire précisément le front de fissure mais la compréhension du mécanisme de propagation nécessite d'identifier l'endommagement qui permet à la fissure de se propager. Pour cela, nous avons « micro-découpé » le front de fissure au sein

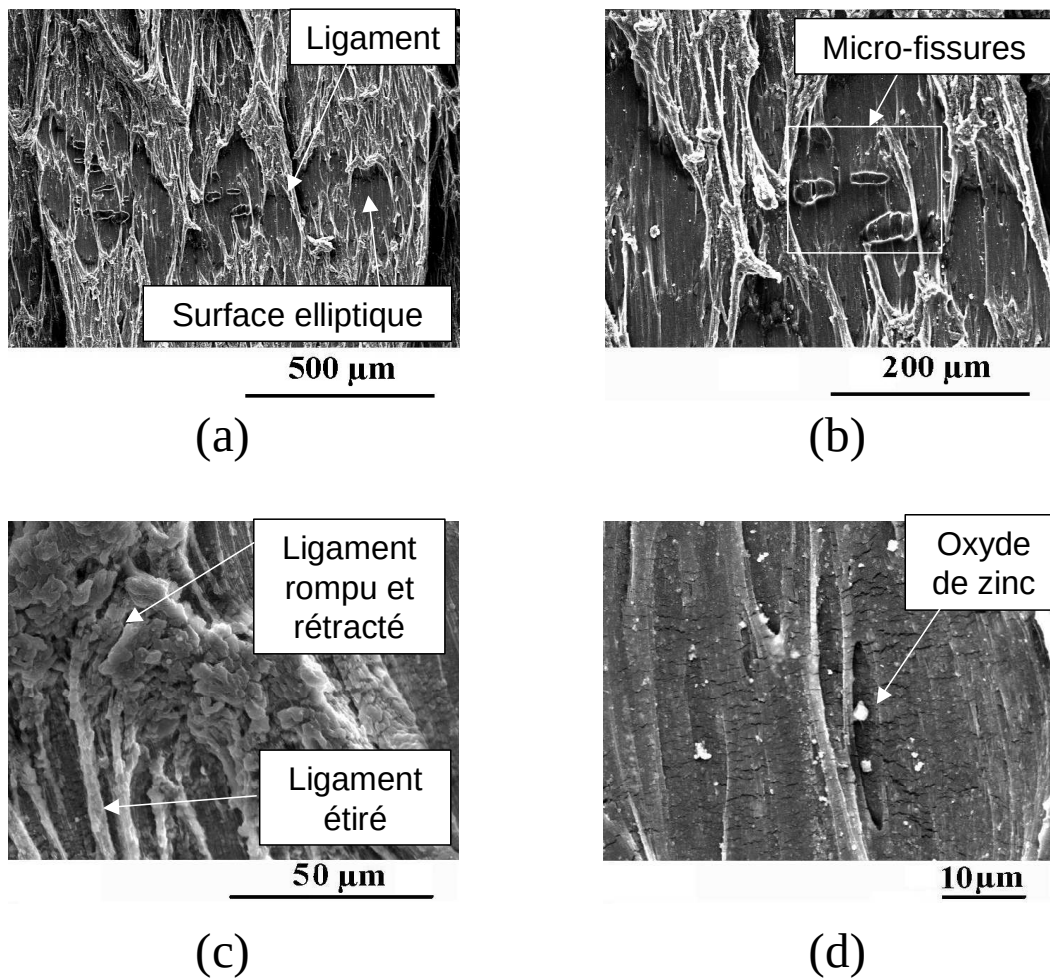


FIG. II - 5.14 – Présentation générale du front de fissure.

du MEB , afin de révéler l'état de la matière directement située derrière ce front. La méthode adoptée consiste à apporter suffisamment d'énergie localement au niveau du front de fissure afin d'initier et de faire se propager une fissure artificielle (artificielle par opposition aux fissures naturellement générées sous chargement cyclique et décrites précédemment). L'apport d'énergie est réalisé par deux sources distinctes : la première est d'origine mécanique puisqu'elle est issue de l'étirement de 1,67 imposé statiquement à l'éprouvette, la seconde est fournie par le faisceau d'électrons que l'on concentre sur une zone. Ici, l'expérience est menée dans la zone encadrée de la figure II - 5.14(b) en particulier au niveau de la micro-fissure à gauche dans l'encadré. La figure II - 5.15 donne la chronologie de l'expérience par quatre clichés successifs :

- le cliché de la figure II - 5.15(a) montre la micro-fissure naturelle au niveau de laquelle l'expérience va être menée. Il semble évident que cette zone est particulièrement propice à la fissuration puisqu'une micro-fissure s'y est développée. La micro-fissure jouxte un ligament. En son milieu, une cavité contient un oxyde de zinc. La forme de cette cavité est elliptique du fait de l'étirement du front de fissure. Le faisceau d'électrons est concentré quelques secondes sur la zone représentée par un point blanc à côté de la micro-fissure de cette figure. En pratique, cela revient à régler le grossissement à son maximum. Cette énergie complémentaire a pour conséquence d'initier une micro-fissure au point de concentration du faisceau d'électrons puis de la faire se propager vers la gauche avant d'être arrêtée par

le ligament. Cette micro-découpe a traversé la micro-fissure existante et a ainsi révélé une partie d'une cavité présente derrière le front de fissure (voir figure II -5.15(b)).

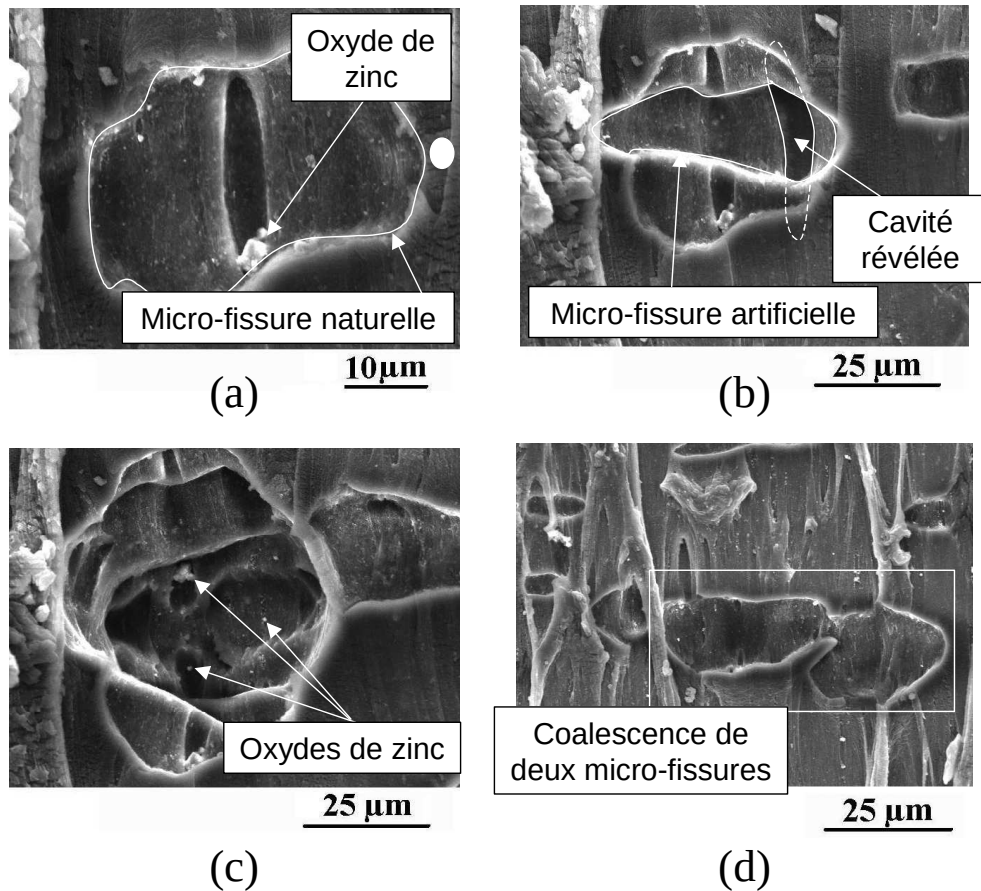


FIG. II -5.15 – Chronologie de l'expérience de micro-découpe.

- en maintenant le faisceau d'électrons concentré sur la micro-fissure générée, la fissuration continue dans la profondeur du front de fissure. Le cliché de la figure II -5.15(c) en montre le résultat. Chacune de ces micro-fissures ont révélé de nombreuses cavités dont la plupart contiennent des oxydes de zinc. De plus, il est possible de provoquer la coalescence de deux micro-fissures naturelles en concentrant le faisceau d'électrons entre elles (voir figure II -5.15(d)).

Il convient de noter que la concentration du faisceau d'électrons sur les ligaments ne permet pas de les rompre, même en augmentant le temps d'exposition. Ceci semble indiquer que la microstructure des ligaments et des zones elliptiques est différente. Cette différence pourrait s'expliquer par la distribution du taux de cristallinité : les ligaments fortement étirés seraient les zones les plus cristallisées du front de fissure. Ces résultats obtenus en fatigue uniaxiale rejoignent ceux présentés récemment en statique par Trabelsi *et al.* (2002). Les auteurs montrent qu'une zone cristallisée apparaît au front de fissure d'une éprouvette pré-entaillée par une fissure dont la longueur varie de 0,5 à 1 mm et soumise à une elongation supérieure ou égale à 1,3.

Pour savoir si dans notre cas la zone du front de fissure est suffisamment étirée pour permettre la cristallisation sous contrainte, nous avons réalisé un calcul éléments finis sous Abaqus pour simuler la traction d'une éprouvette Diabolo fissurée en fatigue et connaître l'état local de déformation au front de fissure. Comme le montre la figure II -5.16, le maillage est affiné au niveau

de la fissure. Les éléments volumiques utilisés sont des briques linéaires mixtes (déplacement, pression) à 8 noeuds. Ici, la figure montre l'éprouvette déformée (élongation nominale égale à 1,2) et montre que notre maillage prend en compte le fait que le front de fissure progresse en décrivant un arc de cercle dans le plan de fissuration. La courbure modélisée ici correspond aux mesures dimensionnelles réalisées sur des pièces réelles. Afin d'être le plus représentatif possible,

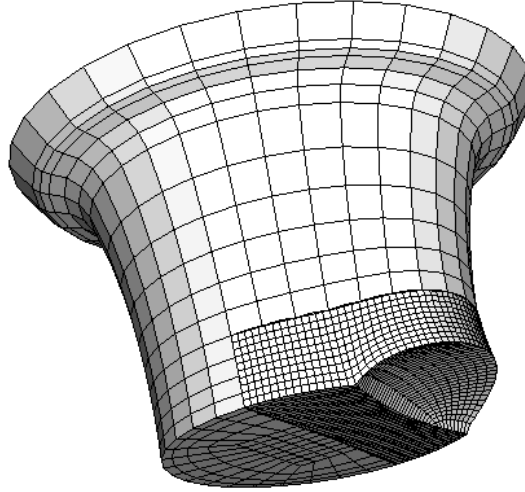


FIG. II - 5.16 – Maillage de l'éprouvette Diabolo fissurée.

le déplacement nominal imposé correspond à une élongation nominale de 1,6 (l'expérience de micro-découpe ayant été réalisée à une élongation nominale de 1,67). La densité d'énergie de déformation utilisée est celle de Yeoh (1990) pour un élastomère incompressible. Elle permet de prendre en compte le raidissement du matériau aux fortes élongations. Elle s'exprime uniquement en fonction du premier invariant du tenseur des dilatations de Cauchy-Green droit :

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{20}(I_1 - 3)^2 + C_{30}(I_1 - 3)^3 \quad (\text{II - 5.1})$$

Les coefficients de la loi ont été identifiés sur différents essais. Ils ne sont pas fournis ici pour des raisons de confidentialité. La figure II - 5.17 montre les iso-valeurs de λ_{22} , l'élongation selon l'axe de l'éprouvette qui correspond également à la direction des ligaments observés au front de fissure. La zone où λ_{22} est la plus grande se situe au voisinage du front de fissure. Pour une élongation nominale égale à 1,6, l'élongation locale λ_{22} vaut 3,916. D'après les expériences récentes de Trabelsi *et al.* (2003), la cristallisation sous contrainte en traction uniaxiale pour un caoutchouc naturel chargé de noirs de carbone débute à partir d'une élongation égale à 2. Ainsi, le calcul vient renforcer le fait que le front de fissure de l'éprouvette serait partiellement cristallisé. Même si notre calcul le considère homogène, le front de fissure présente, à l'échelle microscopique, des hétérogénéités de déformation (zones elliptiques et ligaments), ceci renforce notre hypothèse selon laquelle les ligaments fortement étirés seraient plus cristallisés que les autres zones.

Finalement, l'expérience de micro-découpe a mis en évidence que des cavités, issues de la décohésion entre les oxydes de zinc et la matrice élastomère, sont présentes au voisinage du front de fissure. La décohésion entre les oxydes de zinc et la matrice élastomère n'est pas un résultat classique et seule une étude récente fait état de ce phénomène (Layouni *et al.*, 2003). Dans cette étude, la variation de volume des élastomères est attribuée à la décohésion entre les oxydes de zinc et la matrice élastomère. Dans le cas de la fatigue, seule la croissance de fissures internes sous forte pression hydrostatique a été étudiée (Gent et Lindley, 1959; Legorju-Jago et Bathias,

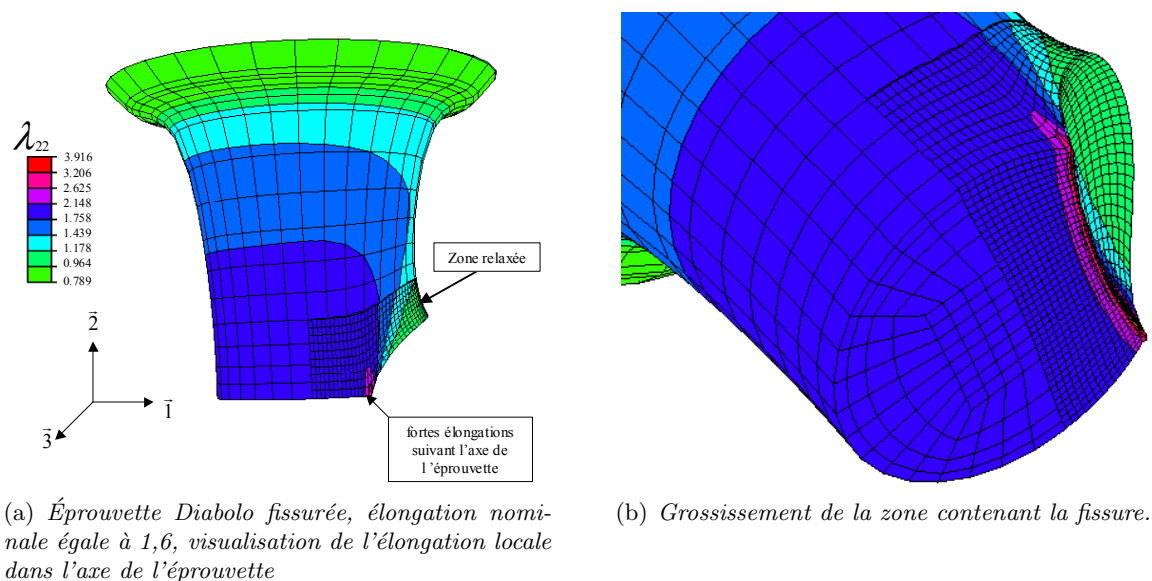


FIG. II - 5.17 – Simulation de la traction uniaxiale de l'éprouvette Diabolo.

2001). Cette première expérience ayant permis d'identifier l'endommagement par cavitation au front de fissure, il faut maintenant connaître la distribution de ces cavités dans le volume de l'éprouvette afin de savoir si elles sont uniquement la conséquence de l'état de contrainte au front de fissure ou si elles sont induites dans l'ensemble du volume par les conditions de chargement cyclique. Pour répondre à cette question, nous avons réalisé une nouvelle expérience, elle est détaillée dans le paragraphe suivant.

5.1.2.3 Expérience complémentaire

Cette seconde expérience consiste à observer les cavités identifiées lors de la découpe du front de fissure et à étudier leur distribution dans l'éprouvette. Pour cela, nous utilisons les éprouvettes des essais interrompus en effort imposé (0-500 N). La figure II - 5.18 résume l'expérience : pour détecter les cavités derrière le front de fissure, l'éprouvette est d'abord coupée en deux, par la fissure, dans l'état non-déformé tel que le montre la figure II - 5.18(a), elle est ensuite étirée à l'elongation maximale mesurée au moment de l'arrêt de l'essai (afin de vérifier que les cavités ne sont pas générées par le chargement statique de niveau supérieur appliqué lors de la micro-découpe du front de fissure), puis elle est introduite dans le MEB . La figure II - 5.18(b) montre la fissure étirée reconstituée par l'assemblage de multiples clichés. De part et d'autre du front de fissure, se distinguent les surfaces rompues relaxées et peuplées d'arrachements. Des cavités de formes très différentes sont présentes au niveau des surfaces rompues et du front de fissure. Elles sont sphériques au niveau des zones relaxées (voir figure II - 5.18(c)) et ellipsoïdales (du fait du fort étirement dans cette zone) derrière le front de fissure (voir figure II - 5.18(d)). En examinant la surface coupée de l'éprouvette, un grand nombre de cavités ont été ouvertes lors de la coupe. La plupart d'entre elles contiennent des oxydes et leur taille décroît quand la distance à la fissure augmente. À partir d'une distance de l'ordre de 5 mm du front de fissure, elles ne sont plus observées. Pour finir, la taille des cavités observées dans les zones relaxées est grande par rapport à celles des oxydes. Cela montre bien que ces cavités ont crû de manière irréversible (par déformation anélastique).

En résumé, ces deux expériences ont permis d'identifier les phénomènes physiques en jeu lors

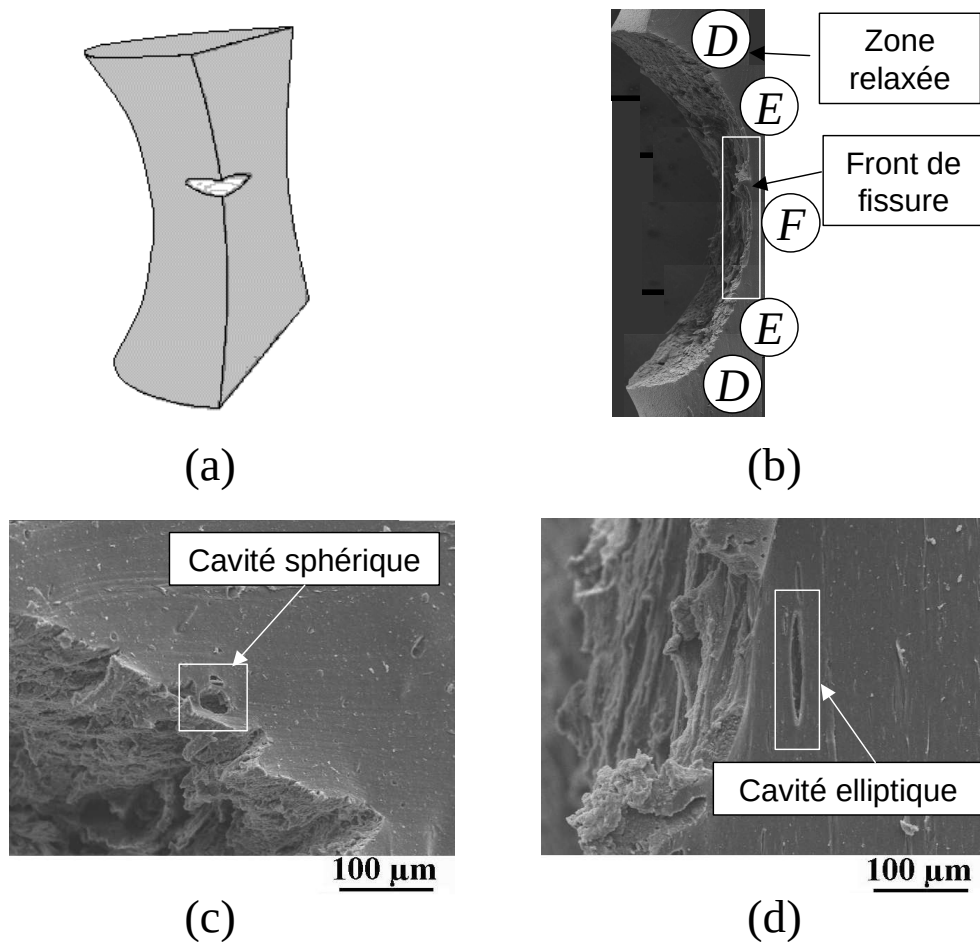


FIG. II - 5.18 – *Seconde expérience (a) éprouvette fissurée coupée en deux (b) vue globale du profil de la fissure (c) détails des zones relaxées (d) détails du front de fissure.*

de la propagation de fissure en fatigue. Tout d'abord, dans l'état déformé, le front de fissure serait composé de ligaments cristallisés qui délimitent des surfaces elliptiques lisses. Ces zones sont moins résistantes à la propagation de fissure que les ligaments. Ensuite, les cavités issues de la décohésion des oxydes de zinc et de la matrice élastomère se développent dans le proche voisinage du front de fissure. Elles fragilisent les zones elliptiques qui les révèlent en se fissurant.

5.1.3 Mécanisme de propagation de fissure de fatigue

Grâce aux observations réalisées précédemment, un mécanisme de propagation de fissures de fatigue peut être proposé. Compte tenu de son caractère tri-dimensionnel, il va être décrit chronologiquement selon deux vues ; l'une dans le plan du profil de la fissure (figure II - 5.19), l'autre face au front de fissure (figure II - 5.20). Notons que la chronologie des deux vues est différente : la figure II - 5.19(a) n'est pas la vue de profil de la figure II - 5.20(a). Tel que nous le décrivons ici, le mécanisme de propagation de fissure peut être vu comme la succession de séquences élémentaires, de l'amorçage jusqu'à la rupture, dont le point de départ est donné par la figure II - 5.19(a) : la fissure est fermée et le voisinage du front de fissure est peuplé de cavités sphériques issues de la décohésion des oxydes de zinc et de la matrice.

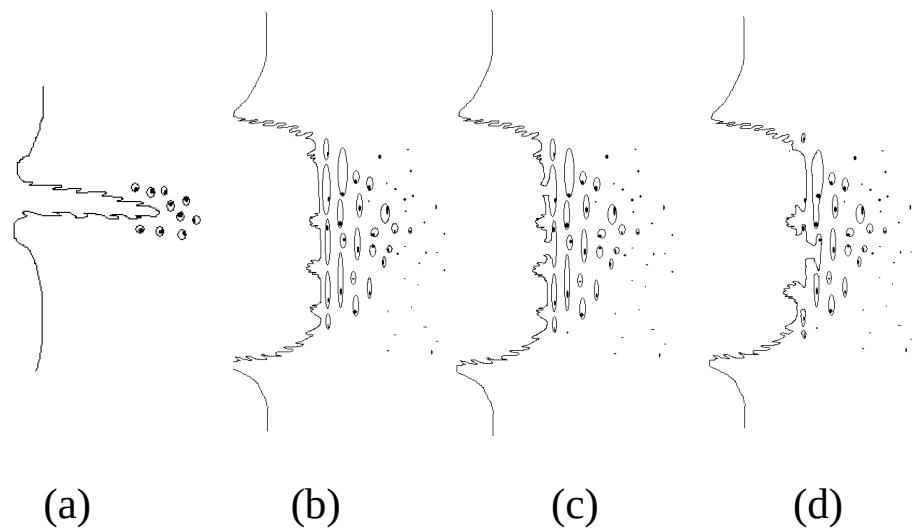


FIG. II -5.19 – Mécanisme de propagation de fissure : vue de côté.

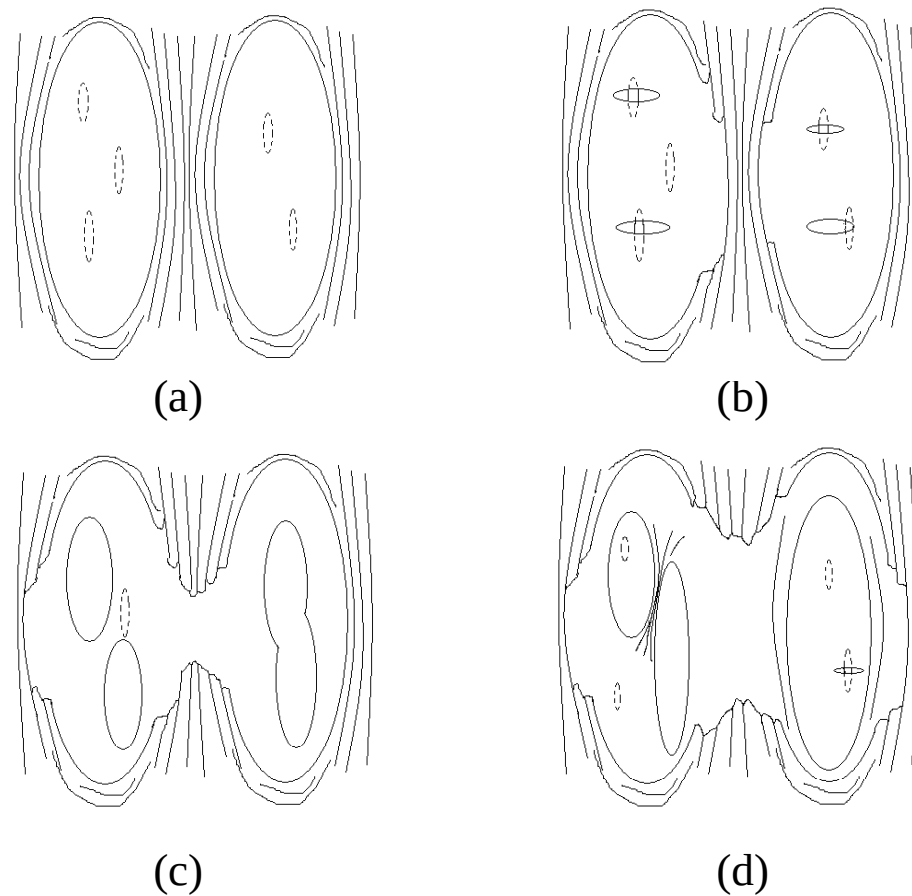


FIG. II -5.20 – Mécanisme de propagation de fissure : vue de face.

Nous allons maintenant détailler les trois stades de cette séquence élémentaire :

- (i) Lorsque la fissure est ouverte, le front de fissure est étiré et il est composé de surfaces elliptiques lisses séparées par des ligaments sur les côtés et des arrachements en haut et en

bas. Des cavités de forme ellipsoïdale sont situées derrière ces surfaces et sont représentées par des lignes en pointillés (figure II - 5.20(a)). Comme le montre la figure II - 5.19(b), le front de fissure est séparé des cavités par une fine paroi semblable à une membrane ;

- (ii) Cette membrane rompt et révèle la cavité (figure II - 5.19(c)). La micro-fissure ainsi générée se propage perpendiculairement à la direction de sollicitation (figure II - 5.20(b)) ;
- (iii) Cette micro-fissure croît, coalesce éventuellement avec d'autres micro-fissures jusqu'à la destruction des surfaces elliptiques lisses (figure II - 5.20(c)). De plus, les ligaments rompent et se rétractent pour former les arrachements qui se trouvent en haut et en bas des zones elliptiques lisses. Les ligaments se rompent du fait des cycles de fatigue et du nouvel état de contraintes généré en leur sein par la modification de leur voisinage. Ainsi, le front de fissure s'est propagé localement dans cette zone et le processus recommence (figures II - 5.19(d) et II - 5.20(d)). Notons que, comme nous l'avons observé dans certaines zones du front de fissure, la coalescence des micro-fissures peut ne pas avoir lieu et des ligaments se forment entre elles. Dans ce cas, une surface elliptique lisse qui rompt donne naissance à deux nouvelles zones elliptiques lisses séparées par des ligaments.

Pour clore ce mécanisme de propagation de fissures, il est important de souligner qu'il permet d'expliquer la formation des arrachements présents sur les surfaces rompues. Si ce mécanisme permet d'expliquer la formation des arrachements, il n'aborde pas la formation des stries de fatigue, c'est pourquoi nous consacrons le paragraphe suivant à leur étude.

5.1.4 Remarque sur le cas particulier des stries de fatigue

Si le mécanisme précédant permet d'expliquer la présence des arrachements sur les faciès de rupture, il ne traite pas de la formation des stries. Nous proposons donc d'étendre l'étude précédente aux stries de fatigue.

Tout d'abord, rappelons que les stries de fatigue apparaissent lorsque le niveau de contrainte en front de fissure est élevé. Ainsi, elles se développent prioritairement en fin de propagation, autour du ligament final. Lorsque le niveau de chargement augmente, les stries se développent plus tôt dans la propagation et peuvent se substituer à l'ensemble du faciès (à partir de l'amorçage de fissure). Ceci met en évidence que le niveau de contrainte au front de fissure conditionne la formation des stries. Le cliché de la figure II - 5.21 rappelle la forme des stries de fatigue observées sur les surfaces des éprouvettes de traction répétée. Cette étude a été réalisée de la même façon que précédemment, c'est-à-dire en observant le front de fissure étiré. Les observations ont été menées sur une éprouvette issue des essais interrompus de traction uniaxiale en effort imposé. Un essai a été interrompu à un stade de la propagation où les stries de fatigue commencent à se former. Par le même dispositif que précédemment, la fissure est ouverte, puis elle est métallisée à l'or avant d'être introduite dans le MEB. Pour des raisons d'encombrement de l'éprouvette étirée dans la chambre du MEB, les clichés sont inclinés. Les quatre clichés de la figure II - 5.22 correspondent à un zoom successif dans une zone où commence à se former des stries. Cette zone se situe à la frontière entre la zone étirée du front de fissure et la zone relaxée de la surface rompue. La figure II - 5.22(a) permet de visualiser la frontière entre le front de fissure et la surface rompue qui se relaxe. En zoomant une première fois, on retrouve des ligaments et des zones elliptiques de très grande taille. De plus, des stries sont présentes au niveau de la surface rompue (figure II - 5.22(b)). Les deux derniers clichés s'intéressent aux pieds des zones elliptiques dont la morphologie diffère nettement de celle observée lors de la formation des arrachements : il n'y a pas de micro-fissure et des stries de fatigue sont présentes. Il semblerait que le mécanisme décrit précédemment, faisant intervenir les cavités, ne soit plus applicable. En effet, des cavités sont observées à la surface des stries de fatigue, comme si la fissure s'était propagée brutalement

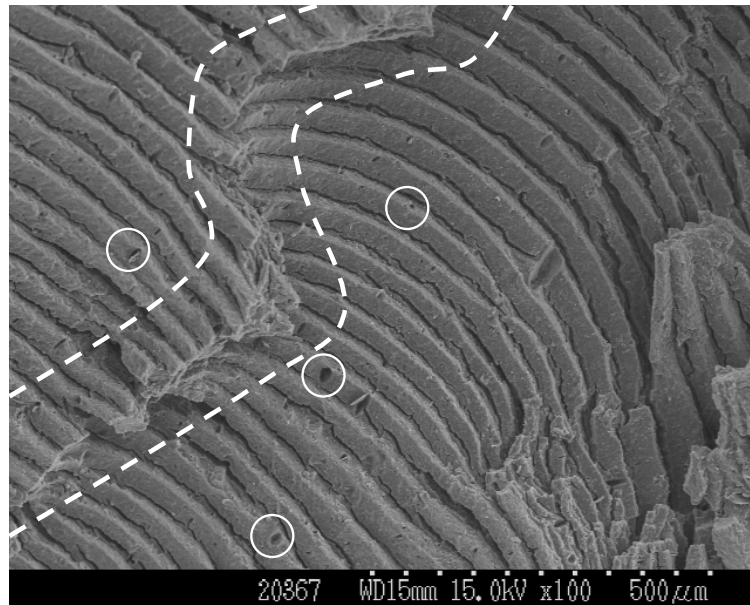


FIG. II - 5.21 – *Stries de fatigue. Des cavités sont observables au niveau de leur surface.*

au travers d'elles. La figure II - 5.21 illustre ce phénomène. Quelques cavités sont encerclées en blanc, leur taille maximale étant de l'ordre de la dizaine de microns. Il semble que les stries soient issues de la rupture des zones elliptiques du fait du fort niveau de contrainte au front de fissure, tel que l'illustre les schémas de la figure II - 5.23. En fait, ces schémas donnent une vue de face du mécanisme d'apparition des stries. Tout d'abord, la figure 5.23(a) montre le front de fissure avant que les stries ne se forment. Ainsi, le front de fissure est constitué par des zones elliptiques séparées par des ligaments. Lorsque le niveau de contrainte augmente au front de fissure, les zones elliptiques rompent de manière « fragile ». Les ligaments atteignent leur limite d'endurance et rompent également (figure 5.23(b)). La rupture « fragile » des zones elliptiques génère des surfaces lisses se présentant sous forme de stries de la longueur des zones elliptiques les contenant (voir figure II - 5.24). Lors de leur rupture, la fissure traverse des cavités qui se retrouvent à la surface des stries (voir figure II - 5.21). Ces ruptures fragiles se multiplient avec le niveau de contrainte croissant de cycle en cycle, générant ainsi de nombreuses stries parallèles entre elles. Tous les ligaments qui séparaient ces zones rompent successivement. Les ligaments rompus, encerclés sur la figure 5.23(c) forment une zone linéique séparant les stries. Celle-ci est délimitée par les lignes en pointillés de la figure II - 5.21. Les ligaments rompus ne sont pas toujours régénérés et la rupture fragile s'opère alors sur une plus grande surface (voir figure 5.23(c)). Ceci explique pourquoi la taille des stries augmente avec les cycles et qu'il n'y a plus d'arrachements.

Il convient de noter que la formation des stries est un phénomène complexe, qui ne peut se résumer aux schémas de la figure II - 5.23. En fait, les stries peuvent adopter de multiples morphologies que n'expliquent pas par le mécanisme général précédent. Par exemple, la figure II - 5.25 met en exergue une autre forme de stries, qui sont observées pour les niveaux de chargement les plus élevés. Dans ce cas, des lamelles, semblant fléchir sous leur propre poids, succèdent aux stries.

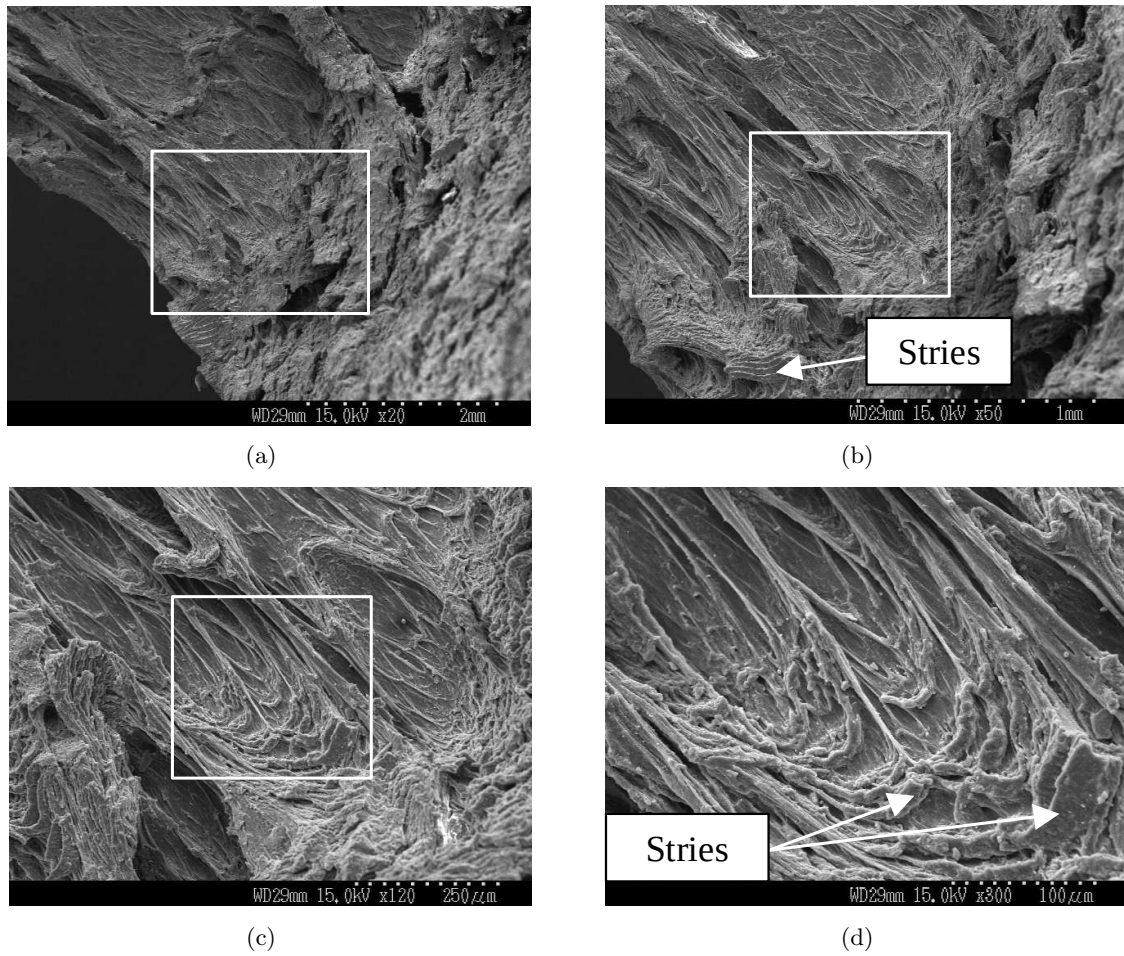


FIG. II - 5.22 – Zoom successif sur la zone frontière entre le front de fissure étiré et les surfaces rompues relaxées.

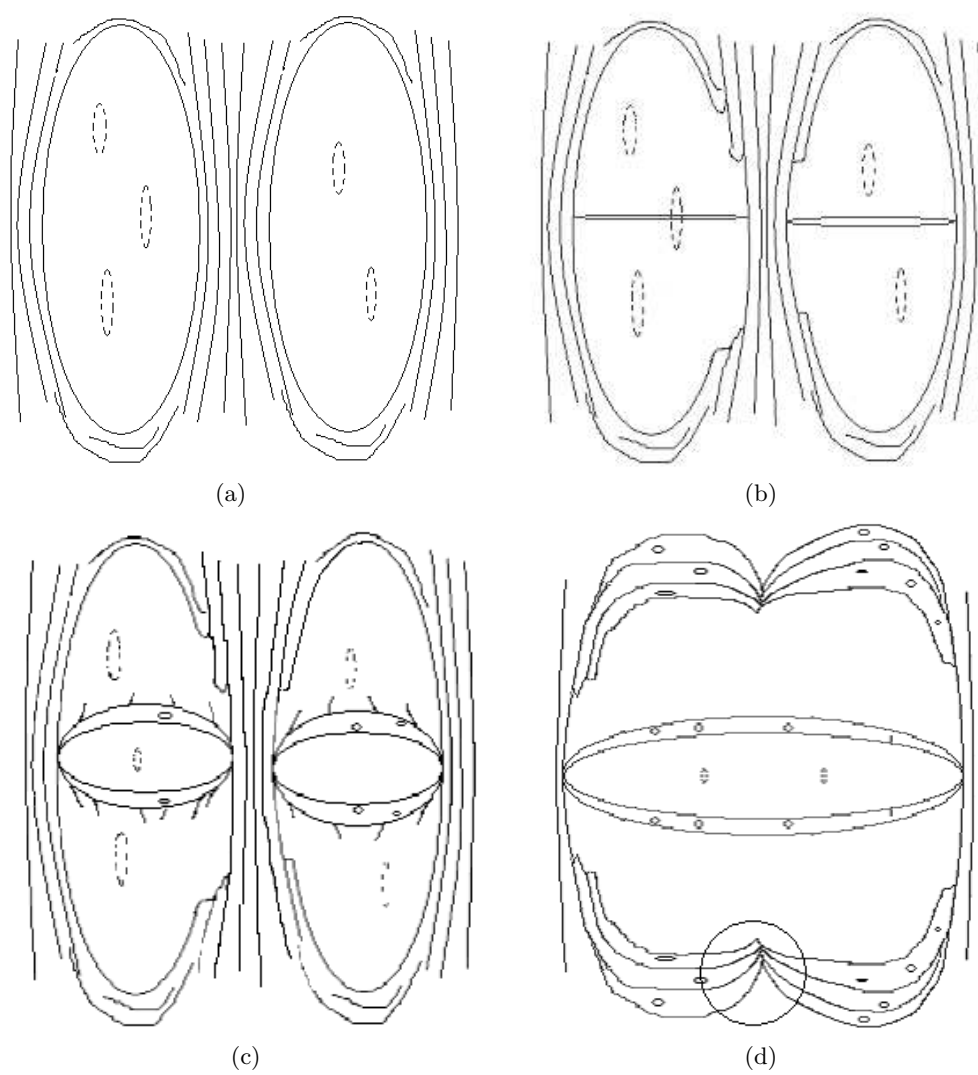


FIG. II -5.23 – Mécanisme de formation des stries de fatigue dans le NR.

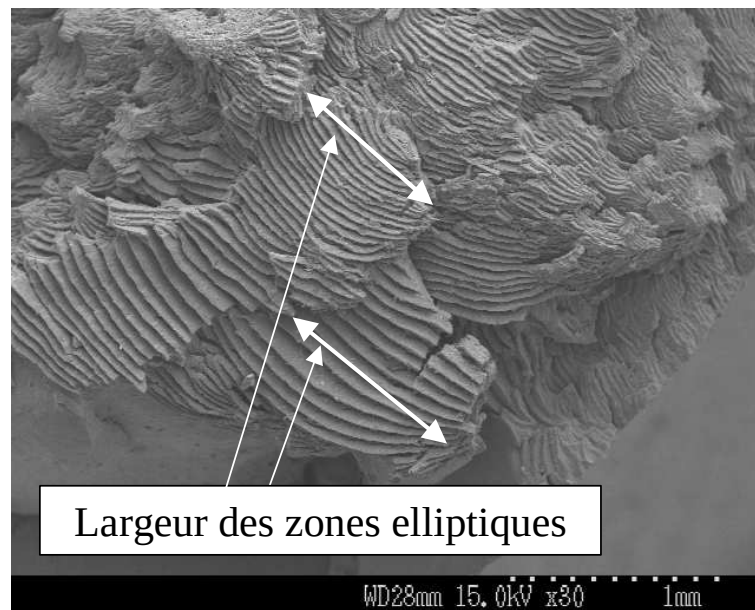
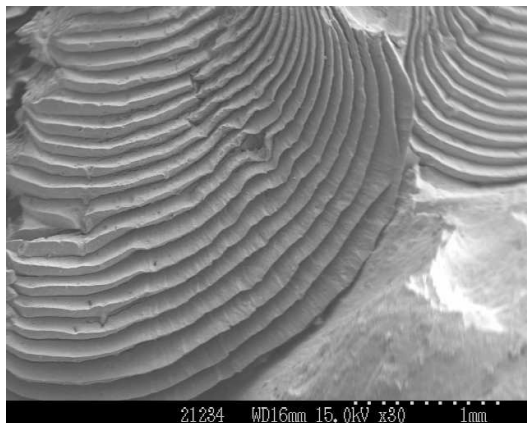
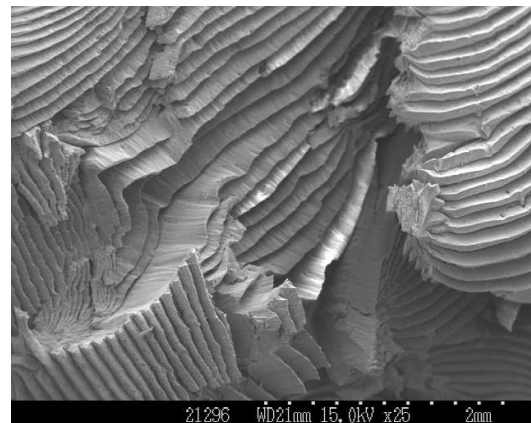


FIG. II-5.24 – *Stries de fatigue : leur largeur correspond à celle des zones elliptiques dans cette zone.*



(a) *Lamelles (éprouvette Diabolo TC-1a).*



(b) *Lamelles (éprouvette Diabolo TC-1b).*

FIG. II-5.25 – *Stries de fatigue : dégénérescence en lamelles (éprouvette Diabolo TC).*

5.2 Propagation de fissures de fatigue dans le SBR

Dans cette section, nous abordons les expériences réalisées avec le SBR. Elles sont moins nombreuses que celles menées avec le NR. L'objectif ici est d'étudier l'influence de la cristallisation sous contrainte dans la propagation de fissure de fatigue en comparant les résultats obtenus avec le NR (cristallisable sous contrainte) à ceux obtenus avec le SBR (non-cristallisable sous contrainte).

5.2.1 Description des faciès de rupture

La propagation de fissures dans le SBR diffère des observations précédentes puisqu'elle se fait en trois phases. Comme le montre la figure II -5.26, le défaut rompt car une fissure s'est amorcée

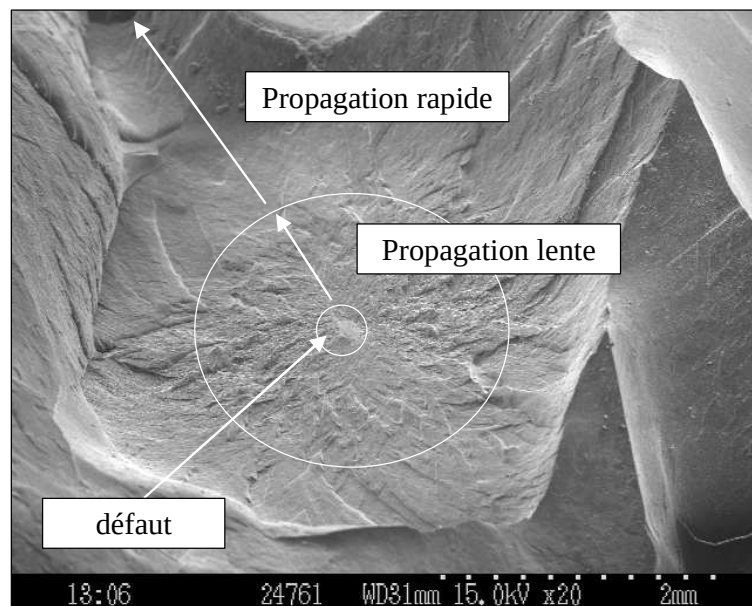


FIG. II -5.26 – Propagation de fissure en trois phases dans le SBR.

en son sein et s'est propagée lentement (la surface rompue rugueuse en témoigne). Nous rappelons que dans le cas du SBR, les défauts sont des parties d'élastomère survulcanisées. Ensuite, la fissure débouche dans la matrice élastomère qui présente moins de ponts de réticulation que le défaut. Une seconde phase de propagation lente débute. Comme le montre la figure II -5.27, la surface générée par la propagation lente et stable (sans bifurcation de fissure) est rugueuse et peut atteindre jusqu'à 3 mm de rayon. Enfin, une phase de propagation rapide et instable (au sens où la fissure bifurque) conduit à la ruine de l'éprouvette. Les surfaces générées sont plus lisses que les précédentes. Cette propagation rapide, qui s'apparente à la propagation de fissures sous chargement monotone, rappelle les travaux de Gent et Pulford (1984) et de Bascom (1977) qui décrivent le mécanisme de fissuration sous chargement quasi-statique dans les caoutchoucs synthétiques. Ce mécanisme permet en particulier d'expliquer les formes de chevrons telles que le montre la figure II -5.28. Il convient de noter que le faciès de rupture est beaucoup moins complexe que celui du NR : aucune strie de fatigue n'est visible sur le faciès et il n'y pas d'arrachements. De plus, les découpes pratiquées au voisinage des inserts métalliques n'ont pas permis de mettre en évidence des cavités, y compris pour les plus forts niveaux de chargement.

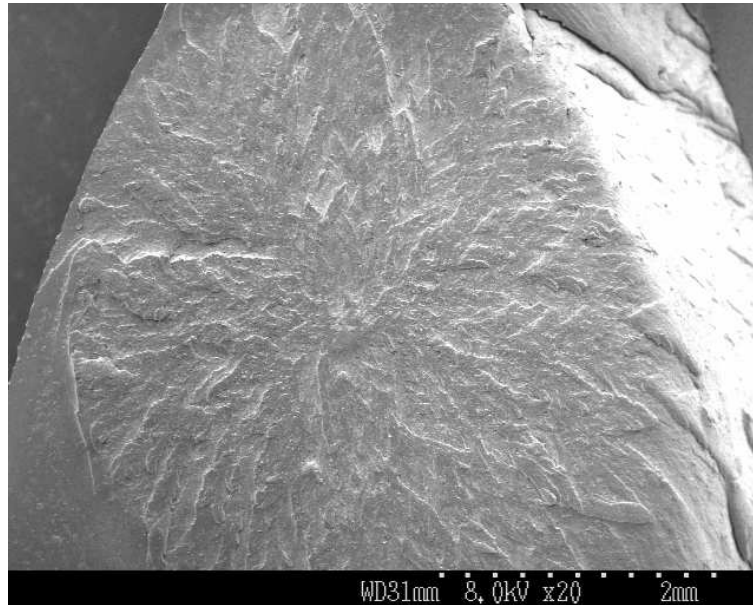


FIG. II -5.27 – *La seconde phase de propagation lente génère une zone de 3 mm de rayon maximum.*

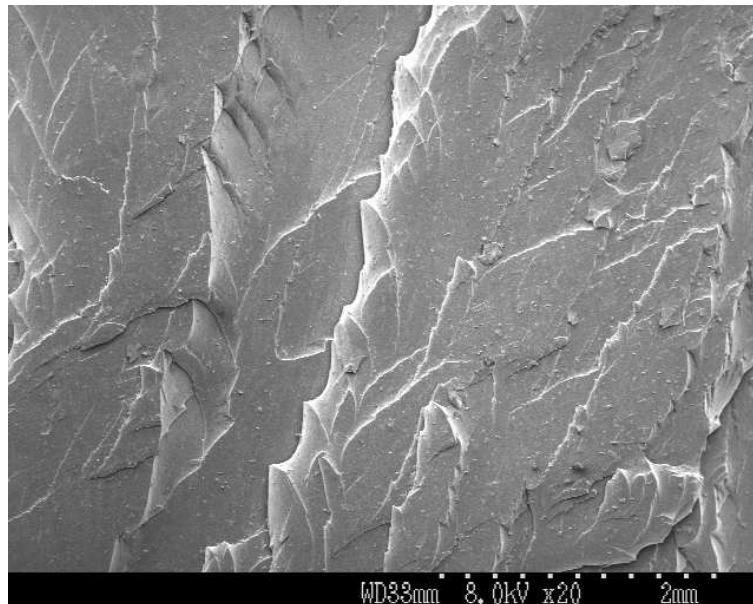


FIG. II -5.28 – *Propagation instable en chevrons dans le SBR.*

5.2.2 Identification des mécanismes physiques de la propagation de fissure dans le SBR

L'analyse des faciès a montré qu'il existait d'abord de la propagation lente et stable suivie par de la propagation rapide et instable. Ici, nous nous intéressons exclusivement à la propagation lente de fissure de fatigue dans le SBR. Pour cela, nous allons reprendre le protocole expérimental utilisé pour le NR. Ainsi, des essais sont arrêtés lorsqu'une fissure apparaît en surface, elle se trouve alors en phase de propagation lente. Si l'essai est prolongé, la fissure se propage rapidement en bifurquant (son front n'est plus observable), et l'éprouvette rompt en peu de cycles. Les fissures arrêtées en phase de propagation lente sont celles des éprouvettes TRDINTSBR-6a et TRDINTSBR-10c.

5.2.2.1 Description générale d'une fissure en cours de propagation

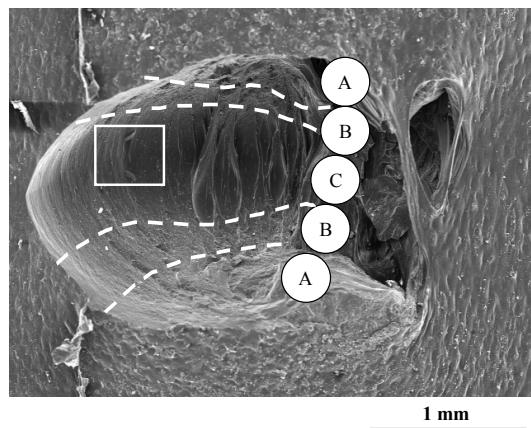
La figure 5.29(a) montre la fissure étirée. Trois zones se distinguent :

- (i) La zone A correspond à la surface générée lors de l'avancée de la fissure. Cette zone est relaxée ;
- (ii) La zone C correspond au front de fissure, la zone la plus étirée de la fissure ;
- (iii) La zone B est la frontière entre les deux zones. La figure 5.29(b) est un grossissement de cette zone. Parmi les multiples formes non définies observées se distinguent des zones ellipsoïdales. Certaines contiennent des oxydes de zinc.

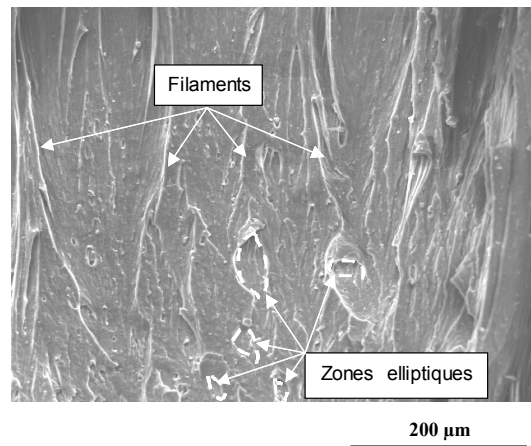
La figure 5.29(c) est un grossissement de la zone du front de fissure encadrée de la figure 5.29(a). Ce cliché montre que le front de fissure dans le SBR est constitué par de longs ligaments quasi-parallèles entre eux. Contrairement au NR, aucune zone elliptique ne les sépare. De plus, ces ligaments semblent se former au niveau d'une ligne. Cette ligne a déjà été observée en chargement statique dans les élastomères de synthèse (Gent et Pulford, 1984). Cette ligne fut baptisée par les auteurs « ligne de déchirement » (tearing line). Ceci constitue une seconde différence avec le NR dont l'avancée de la fissure se produit, non pas au niveau d'une ligne, mais sur toute la surface étirée du front de fissure.

5.2.2.2 Micro-découpe du front de fissure

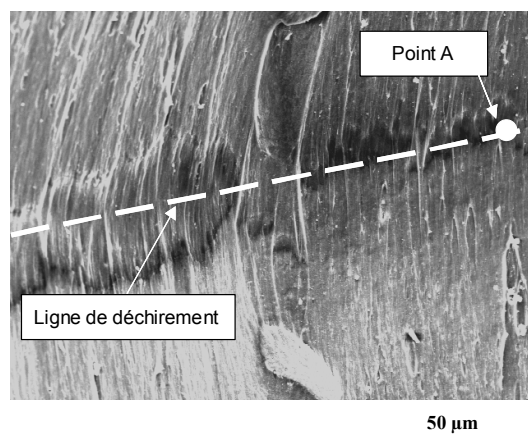
La micro-découpe du front de fissure a pour objectif de révéler des phénomènes physiques non visibles au cours d'une observation classique au MEB . Dans le cas du NR, elle a permis de comprendre le mécanisme de propagation de fissure. Ici, nous utilisons la même technique de micro-découpe que précédemment. Le faisceau d'électrons est concentré au niveau du point A de la figure 5.29(c) et une micro-fissure artificielle s'initie et se propage rapidement vers la droite sans être arrêtée par les ligaments. La figure 5.30(a) montre le résultat obtenu. Le fait que les ligaments ne résistent pas à la micro-découpe montre que contrairement au NR, leur microstructure est identique à celle des autres zones du front de fissure. Pour cette raison, nous les appellerons « filaments » dans le cas du SBR. Ce résultat semble en accord avec le fait que le SBR ne cristallise pas sous contrainte. De plus, cela renforce l'hypothèse des ligaments plus cristallisés que les zones elliptiques dans le NR. Les quelques cavités rencontrées au cours de la micro-découpe sont de la taille des oxydes de zinc qu'elles contiennent. Ainsi, dans le SBR, il ne semble pas y avoir de croissance de cavités au front de fissure. Comme le montre la figure 5.30(b), les cavités traversées par la fissure s'ouvrent soit en formant des zones ellipsoïdales de part et d'autre de la ligne de déchirement soit en formant des filaments. Ainsi, la propagation de fissure de fatigue dans le SBR se fait sans résistance des différentes zones du front de fissure



(a) Front de fissure.



(b) Frontière entre la zone étirée et les zones relaxées.



(c) Grossissement de la zone encadrée de la figure 5.29(a).

FIG. II - 5.29 – Description générale d'une fissure en cours de propagation (éprouvette TRDINTSBR-10c).

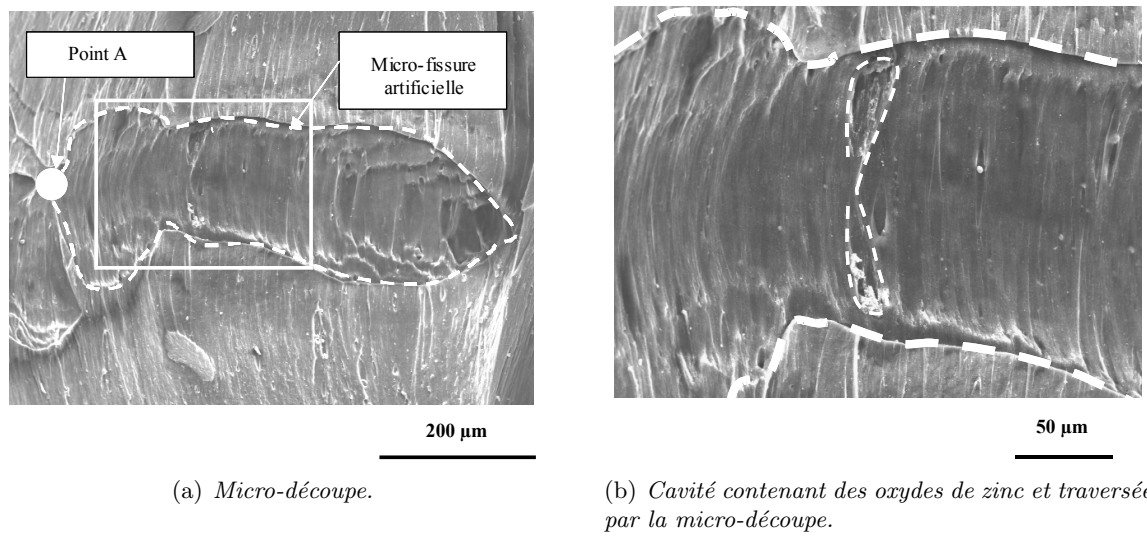


FIG. II - 5.30 – Micro-découpe du front de fissure (éprouvette TRDINTSBR-6a).

et les filaments sont issus de la rencontre d'hétérogénéités (oxydes et agglomérats de noirs de carbone) avec le front de fissure.

Conclusion de la seconde partie

Au cours de la description macroscopique de l'endommagement (p. 71), nous avons relevé cinq types de fissuration distincts dans le NR. L'analyse fractographique des surfaces rompues montre qu'elles sont toutes composées d'arrachements et éventuellement de stries. L'enjeu de cette étude a donc été de comprendre comment se forment ces arrachements lors de la propagation de fissure de fatigue. Pour ce faire, une expérience de micro-découpe du front de fissure au cours de son observation au MEB a permis de mettre en évidence que le front de fissure est fragilisé par la croissance de cavités issues de la décohésion des oxydes de zinc et de la matrice. De plus, nous avons observé que le front de fissure se compose de zones elliptiques planes séparées par des ligaments. La rupture de ces ligaments conduit à la formation des arrachements communs à tous les faciès de rupture. Suite à ces observations, un mécanisme de propagation de fissure de fatigue dans le NR a été proposé (Le Cam *et al.*, 2004).

En ce qui concerne le SBR qui, contrairement au NR ne cristallise pas sous contrainte, seule la propagation lente et stable a été étudiée de la même manière que dans le cas du NR. Les résultats obtenus montrent qu'aucune zone du front de fissure ne résiste à la propagation de fissure. Ainsi, la morphologie des surfaces rompues est issue de la déformation hétérogène de la matrice lorsque la fissure rencontre des particules tels que les oxydes, les agglomérats de noirs de carbone ou encore les zones survulcanisées.

Bibliographie

- Adriaenssens, P., Pollaris, A., Vanderzande, D., Gelan, J., White, J. L., et Kelchtermans, M. (2000). Relationships between microvoid heterogeneity and physical properties in cross-linked elastomers: an nmr imaging study. *Macromolecules*, **33**, 7116–7121.
- Albertini, D. (2004). *Microscopie Champ Proche*. Cours de DEA, Université de Nantes.
- André, N., Cailletaud, G., et Piques, R. (1999). Haigh diagram for fatigue crack initiation prediction of natural rubber components. *Kautsch. Gummi Kunstst.*, **52**, 120–123.
- Bascom, W. D. (1977). Scanning electron microscopy of rubber tear. *Rubber Chem. Technol.*, **50**, 875–883.
- Bielinski, D. (2004). Finite viscoelasticity, plasticity and damage of a class of filled elastomers: constitutive model. *Kautsch. Gummi Kunstst.*, **57**, 13–21.
- Bikard, J. et Desoyer, T. (2001). Finite viscoelasticity, plasticity and damage of a class of filled elastomers: constitutive model. *Mech. Res. Comm.*, **28**, 693–702.
- Diani, J. (1999). *Contribution à l'étude du comportement élastique et de l'endommagement des matériaux élastomères*. Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- Gent, A. N. et Lindley, P. B. (1959). Internal rupture of bonded rubber cylinders in tension. *Proc. R. Soc. London*, **A2**, 195–205.
- Gent, A. N. et Park, B. (1984). Failure processes in elastomers at or near a rigid spherical inclusion. *J. Mater. Sci.*, **19**, 1947–1956.
- Gent, A. N. et Pulford, C. (1984). Micromechanics of fracture in elastomers. *J. Mater. Sci.*, **19**, 3612–3619.
- Harwood, J. A. C., Mullins, L., et Payne, A. R. (1967). Stress softenig in rubbers - a review. *Journal of the IRI*, **1**, 17–27.
- Jeon, I. H., Kim, H., et Kim, S. G. (2003). Characterization of rubber micro-morphology by atomic force microscopy(afm). *Rubber Chem. Technol.*, **76**, 1–11.
- Layouni, K., Laiarinandrasana, L., et Piques, R. (2003). Compressibility induced by damage in carbon black reinforced natural rubber. J. J. C. Busfield et A. H. Muhr, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber III*, 292–298. Balkema.
- Le Cam, J.-B., Huneau, B., Verron, E., et Gornet, L. (2004). Mechanism of fatigue crack growth in carbon black filled natural rubber. *Macromolecules*, **37**, 5011–5017.
- Legorju-Jago, K. et Bathias, C. (2001). Application of X-ray tomography for understanding of cavitation process of natural rubbers. *8th international seminar on elastomers*, 129–131, Le Mans, France.
- Legorju-Jago, K. et Bathias, C. (2002). Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers. *Int. J. Fatigue*, **24**, 85–92.
- Mark, J. E. et Erman, B. (1988). *Rubberlike Elasticity - A Molecular Primer*. J. Wiley and Sons, New-York.

- Mars, W. V. (2001). *Multiaxial fatigue of rubber*. Thèse de Doctorat, University of Toledo.
- Miehe, C. (1995). Discontinuous and continuous damage evolution in Ogden-type large-strain elastic materials. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **14**, 697–720.
- Oberth, A. E. et Bruener, R. (1965). Tear phenomena around solid inclusion in castable elastomers. *Trans. Soc. Rheol.*, **9**, 165–185.
- Ostojak-Kuczynski, E. (2005). *Comportement en fatigue des élastomères : application aux structures antivibratoires pour l'automobile*. Thèse de doctorat, École Centrale de Nantes.
- Ostojak-Kuczynski, E., Charrier, P., Verron, E., Marckmann, G., Gornet, L., et Chagnon, G. (2003). Crack initiation in filled natural rubber: experimental database and macroscopic observations. J. J. C. Busfield et A. Muhr, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber III*, 3–10. Balkema.
- Rault, J. (2002). *Les Polymères Solides*. Cépaduès-Éditions.
- Robisson, A. (2000). *Comportement mécanique d'un élastomère chargé en silice. Etude de l'influence des charges et modélisation par une loi visco-hyperélastique endommageable*. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Saintier, N. (2000). *Prévisions de la durée de vie en fatigue du NR, sous chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Toki, S., Sics, I., Hsiao, B. S., Murakami, S., Tosaka, M., Poompradub, S., Kohjiya, S., et Ikeda, Y. (2004). Structural developments in synthetic rubbers during uniaxial deformation by in situ synchrotron X-ray diffraction. *J. Polym. Sci. Pol. Phys.*, **42**, 956–964.
- Trabelsi, S., Albouy, P.-A., et Rault, J. (2002). Stress-induced crystallization around a crack tip in natural rubber. *Macromolecules*, **35**, 10054–10061.
- Trabelsi, S., Albouy, P.-A., et Rault, J. (2003). Effective local deformation in stretched filled rubber. *Macromolecules*, **36**, 9093–9099.
- Workshop on the application of X-ray tomography in material science (2000). *X-ray tomography in material science*. Hermès science publications, Paris.
- Yeoh, O. H. (1990). Characterization of elastic properties of carbon-black-filled rubber vulcanizates. *Rubber. Chem. Technol.*, **63**, 792–805.

Troisième partie

Prise en compte des mécanismes physiques lors du choix d'une grandeur d'endommagement

Introduction

Les mécanismes d'endommagement en fatigue des élastomères ayant été identifiés aux échelles macroscopique puis microscopique, cette troisième partie présente les résultats récemment obtenus en matière de représentation de l'endommagement et de prédiction de l'initiation de fissure (au sens macroscopique) par une grandeur mécanique continue.

Après un bref rappel de mécanique des milieux continus, la discussion porte sur la comparaison des différentes grandeurs d'endommagement classiquement utilisées dans la littérature mais aussi sur celles proposées récemment. Cette comparaison est réalisée au travers de l'étude des cas simples de chargement ainsi que sur les cas de chargement des éprouvettes Diabolo et AE2. Enfin, un exemple industriel est traité, permettant d'appliquer le calcul des grandeurs d'endommagement au cas d'une structure industrielle telle qu'un palier élastomère de barre stabilisatrice en service.

Chapitre 1

Quelques notions de mécanique des milieux continus

Sommaire

1.1	Déformations et contraintes en transformations finies	147
1.1.1	Cinématique	147
1.1.2	Contraintes	149
1.2	Hyperélasticité en transformations finies	150
1.2.1	Généralités	150
1.2.2	Cas particulier de l'incompressibilité	150
1.2.3	Densité d'énergie de déformation utilisées dans la suite	151

L'objectif de ce bref chapitre introductif est de rappeler les différentes grandeurs de la mécanique des milieux continus en transformations finies qui seront nécessaires dans la suite. Tout d'abord, les différents tenseurs de déformation et de contrainte sont rappelés, puis les lois de comportement hyperélastiques non-linéaires utilisées sont présentées. Pour une présentation détaillée de ces concepts, le lecteur peut se référer à Bonet et Wood (1997) et Holzapfel (2000).

1.1 Déformations et contraintes en transformations finies

1.1.1 Cinématique

Un corps est matérialisé par un ensemble de points matériels dont la forme évolue au cours de la déformation. L'ensemble des positions spatiales occupées par ces points à un instant t représente la configuration actuelle du solide, notée (C_t) (voir figure III - 1.1). La configuration de référence sera notée (C_0) . Dans notre cas, elle correspond à la configuration dans laquelle le corps est non-déformé et non-contraint. Le point M de la configuration actuelle (C_t) est repéré par le vecteur position $\overrightarrow{OM} = \vec{x}$. Avant transformation, ce dernier occupait la position $\overrightarrow{OM}_0 = \vec{X}$ dans (C_0) . Le mouvement global de la particule peut être décrit par l'application vectorielle ϕ telle que :

$$\begin{aligned} \phi : \mathbb{R}^3 &\rightarrow \mathbb{R}^3 \\ \vec{X} &\mapsto \vec{x} = \phi(\vec{X}, t) \end{aligned} \tag{III - 1.1}$$

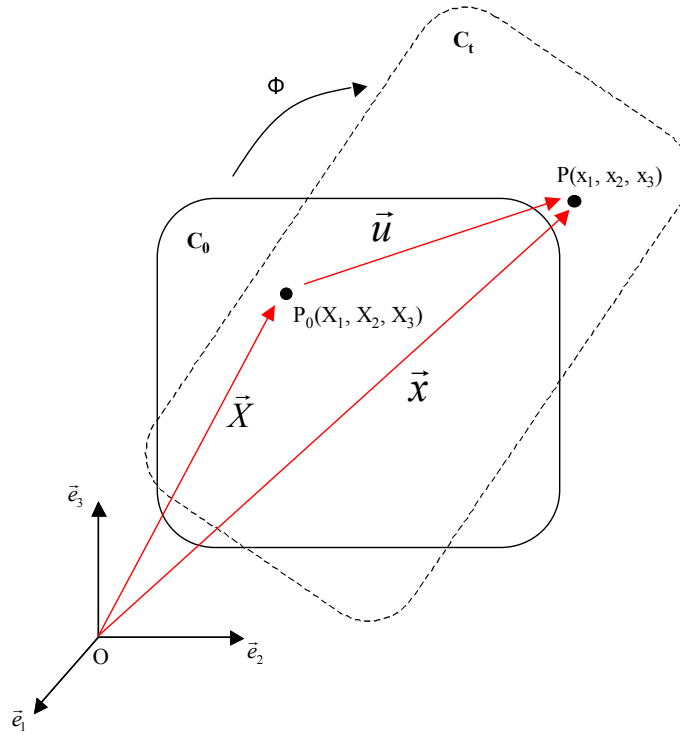


FIG. III - 1.1 – Description de la cinématique.

La déformation au voisinage de la particule peut s'exprimer à partir des gradients de cette fonction. Les milieux matériellement simples sont, par définition, ceux pour lesquels la transformation linéaire tangente ou le tenseur gradient de la transformation $\mathbf{F}$ suffit à la description de la cinématique (Truesdell, 1966). Le gradient de la transformation $\mathbf{F}$ est défini entre les deux configurations (C_0) et (C_t) par :

$$\mathbf{F} = \text{grad}_{\vec{X}} \phi = \frac{\partial \vec{x}}{\partial \vec{X}} \quad (\text{III} - 1.2)$$

Le déterminant de $\mathbf{F}$, noté J , représente la variation locale de volume et est toujours positif en vertu du principe de non-interpénétration de la matière :

$$J = \det \mathbf{F} > 0. \quad (\text{III} - 1.3)$$

En partant de deux vecteurs $\vec{dX}_1$ et $\vec{dX}_2$ dans la configuration de référence se transformant respectivement en $\vec{dx}_1$ et $\vec{dx}_2$ dans la configuration actuelle, différentes quantités peuvent être définies. Relativement à la configuration de référence, le tenseur des dilatations de Cauchy-Green droit $\mathbf{C}$ mesure les variations de longueur et d'angle :

$$\vec{dx}_1 \cdot \vec{dx}_2 = \vec{dX}_1 \mathbf{C} \vec{dX}_2 \quad \text{et} \quad \mathbf{C} = \mathbf{F}^T \mathbf{F}. \quad (\text{III} - 1.4)$$

Relativement à la configuration actuelle, cette mesure se fait par le tenseur des dilatations de Cauchy-Green gauche :

$$\vec{dX}_1 \cdot \vec{dX}_2 = \vec{dx}_1 \mathbf{B}^{-1} \vec{dx}_2 \quad \text{et} \quad \mathbf{B} = \mathbf{F} \mathbf{F}^T. \quad (\text{III} - 1.5)$$

À partir de ces deux tenseurs, deux mesures classiques de la déformation sont définies : un tenseur lagrangien $\mathbf{E}$, dit de Green-Lagrange et un tenseur eulérien $\mathbf{A}$, dit d'Euler-Almansi :

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2}(\mathbf{C} - \mathbf{1}) \quad \text{et} \quad \mathbf{A} = \frac{1}{2}(\mathbf{1} - \mathbf{B}^{-1}) \quad (\text{III - 1.6})$$

où $\mathbf{1}$ représente le tenseur identité. Chaque tenseur de déformation ainsi défini est symétrique, défini positif et possède donc six composantes indépendantes.

De par les définitions de $\mathbf{C}$ et $\mathbf{B}$ (III - 1.4-III - 1.5), ces tenseurs sont symétriques et définis positifs ; leurs matrices représentatives peuvent être diagonalisées sous la forme :

$$[C] = [N][\Lambda^2][N]^{-1} \quad \text{et} \quad [B] = [n][\Lambda^2][n]^{-1} \quad (\text{III - 1.7})$$

où $[N]$ et $[n]$ sont les matrices contenant respectivement les vecteurs propres de $[C]$ et $[B]$ qui définissent les directions principales de dilatation respectivement dans la configuration de référence (C_0) et actuelle (C_t), et où $[\Lambda]$ est la matrice diagonale des extensions principales λ_i , $i = 1, 2, 3$:

$$[\Lambda] = \begin{bmatrix} \lambda_1 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3 \end{bmatrix} \quad (\text{III - 1.8})$$

$\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ étant imposés positifs (Ogden, 1984). Pour l'étude du comportement isotrope des matériaux, il nous faut introduire les trois invariants du tenseur des dilatations de Cauchy-Green droit $\mathbf{C}$:

$$I_1 = \text{tr}(\mathbf{C}) \quad (\text{III - 1.9})$$

$$I_2 = \frac{1}{2}[(\text{tr}(\mathbf{C}))^2 - \text{tr}(\mathbf{C}^2)] \quad (\text{III - 1.10})$$

$$I_3 = \det(\mathbf{C}). \quad (\text{III - 1.11})$$

1.1.2 Contraintes

L'état de contrainte autour d'un point est défini à partir de la résultante des efforts internes $\vec{df}$ s'exerçant sur un élément de surface orientée $ds\vec{n}$ de la configuration déformée. Ceci conduit à l'expression du tenseur des contraintes de Cauchy :

$$\vec{df} = \boldsymbol{\sigma} \vec{n} ds. \quad (\text{III - 1.12})$$

Ce tenseur est symétrique. En grandes transformations, les formules de transport convectif permettent de réécrire l'expression des surfaces et des efforts internes sur la configuration initiale et donc d'introduire trois nouveaux tenseurs des contraintes. Le tenseur de Piola-Kirchhoff de première espèce ou tenseur de Boussinesq $\mathbf{\Pi}$ est défini à partir des efforts internes dans la configuration actuelle et de la surface orientée dans la configuration initiale, transformée inverse de la surface orientée $ds\vec{n}$:

$$\vec{df} = \mathbf{\Pi} \vec{N} dS. \quad (\text{III - 1.13})$$

Il n'est pas a priori symétrique. En transportant artificiellement la résultante des efforts internes sur la configuration initiale, on définit le tenseur de Piola-Kirchhoff de seconde espèce :

$$\vec{dF} = \mathbf{S} \vec{N} dS. \quad (\text{III - 1.14})$$

Dépourvu de sens physique mais lagrangien, il est symétrique. Ces trois tenseurs des contraintes sont liés par la relation suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} = J^{-1} \mathbf{\Pi} \mathbf{F}^T = J^{-1} \mathbf{F} \mathbf{S} \mathbf{F}^T. \quad (\text{III - 1.15})$$

1.2 Hyperélasticité en transformations finies

1.2.1 Généralités

Nous restreignons l'étude au cas des matériaux matériellement simples pour lesquels l'état de contrainte au temps t dépend du gradient de la transformation au temps $\tau \in [0, t]$ ainsi que de la position $\vec{X}$ du point considéré. De plus, nous considérons le matériau homogène et élastique, ce qui signifie que l'état de contrainte au temps t ne dépend plus que du gradient de la transformation au temps t . Enfin, nous nous plaçons dans le cadre de l'hyperélasticité, caractérisée par l'existence d'une fonction scalaire énergie de déformation W dépendant de l'état de déformation (Beatty, 1987) :

$$W = W(\mathbf{F}). \quad (\text{III - 1.16})$$

La prise en compte du principe d'objectivité permet d'écrire W en fonction du tenseur de Cauchy-Green droit $\mathbf{C}$:

$$W = W(\mathbf{C}). \quad (\text{III - 1.17})$$

La prise en compte de l'isotropie impose à W d'être une fonction isotrope du tenseur de Cauchy-Green gauche $\mathbf{B}$:

$$W = W(\mathbf{B}) = W(\mathbf{C}). \quad (\text{III - 1.18})$$

Ainsi, W étant une fonction scalaire isotrope du tenseur $\mathbf{B}$, elle est fonction des invariants de $\mathbf{B}$ (qui sont aussi ceux de $\mathbf{C}$) :

$$W = W(I_1, I_2, I_3). \quad (\text{III - 1.19})$$

Les relations tensorielles contrainte-déformation sont alors les suivantes :

$$\boldsymbol{\sigma} = 2\mathbf{B} \frac{\partial W}{\partial \mathbf{B}} \quad (\text{III - 1.20})$$

$$\mathbf{S} = \frac{\partial W}{\partial \mathbf{E}} \quad (\text{III - 1.21})$$

$$\boldsymbol{\Pi} = \frac{\partial W}{\partial \mathbf{F}}. \quad (\text{III - 1.22})$$

En utilisant III - 1.19, le tenseur des contraintes de Cauchy peut-être écrit :

$$\boldsymbol{\sigma} = 2\mathbf{B} \sum_{i=1}^3 \frac{\partial W}{\partial I_i} \frac{\partial I_i}{\partial \mathbf{B}}, \quad (\text{III - 1.23})$$

c'est-à-dire :

$$\boldsymbol{\sigma} = 2J^{-1} \left[I_3 \frac{\partial W}{\partial I_3} \mathbf{I} + \left(\frac{\partial W}{\partial I_1} + I_1 \frac{\partial W}{\partial I_2} \right) \mathbf{B} + \frac{\partial W}{\partial I_2} \mathbf{B}^2 \right] \quad (\text{III - 1.24})$$

$\partial W / \partial I_1$, $\partial W / \partial I_2$, $\partial W / \partial I_3$ sont les fonctions matérielles à identifier.

1.2.2 Cas particulier de l'incompressibilité

Nous supposons les matériaux étudiés incompressibles : les déformations se font sans variation de volume, ce qui se traduit par :

$$J = 1. \quad (\text{III - 1.25})$$

Donc, le troisième invariant des tenseurs des dilatations est lui aussi unitaire :

$$I_3 = 1. \quad (\text{III - 1.26})$$

La connaissance de l'état de déformation ne permet plus à elle seule de calculer l'état de contrainte. Celui-ci est déterminé à une pression hydrostatique p près (Beatty, 1987) :

$$\boldsymbol{\sigma} = -p\mathbf{I} + 2\mathbf{B}\frac{\partial W}{\partial \mathbf{B}} \quad (\text{III - 1.27})$$

$$\mathbf{S} = -p\mathbf{C}^{-1} + \frac{\partial W}{\partial \mathbf{E}} \quad (\text{III - 1.28})$$

$$\boldsymbol{\Pi} = p\mathbf{F}^{-T} + \frac{\partial W}{\partial \mathbf{F}} \quad (\text{III - 1.29})$$

où p doit être déterminée à l'aide des équations d'équilibre du problème donné. De même en fonction des invariants, $\boldsymbol{\sigma}$ peut s'écrire :

$$\boldsymbol{\sigma} = -p\mathbf{I} + 2 \left[\left(\frac{\partial W}{\partial I_1} + I_1 \frac{\partial W}{\partial I_2} \right) \mathbf{B} - \frac{\partial W}{\partial I_2} \mathbf{B}^2 \right] \quad (\text{III - 1.30})$$

1.2.3 Densité d'énergie de déformation utilisées dans la suite

Pour modéliser le comportement des élastomères de l'étude, trois densités d'énergie issues l'expansion classique de Rivlin (1948) seront utilisées. Elles s'expriment :

$$W = C(I_1 - 3) \quad (\text{Néo-Hookéen}) \quad (\text{III - 1.31})$$

$$W = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_2 - 3) \quad (\text{Mooney-Rivlin}) \quad (\text{III - 1.32})$$

$$W = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_1 - 3)^2 + C_3(I_1 - 3)^3 \quad (\text{Yeoh}) \quad (\text{III - 1.33})$$

C , C_1 , C_2 et C_3 étant les coefficients matériels à identifier. Pour plus de détails sur les différents modèles hyperélastiques, le lecteur peut se référer à Verron (2003).

Chapitre 2

Comparaison des différentes grandeurs d'endommagement

Sommaire

2.1	Les différentes grandeurs d'endommagement	154
2.1.1	Les grandeurs classiques	154
2.1.2	Les grandeurs plus récentes	155
2.2	Applications	156
2.2.1	Cas simples de chargement	156
2.2.2	Application aux éprouvettes de la campagne d'essais	161
2.3	Bilan et perspectives	172

Après ce bref rappel de mécanique des milieux continus, la discussion porte à présent sur le choix d'une mesure d'endommagement qui traduise au mieux les mécanismes physiques mis en lumière par nos observations. Dans une approche en amorçage de fissure (qui est la nôtre), l'objectif est de relier les durées de vie à une grandeur scalaire d'endommagement, la durée de vie correspondant à l'apparition d'une fissure en surface de la pièce. Or, nous avons vu précédemment que la fissure débouche en surface après une phase de propagation à l'échelle microscopique. Nous avons d'ailleurs évalué cette phase à au moins 75% de la durée de vie. De ce fait, une grandeur d'endommagement physiquement motivée doit être capable de traduire cette phase de propagation de fissure à l'échelle microscopique. Dans notre cas, nous souhaitons travailler avec des quantités mécaniques pouvant se calculer à partir de la mécanique des milieux continus et non de la mécanique de la rupture. En effet, l'objectif étant d'appliquer cette approche à des calculs de pièces industrielles, il est primordial de s'affranchir du maillage des défauts (en l'occurrence des fissures).

Dans un premier temps, nous rappellerons les grandeurs disponibles dans la littérature puis nous les comparerons suivant deux critères principaux : leur aptitude à localiser les zones d'endommagement et leur pertinence dans la prévision de la durée de vie en fonction des cas de chargement considérés. Enfin, nous formulerons des perspectives quant à la manière dont l'étude peut se poursuivre.

2.1 Les différentes grandeurs d'endommagement

2.1.1 Les grandeurs classiques

Plusieurs grandeurs sont utilisées en fatigue des élastomères et jusqu'à présent, aucune ne fait l'unanimité. On retiendra entre autres les plus classiques que sont l'élongation principale maximale ($\lambda_{\max}$), la contrainte principale maximale ($\sigma_{\max}$) et la densité d'énergie de déformation W . Ces trois grandeurs sont fondées sur la même idée : la zone la plus endommagée est celle de plus grande sollicitation. Elles présentent l'avantage d'être des grandeurs mécaniques simples à calculer. En revanche, elles ne reflètent pas les mécanismes physiques observés au cours de cette étude. C'est pourquoi, nous présentons également une approche fondée sur un critère de cavitation.

$\lambda_{\max}$. En règle générale, les grandeurs cinématiques sont les plus utilisées dans la littérature (Cadwell *et al.*, 1940; Fielding, 1943; Roberts et Benzies, 1977; Lu, 1991; Xie, 1992; Robisson, 2000; Legorju-Jago et Bathias, 2002). La plupart des essais étant asservis en déplacement, ces grandeurs semblent les plus naturelles, en particulier $\lambda_{\max}$ l'élongation principale maximale, puisqu'elle traduit l'élongation des chaînes dans la direction la plus étirée.

$\sigma_{\max}$. La contrainte principale maximale de Cauchy est également utilisée dans la littérature (Bathias *et al.*, 1998; André *et al.*, 1999; Saintier, 2000). En fait, l'analyse en contrainte est souvent proposée par les auteurs qui étudient l'augmentation de la durée de vie lorsque, pour une même amplitude de déformation, la contrainte minimale devient strictement positive. Dans ce cas, l'analyse en contrainte est effectivement préférable puis qu'en déformation, l'augmentation de la durée de vie s'opère à partir d'une valeur seuil qui dépend du fluage cyclique du matériau.

W . Utiliser la densité d'énergie de déformation est la manière la plus simple de prendre en compte les deux grandeurs précédentes, mais aussi la totalité des états de déformation et de contrainte (Beatty, 1964; Lu, 1991; Abraham *et al.*, 2001, 2005). D'après Lu et Abraham *et al.*, cette grandeur permettrait d'obtenir une courbe maîtresse W - durée de vie pour des chargements de traction répétée et non-répétée.

Approche en cavitation. Cette approche consiste à appliquer un critère de cavitation, indiquant en fonction du chargement appliqué, si des cavités peuvent apparaître au sein de l'élastomère. Cette approche est en marge de notre démarche puisqu'elle ne permet pas de prédire la durée de vie. Les premières études expérimentales mettant en lumière l'existence du phénomène de cavitation dans le caoutchouc naturel ont été réalisées par Gent et Lindley (1959). Pour les élastomères contenant des charges, Oberth et Bruener (1965) d'une part et Gent et Park (1984) d'autre part ont montré que des vides apparaissent au voisinage d'inclusions rigides. Plus récemment, Fond *et al.* (1996) ont décrit les mêmes phénomènes dans des micro-billes d'élastomère dispersées dans une matrice polymère du type PMMA.

En ce qui concerne la modélisation de la cavitation, le travail de Ball (1982) fait référence. En fait, l'auteur modélise l'apparition soudaine d'un vide dans une sphère de comportement homogène, isotrope, incompressible et élastique non-linéaire sous chargement de traction isotrope à sa surface. Il détermine ainsi, dans le cas d'une densité d'énergie de déformation néo-hookéenne, une valeur critique de traction hydrostatique, $p_{cr} = 5\mu/6$ où μ est le module de cisaillement initial, à partir de laquelle la cavitation a lieu. La valeur de cette pression hydrostatique critique est proche de celle mesurée expérimentalement par Gent et Lindley (1959). L'extension du travail

de Ball (1982) aux chargements de traction quelconque a été réalisée par Hou et Abeyaratne (1992). Dans leurs travaux, les auteurs définissent, dans le cas d'un matériau au comportement néo-hookéen, une surface de cavitation dans l'espace des contraintes principales :

$$S : (4\sigma_1 - \sigma_2 - \sigma_3)(4\sigma_2 - \sigma_3 - \sigma_1)(4\sigma_3 - \sigma_1 - \sigma_2) - (5\mu)^3 = 0 \quad (\text{III - 2.1})$$

Ce critère de cavitation est intéressant dans la mesure où il indique les zones susceptibles de voir des cavités apparaître, mais il ne permet pas de prédire la durée de vie du matériau.

Notons enfin qu'une étude complète sur la cavitation, la croissance de cavités et la compétition entre ces deux phénomènes a été réalisée récemment par Diani (1999).

2.1.2 Les grandeurs plus récentes

« **Densité d'énergie de fissuration** » (**Cracking Energy Density en anglais**). Comme nous l'avons vu dans la seconde partie du mémoire, l'amorçage de fissure à l'échelle microscopique intervient dans le premier quart de vie de la pièce et la fissure macroscopique détectée en surface correspond bel et bien à un phénomène de propagation de fissure à l'échelle microscopique. Ce résultat montre que le choix d'une grandeur d'endommagement doit être guidé par son aptitude à prendre en compte la croissance de défaut (fissure). Jusqu'à présent, seule l'approche de Mars (2001) tient compte de ce phénomène. Mars considère que le matériau contient des défauts pré-existants (avant déformation) uniformément répartis qui sont considérés comme autant de fissures microscopiques pouvant se propager sous chargement. Comme cela a déjà été rappelé dans notre étude bibliographique, Mars définit une nouvelle grandeur mécanique continue, la « Densité d'énergie de fissuration » ou CED (Cracking Energy Density), qui représente la part de la densité d'énergie de déformation libérée lors de la croissance de fissure. L'auteur postule alors que l'énergie libérée par une surface donnée est égale au travail des efforts qui s'y appliquent et qui permettent de la déformer. Ainsi, il définit un incrément de CED, dW_c , par le produit d'un vecteur traction et d'un incrément de vecteur déformation :

$$dW_c = \vec{\sigma} \cdot d\vec{\varepsilon} \quad (\text{III - 2.2})$$

En projetant le vecteur traction et l'incrément de vecteur déformation sur la normale unitaire au plan matériel de fissuration, il vient :

$$dW_c = \vec{r}^T \boldsymbol{\sigma} \cdot d\vec{\varepsilon} \vec{r} \quad (\text{III - 2.3})$$

Même si la projection d'une grandeur homogène à une énergie de déformation a déjà été proposée pour les métaux en contraintes planes (Glinka *et al.*, 1995), cette idée n'en demeure pas moins innovante pour les élastomères. Une étude similaire a récemment été proposée par Raoult *et al.* (2003). À nos yeux, cette approche est intéressante, puisqu'elle cherche à traduire la croissance d'une fissure au sein du matériau au moyen de grandeurs de la mécanique des milieux continus sans faire appel à la mécanique de la rupture. De plus, Mars explique que le CED est une grandeur d'endommagement « intrinsèque » à la fatigue des élastomères au sens où une courbe maîtresse « CED en fonction de la durée de vie » peut être établie quel que soit le cas de chargement. En revanche, nous sommes plus réservés quant au formalisme proposé par Mars pour définir l'incrément de CED, notamment quant à la définition de l'incrément de déformation. Une discussion avec l'auteur lors de la dernière conférence européenne sur le caoutchouc (Austrell et Kari, 2005) a renforcé notre scepticisme. En effet, le problème se situe au niveau du passage de $d\vec{u}$ à $d\vec{\varepsilon}$ que l'auteur utilise pour le calcul du travail.

En résumé, le CED présente l'avantage d'être une grandeur de la mécanique des milieux continus qui tient compte de la propagation de fissures microscopiques observés lors de l'endommagement en fatigue des élastomères. En revanche, le formalisme théorique utilisé est discutable.

La contrainte configurationnelle. Très récemment, une étude réalisée au sein de l'équipe Polymères, Dynamique et Procédés de l'Institut de Recherche en Génie Civil et fondée sur les observations menées au cours de cette thèse, propose de rationaliser l'approche de Mars (Verron *et al.*, 2005). Ces travaux préliminaires ont permis de proposer une nouvelle grandeur d'endommagement que nous désignerons par G . Ici, nous nous plaçons en tant qu'utilisateurs de cette grandeur, c'est pourquoi la bibliographie ainsi que le formalisme théorique utilisé figurent dans l'annexe B. Contrairement au CED, la grandeur proposée est issue de la théorie bien établie de la mécanique d'Eshelby ou mécanique dans l'espace matériel. Elle s'exprime :

$$G = |\min[(\Sigma_i)_{i=1,3}, 0]|, \quad (\text{III} - 2.4)$$

où $(\Sigma_i)_{i=1,3}$ sont les valeurs propres du tenseur d'Eshelby et $\Sigma = W\mathbf{I} - \mathbf{S}\mathbf{C}$. Si $G \neq 0$, le vecteur propre associé à la plus petite valeur propre négative de Σ est normal au plan de fissuration potentielle. Comme le CED, cette grandeur traduit la croissance potentielle de défauts au sein du matériau « sain » en considérant que des défauts peuvent être présents en tout point de la pièce avant déformation. De plus, cette grandeur permet de décrire les phénomènes dans la même configuration (non-déformée) que celle des observations.

Dans la suite, nous proposons de comparer cette grandeur avec celles plus classiquement utilisées, tout d'abord de manière analytique pour des cas simples de chargement, puis numériquement sur les éprouvettes des essais de fatigue soumises à des chargements uniaxiaux et multiaxiaux. Ainsi, les zones d'endommagement et les durées de vie prédites par ces grandeurs pourront être discutées. Remarquons enfin que lorsque l'endommagement ne dépend pas de l'histoire de la déformation (cas des chargements uniaxiaux sans précharge et des chargements multiaxiaux proportionnels), l'endommagement maximum est donné par le maximum de la grandeur considérée au cours du cycle. Ainsi, à partir des calculs analytiques suivants et d'essais de fatigue réalisés dans les conditions de chargement correspondantes, il sera possible de construire des diagrammes grandeur d'endommagement-nombres de cycles à fin de vie pour les chargements en question.

2.2 Applications

L'objet de ces applications est de comparer l'évolution des différentes grandeurs, d'abord pour des cas simples de chargement, puis pour des cas tels que la structure des éprouvettes de la campagne d'essais. Enfin, il sera également question de comparer les zones d'endommagement prédites avec celles identifiées au cours de nos observations.

2.2.1 Cas simples de chargement

Trois cas seront traités : la traction uniaxiale, le cisaillement pur et la traction équi-biaxiale. Tous les calculs sont réalisés en considérant le matériau incompressible avec une densité d'énergie de déformation néo-hookéenne, dont la constante matérielle C vaut 0,2. Nous rappelons dans ce cas l'expression du tenseur des contraintes de Cauchy σ et du tenseur d'Eshelby Σ :

$$\sigma = -p\mathbf{I} + 2C\mathbf{B} \quad \text{et} \quad \Sigma = (W + p)\mathbf{I} - 2C\mathbf{C} \quad (\text{III} - 2.5)$$

Ici, nous utilisons l'équation d'équilibre $\sigma_{33} = 0$ pour déterminer p . En ce qui concerne le CED, il est calculé en cumulant les incréments de CED ($dW_c = \vec{\sigma} \cdot d\vec{\varepsilon}$). Ici, en chargement uniaxial, $d\epsilon$ vaut $\ln \mathbf{V}$, $\mathbf{V}$ étant défini par : $\mathbf{V}^2 = \mathbf{B}$. La représentation de l'évolution des grandeurs se fera dans un premier temps en fonction de $\lambda_{\max}$ puis en fonction de I_1 . Tracer l'évolution des grandeurs en

fonction du premier invariant du tenseur des dilatations permet en partie de prendre en compte la multiaxialité du chargement et de comparer la mesure d'endommagement $\lambda_{\max}$ aux autres grandeurs.

- Traction uniaxiale. L'essai de traction uniaxiale est schématisé sur la figure III - 2.1. Les

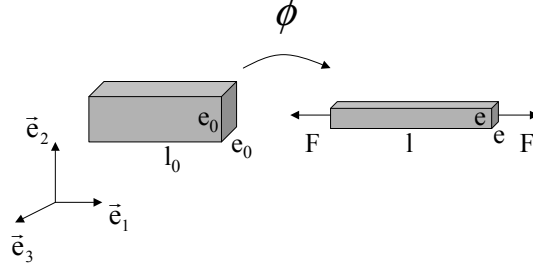


FIG. III - 2.1 – Schéma de l'essai de traction uniaxiale.

tenseurs gradient de la transformation, des dilatations de Cauchy-Green gauche, des contraintes de Cauchy et d'Eshelby sont donnés respectivement par :

$$\mathbf{F} = \lambda \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + \lambda^{-\frac{1}{2}} \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-\frac{1}{2}} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.6})$$

$$\mathbf{B} = \mathbf{C} = \lambda^2 \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + \lambda^{-1} \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-1} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.7})$$

$$\boldsymbol{\sigma} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-1}) \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 \quad (\text{III - 2.8})$$

$$\boldsymbol{\Sigma} = [W - 2C(\lambda^2 - \lambda^{-1})] \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + W \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + W \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.9})$$

avec $\lambda = l/l_0$.

Donc, les grandeurs d'endommagement présentées précédemment sont :

$$\lambda_{\max} = \lambda \quad (\text{III - 2.10})$$

$$\sigma_{\max} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-1}) \quad (\text{III - 2.11})$$

$$W = C(\lambda^2 + 2\lambda^{-1} - 3) \quad (\text{III - 2.12})$$

$$CED = \sigma_{\max} \ln \lambda \quad (\text{III - 2.13})$$

$$G = |C(-\lambda^2 + 4\lambda^{-1} - 3)| \quad (\text{III - 2.14})$$

$$S : 4\sigma_{\max}^3 - (5\mu)^3 = 0 \quad (\text{III - 2.15})$$

La figure III - 2.2 présente les résultats obtenus. Les différentes grandeurs sont tracées en fonction de $\lambda_{\max}$ (voir figure 2.2(a)) puis de I_1 (voir figure 2.2(b)).

- Cisaillement pur. L'essai de cisaillement pur est schématisé par la figure III - 2.3. Les tenseurs gradient de la transformation, des dilatations de Cauchy-Green gauche, des contraintes de Cauchy et d'Eshelby sont donnés respectivement par :

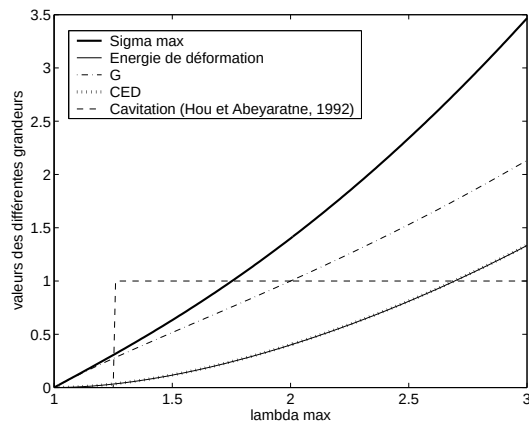
$$\mathbf{F} = \lambda \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-1} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.16})$$

$$\mathbf{B} = \mathbf{C} = \lambda^2 \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-2} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.17})$$

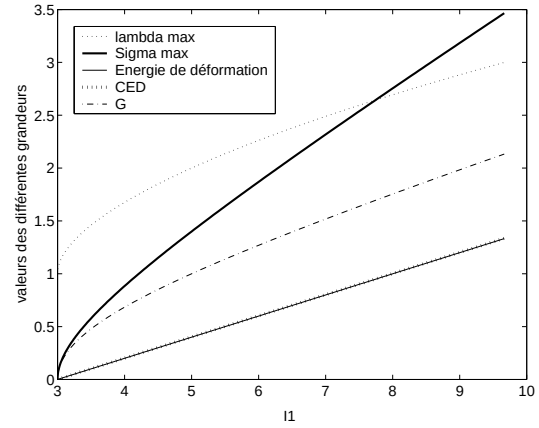
$$\boldsymbol{\sigma} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-2}) \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + 2C(1 - \lambda^{-2}) \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 \quad (\text{III - 2.18})$$

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\Sigma} = & [W - 2C(\lambda^2 - \lambda^{-2})] \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 \\ & + [W - 2C(1 - \lambda^{-2})] \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + W \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \end{aligned} \quad (\text{III - 2.19})$$

avec $\lambda = l/l_0$.



(a) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de λ_{max} .



(b) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de I_1 .

FIG. III - 2.2 – Cas de la traction uniaxiale.

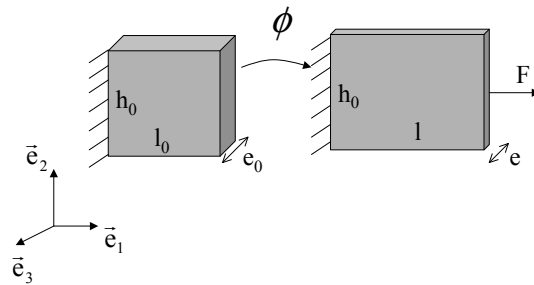


FIG. III - 2.3 – Schéma de l'essai de cisaillement pur.

Donc, les grandeurs d'endommagement présentées précédemment sont données par :

$$\lambda_{\max} = \lambda \quad (\text{III - 2.20})$$

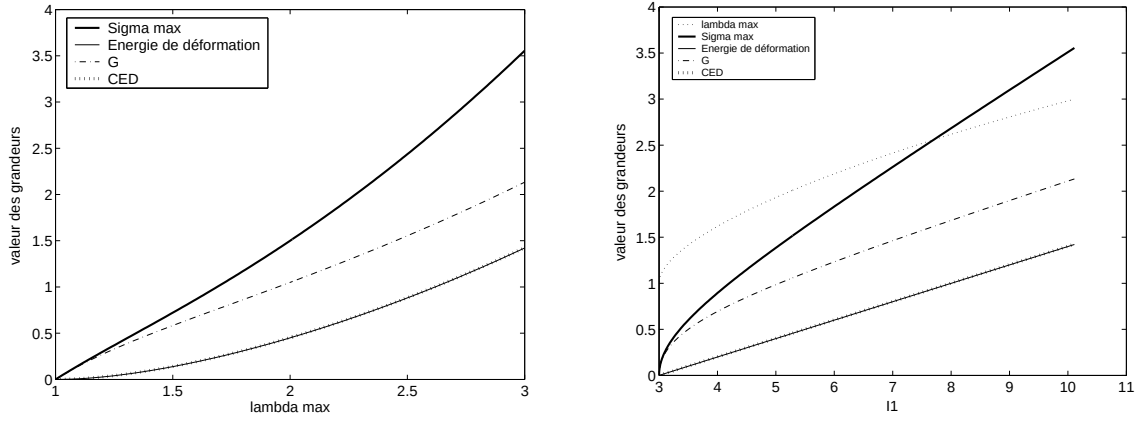
$$\sigma_{\max} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-2}) \quad (\text{III - 2.21})$$

$$W = C(2\lambda^2 + \lambda^{-2} - 2) \quad (\text{III - 2.22})$$

$$CED = \sigma_{\max} \ln \lambda \quad (\text{III - 2.23})$$

$$G = |2C(\lambda^{-2} - 1)| \quad (\text{III - 2.24})$$

La figure III - 2.4 présente les résultats obtenus. Les différentes grandeurs sont tracées en fonction de $\lambda_{\max}$ (voir figure 2.4(a)) puis de I_1 (voir figure 2.4(b)).



(a) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de $\lambda_{\max}$.

(b) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de I_1 .

FIG. III - 2.4 – Cas du cisaillement pur.

- Traction équi-biaxiale. L'essai de traction équi-biaxiale est schématisé par la figure III - 2.5. Les tenseurs gradient de la transformation, des dilatations de Cauchy-Green gauche, des

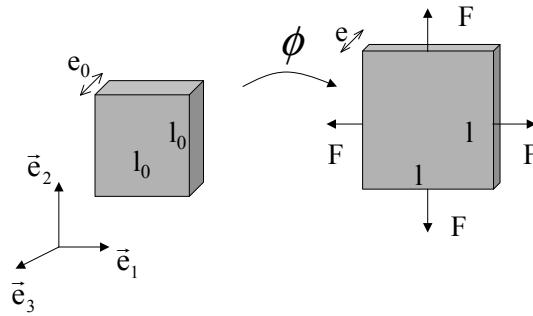


FIG. III - 2.5 – Schéma de l'essai de traction équi-biaxiale.

contraintes de Cauchy et d'Eshelby sont donnés respectivement par :

$$\mathbf{F} = \lambda \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + 1 \lambda \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-2} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.25})$$

$$\mathbf{B} = \mathbf{C} = \lambda^2 \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + 1 \lambda^2 \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + \lambda^{-4} \vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.26})$$

$$\boldsymbol{\sigma} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-4}) \vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 + 2C(\lambda^2 - \lambda^{-4}) \vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 \quad (\text{III - 2.27})$$

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\Sigma} = & [W - 2C(\lambda^2 - \lambda^{-4})]\vec{e}_1 \otimes \vec{e}_1 \\ & + [W - 2C(\lambda^2 - \lambda^{-4})]\vec{e}_2 \otimes \vec{e}_2 + W\vec{e}_3 \otimes \vec{e}_3 \quad (\text{III - 2.28})\end{aligned}$$

avec $\lambda = l/l_0$.

Donc, les grandeurs d'endommagement présentées précédemment sont données par :

$$\lambda_{\max} = \lambda \quad (\text{III - 2.29})$$

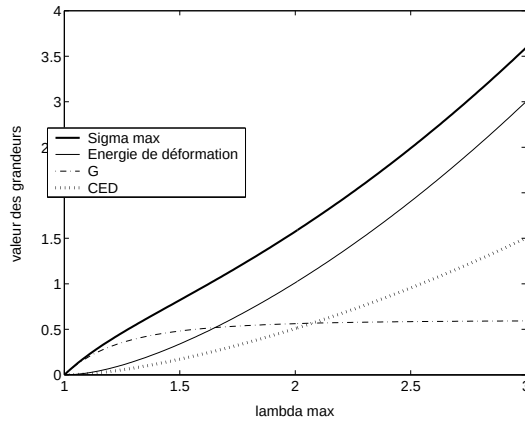
$$\sigma_{\max} = 2C(\lambda^2 - \lambda^{-4}) \quad (\text{III - 2.30})$$

$$W = C(2\lambda^2 + \lambda^{-4} - 3) \quad (\text{III - 2.31})$$

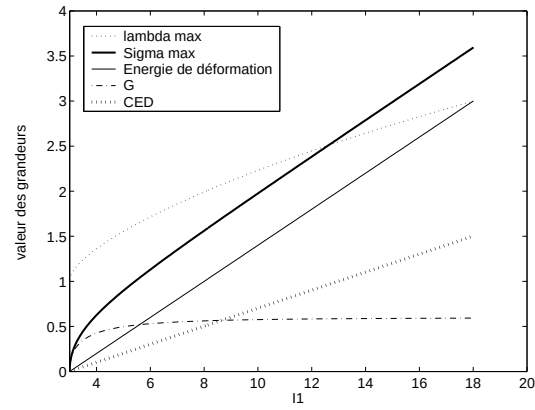
$$CED = \sigma_{\max} \ln \lambda \quad (\text{III - 2.32})$$

$$G = |3C(\lambda^{-4} - 1)| \quad (\text{III - 2.33})$$

La figure III - 2.6 présente les résultats obtenus. Les différentes grandeurs sont tracées en fonction de $\lambda_{\max}$ (voir figure 2.6(a)) puis de I_1 (voir figure 2.6(b)).



(a) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de $\lambda_{\max}$.



(b) Évolution des grandeurs d'endommagement en fonction de I_1 .

FIG. III - 2.6 – Cas de la traction équi-biaxiale.

Discussion

Tout d'abord, $\lambda_{\max}$ et $\sigma_{\max}$ évoluent de la même façon pour les trois cas de chargement : $\lambda_{\max}$ pour des raisons évidentes, $\sigma_{\max}$ parce qu'elle évolue en $2C\lambda^2$. Ceci sous-entend que les phénomènes multi-directionnels tels que la cavitation ou la croissance de défauts ne sont pas pris en compte par ces grandeurs. En revanche, les grandeurs énergétiques, qui évoluent de la même façon que les précédentes en traction uniaxiale et en cisaillement pur, diffèrent en traction équi-biaxiale. Par exemple, la densité d'énergie de déformation en traction équi-biaxiale prend en compte l'énergie apportée par les deux tractions, ce qui accroît d'autant sa valeur. La courbe du CED quant à elle se confond avec celle de la densité d'énergie de déformation W en traction uniaxiale et en cisaillement pur (toute l'énergie apportée au cours de la déformation sert à la croissance des défauts) et représente la moitié de W en traction équi-biaxiale (W est répartie dans les deux directions de sollicitation pour faire croître les défauts).

En ce qui concerne la grandeur d'endommagement G , elle suit les mêmes tendances que les grandeurs énergétiques précédentes, à la différence près qu'elle tend vers une asymptote en traction équi-biaxiale. Enfin, pour les trois cas de chargement, la plus petite valeur propre de $\boldsymbol{\Sigma}$

est toujours négative. L'interprétation de ceci requiert un certain nombre de précautions. Cela signifierait tout d'abord qu'il n'y a pas de fermeture de fissure lors de la déformation, mais cela ne signifie pas que l'énergie apportée aux défauts dès la mise en charge suffit à engendrer la croissance de ces derniers : en ce qui concerne par exemple la cavitation (qui peut être vue comme la croissance d'un défaut), elle n'apparaît qu'à partir d'une élongation de l'ordre de 1,2 (voir figure 2.2(a)). À cette élongation, G vaut 0,25. Sachant que la cavitation est l'un des phénomènes permettant l'amorçage, ceci montre qu'il y a un seuil à partir duquel il y a croissance irréversible de défaut.

Remarque sur le comportement asymptotique de G en traction équibiaxiale : ce comportement asymptotique est induit par la loi de comportement néo-hookéenne, qui ne permet pas de modéliser le raidissement du matériau aux fortes élongations. Dans ce cas, l'asymptote est directement lié à la valeur du paramètre matériel C . Pour $C = 0,2$, l'asymptote est définie par $G = 0,6$. Les lois de comportement relatives à des densités d'énergie de déformation en puissances de I_1 comme les lois de Mooney (1940) et de Yeoh (1990) ne présentent pas cette asymptote. Nous rappelons que la densité d'énergie de déformation de Mooney-Rivlin s'écrit :

$$W = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_2 - 3), \quad (\text{III - 2.34})$$

l'expression de G est alors :

$$G = |W + p - 2(C_1\lambda^2 - C_2\lambda^{-2})| \quad (\text{III - 2.35})$$

avec

$$p = 2C_1\lambda^{-4} - 2C_2\lambda^4 \quad (\text{III - 2.36})$$

La densité d'énergie de déformation de Yeoh s'exprime quant à elle :

$$W = C_1(I_1 - 3) + C_2(I_1 - 3)^2 + C_3(I_1 - 3)^3, \quad (\text{III - 2.37})$$

L'expression de G est alors :

$$G = |W + p - 2(C_1\lambda^2 + 2C_2\lambda^2(I_1 - 3) + 3C_3\lambda^2(I_1 - 3)^2)| \quad (\text{III - 2.38})$$

avec

$$p = 2\lambda^{-4}[C_1 + 2C_2(I_1 - 3) + 3C_3(I_1 - 3)^2] \quad (\text{III - 2.39})$$

Les courbes de la figure III - 2.7 illustrent ces propos. Retenons du calcul analytique de G que cette grandeur et le CED sont les seuls dont le comportement diffère de manière significative en traction équibiaxiale par rapport à la traction uniaxiale et au cisaillement pur.

2.2.2 Application aux éprouvettes de la campagne d'essais

2.2.2.1 Méthodologie

Le calcul numérique des différentes grandeurs a été réalisé à l'aide du code de calcul par éléments finis Abaqus. Les figures III - 2.8 et III - 2.9 présentent les maillages utilisés. L'éprouvette Diabolo est maillée par des éléments axisymétriques mixtes (déplacement, pression) à quatre points d'intégration. Ici, le maillage est réalisé avec 551 nœuds et 464 éléments. La sollicitation est appliquée par un déplacement de corps rigide de la tête de l'éprouvette correspondant à une élongation égale à 3. L'éprouvette Diabolo est maillée par des éléments volumiques briques

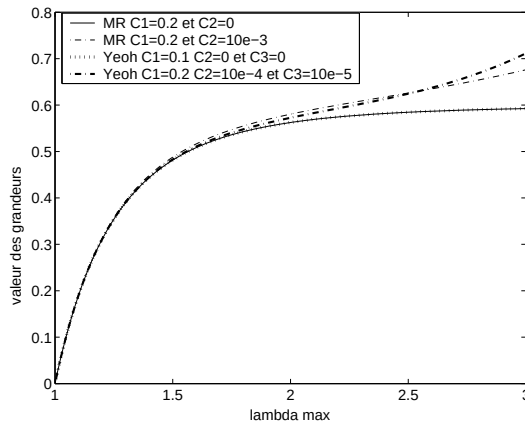
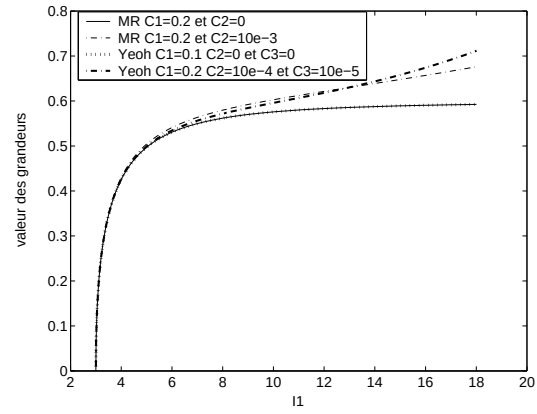
(a) Évolution de G en fonction de λ_{max} .(b) Évolution de G en fonction de I_1 .

FIG. III -2.7 – Cas de la traction équi biaxiale. Densité d'énergie de déformation de Mooney-Rivlin et de Yeoh.

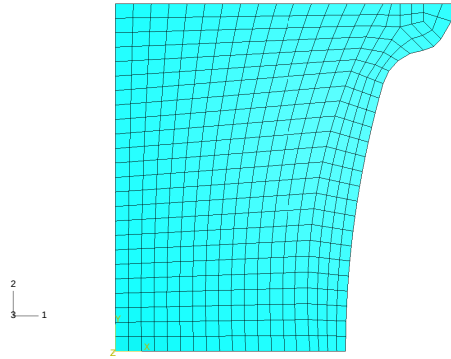


FIG. III -2.8 – Maillage axisymétrique de l'éprouvette Diabolo.

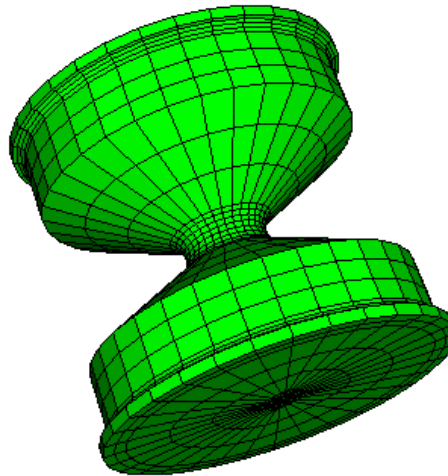


FIG. III -2.9 – Maillage de l'éprouvette AE2.

mixtes (déplacement, pression) à huit points d'intégration. Le maillage comprend 5837 nœuds et 4736 éléments. Le chargement appliqué consiste en une rotation de l'insert supérieur de 180° ,

l'insert inférieur étant encastré. La loi de comportement utilisée est celle de Mooney-Rivlin quasi-incompressible avec les paramètres matériels suivants : $C_1 = 0,2$, $C_2 = 6.10^{-3}$ et $K = 10^3$. Seuls $\sigma_{\max}$ et W sont des données de sortie standards du code de calcul. Ainsi, $\lambda_{\max}$, le CED et G sont calculés à chaque pas de temps par une sous-routine utilisateur UVARM afin d'être visualiser en post-traitement. Concernant le calcul du CED, il est obtenu en sommant les incréments de CED de chaque pas de calcul. L'incrément de CED est défini par le produit simplement contracté du tenseur des contraintes de Cauchy avec le tenseur exprimant la variation de la déformation logarithmique entre les pas de temps précédent et actuel. Le CED correspond à la somme de ces incréments. Lorsque que le champ de déformation est multiaxial, le CED est donc un tenseur d'ordre 2 et la grandeur scalaire d'endommagement équivalente est la plus grande valeur propre de ce tenseur. En fait, dans le cas de chargement proportionnel, se placer dans les directions principales et utiliser la plus grande valeur propre revient à suivre une approche par plans critiques. En effet, si dans les métaux plusieurs paramètres régissent la fissuration (cisaillement et contrainte normale), dans les élastomères on recherche seulement une grandeur d'ouverture de fissure. Ainsi, pour déterminer le plan de fissuration dans les métaux, il est nécessaire de projeter la grandeur choisie sur les différents plans de l'espace afin d'identifier celui qui la maximise, d'où le nom d'approche par plans critiques. Dans les élastomères, la normale au plan de fissuration est une des directions principales de la base dans laquelle sont exprimées les diverses grandeurs.

Pour valider l'implantation des grandeurs dans le code de calcul, nous avons vérifié que le calcul numérique reproduit les solutions analytiques pour les cas simples de chargement en effectuant le calcul sur une brique linéaire à 8 nœuds et à pression constante. L'objectif ici est de calculer numériquement ces grandeurs d'endommagement sur une structure pour laquelle les zones d'endommagement en fatigue sont connues.

2.2.2.2 Traction uniaxiale sur éprouvette Diabolo

Dans un premier temps, le calcul porte sur une éprouvette Diabolo en traction uniaxiale. Avant de présenter les résultats des calculs, nous rappelons ici la localisation des zones endommagées en fatigue uniaxiale. Comme le montre la figure III - 2.10, la première zone (1) se situe à mi-hauteur de l'éprouvette, au voisinage de la surface extérieure. Dans cette zone apparaissent les fissures qui se propagent dans le plan de la section ou sous forme de branches. La seconde zone (2) correspond à des piqûres qui apparaissent en surface, proche des têtes et qui, une fois apparues en surface, cessent de propager. La troisième zone (3) d'endommagement se caractérise par la fissuration interne qui apparaît dans l'élastomère en décrivant un anneau au voisinage des inserts métalliques. Les zones d'endommagement étant rappelées, les résultats du calcul de chaque grandeur peuvent être présentés, pour différentes elongations.

La figure III - 2.11 est une cartographie de l'elongation maximale $\lambda_{\max}$ en fonction de l'elongation nominale. En début de chargement, la zone de plus grande elongation est la section centrale toute entière, puis elle se concentre au voisinage de la surface. Cette grandeur pose évidemment problème lorsque le comportement de la structure n'est pas homogène. Par exemple, nous avons vu que la microstructure de la peau dans le NR était différente de celle du cœur et que la peau pourrait être plus raide que le cœur. Si le maillage est réalisé avec une peau de propriétés mécaniques différentes du cœur, l'état local des déformations ne dépendant pas du comportement des zones maillées, il n'est pas possible d'étudier l'influence d'une peau sur la localisation de l'amorçage .

La figure III - 2.12 est une cartographie de la contrainte de Cauchy maximale $\sigma_{\max}$ en fonction de l'elongation nominale. À l'instar de l'elongation maximale, la contrainte maximale se concentre dans la section centrale et au voisinage de la surface. De plus, aux faibles elongations,

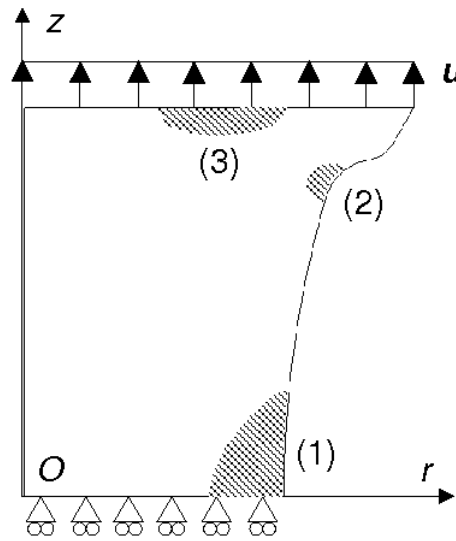


FIG. III -2.10 – Trois zones d'endommagement en chargement uniaxial (Veron et al., 2005).

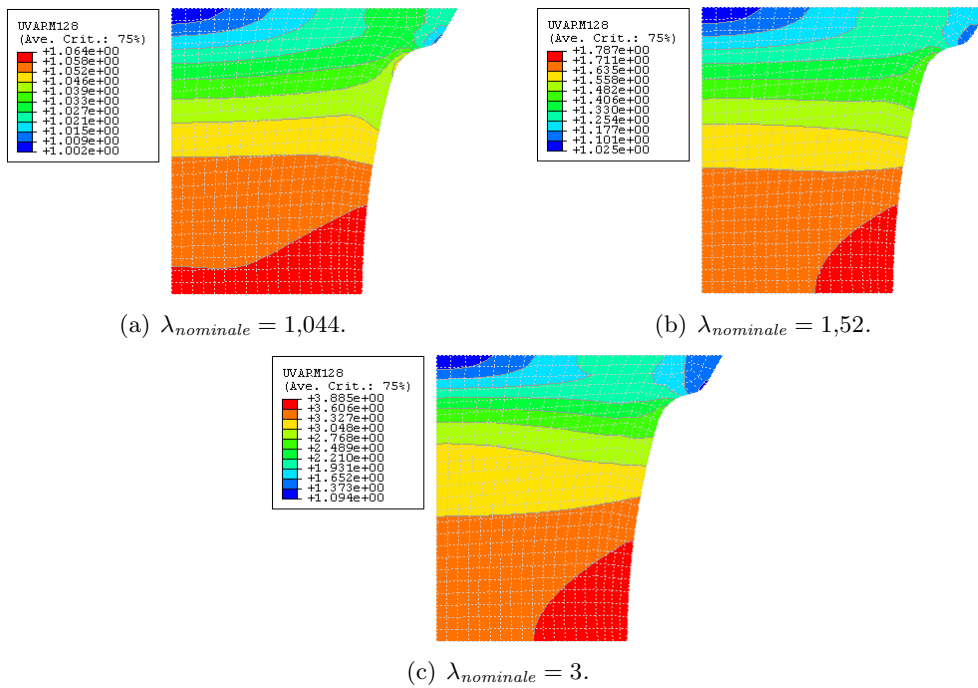


FIG. III -2.11 – Évolution du λ_{max} en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$.

le niveau de contrainte est également élevé dans la zone du congé de raccordement en têtes d'éprouvette. Cette zone de petite taille pourrait expliquer la présence de piqûres et le fait que ces piqûres ne se propagent pas en profondeur. Ce résultat montre l'intérêt de prendre en compte le champ de contrainte en plus du champ de déformation. En effet, les zones sujettes à cavitation en tête ne peuvent être localisées par l'élongation maximale, car son niveau y est faible alors que le niveau de contrainte est important.

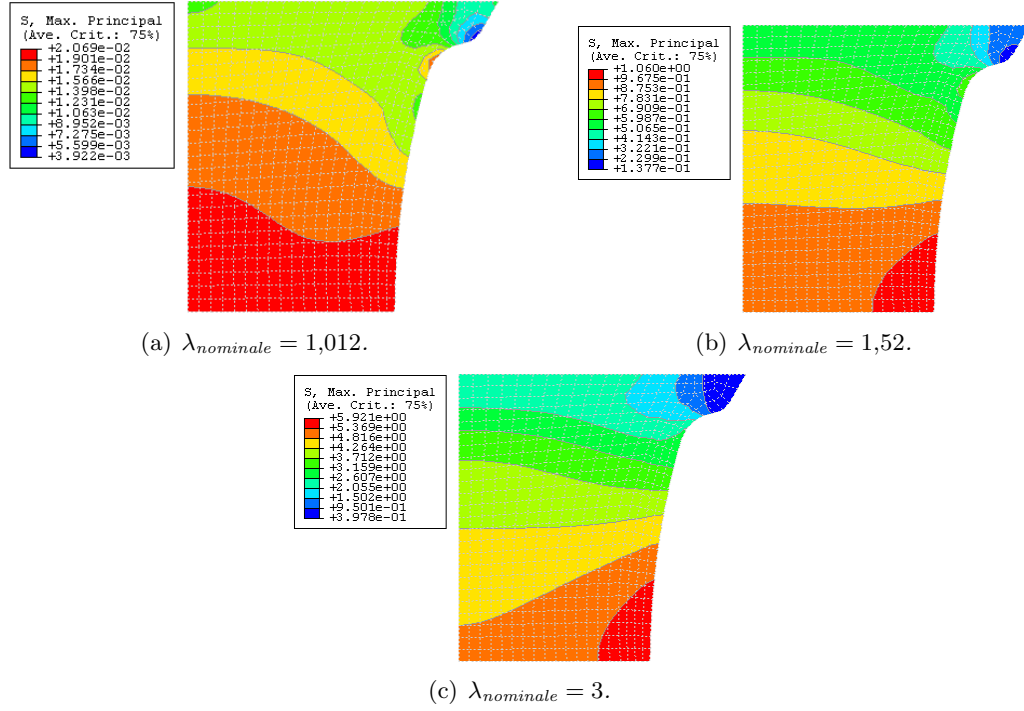


FIG. III - 2.12 – Évolution de σ_{max} en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$.

La figure III - 2.13 est une cartographie de la densité d'énergie de déformation W en fonction de l'élongation nominale. Dans ce cas, seule la zone d'endommagement de la section centrale, au voisinage de la surface, correspond à un niveau important de densité d'énergie de déformation. Notons également que le centre de la section en têtes d'éprouvette est de faible niveau de densité d'énergie de déformation. Ce phénomène traduit la contribution de l'élongation à W .

La figure III - 2.14 est une cartographie de la densité d'énergie de fissuration CED en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$. Comme pour W , le CED présente une zone de faible niveau au centre de la section en têtes d'éprouvette. Aux faibles élongations, il est de niveau élevé dans la zone correspondant au congé de raccordement en têtes d'éprouvette. Comme W , le CED prédit la zone la plus endommagée à mi-hauteur de l'éprouvette, concentrée au voisinage de la surface.

Enfin, La figure III - 2.15 est une cartographie de la grandeur G qui met en évidence la zone du congé de raccordement en têtes d'éprouvette aux faibles élongations ; elle prédit également une zone endommagée dans la partie centrale au voisinage de la surface. De plus, cette grandeur se différencie de toutes les autres, puisqu'elle n'est pas minimale au centre de la section en tête d'éprouvette. Elle met en évidence qu'une zone située sous les inserts est propice à la croissance de défauts. En fait, G dépend du champ de déformation mais aussi de la partie sphérique de la contrainte, ce qui permet de prédire la croissance de défauts dans les zones de faible élongation.

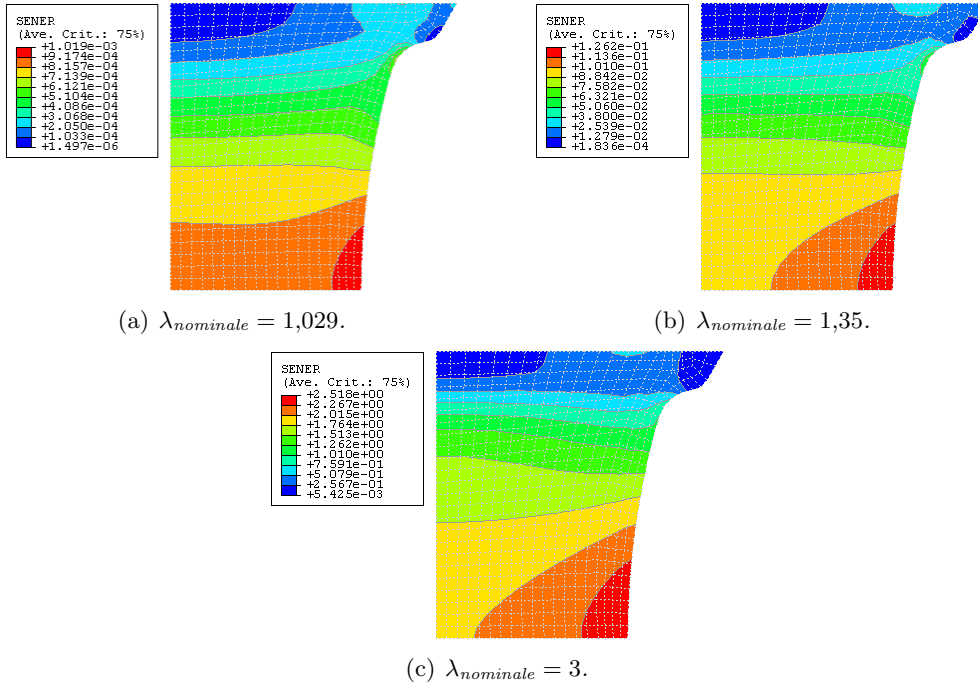


FIG. III - 2.13 – Évolution de la densité d'énergie de déformation W en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$.

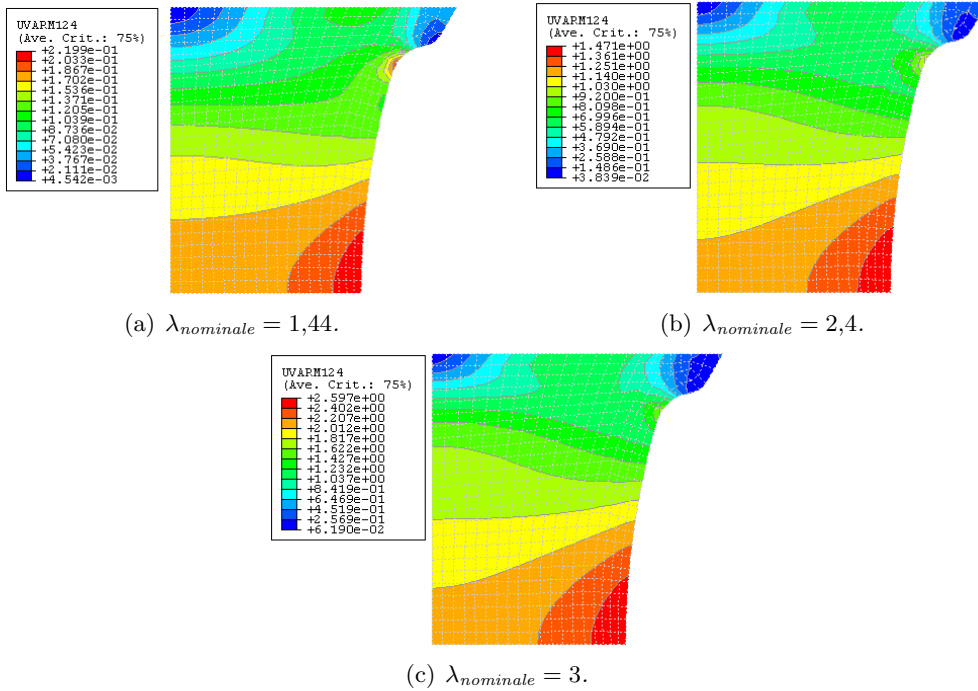


FIG. III - 2.14 – Évolution de la densité d'énergie de fissuration CED en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$.

Cette grandeur est celle qui prédit le mieux les zones endommagées. De plus, elle est la seule qui, fondée sur un formalisme bien établi, est physiquement motivée par l'identification des mécanismes de l'endommagement en fatigue des élastomères. Toutes ces raisons justifient le choix de G comme grandeur d'endommagement.

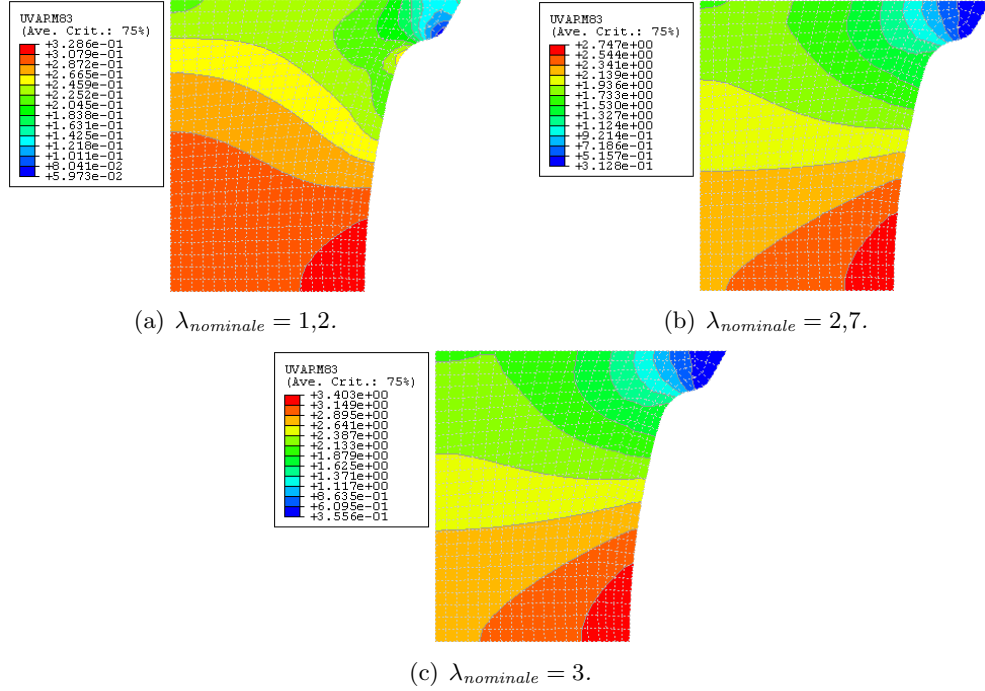


FIG. III - 2.15 – Évolution de la grandeur G , à partir du tenseur d'Eshelby en fonction de l'élongation nominale $\lambda_{nominale}$.

2.2.2.3 Torsion simple sur AE2

Rappelons tout d'abord que les zones d'endommagement sur éprouvettes AE2 en torsion simple se situent au voisinage de la surface, à mi-hauteur de l'éprouvette (voir le maillage figure III - 2.9). Nous allons donc calculer numériquement G sur une éprouvette AE2 volumique et l'orientation du plan de fissuration pour différents angles imposés à l'éprouvette. Concernant l'angle de fissuration, le premier article qui évoque l'orientation d'une fissure est celui de Beatty (1964), qui décrit, pour le cas de la fatigue uniaxiale, des fissures se propageant perpendiculairement à la déformation principale maximale. Par la suite, Saintier montrera que lorsqu'il y a rotation du repère principal, il est nécessaire de prendre en compte les rotations matérielles entre les configurations déformée et non-déformée afin de comparer l'angle mesuré des fissures dans l'état non-déformé avec celui prédit. Il est évident que cette démarche s'applique à toute grandeur eulérienne. Il est important de signaler que les mesures expérimentales d'angle de fissure se pratiquent systématiquement sur les éprouvettes dans l'état non-déformé. L'avantage de G est d'être issue du tenseur d'Eshelby qui est défini sur la configuration de référence. Le calcul de l'angle du plan de fissuration à l'état non-déformé est donc direct. Les figures III - 2.16 et III - 2.17 montrent les zones endommagées prédites par G . Contrairement à la traction uniaxiale sur éprouvette Diabolo, ici la zone endommagée est de petite taille et jouxte la surface à mi-hauteur de l'éprouvette quel que soit l'angle nominal imposé. En fait, toutes les grandeurs prédisent la

même zone endommagée.

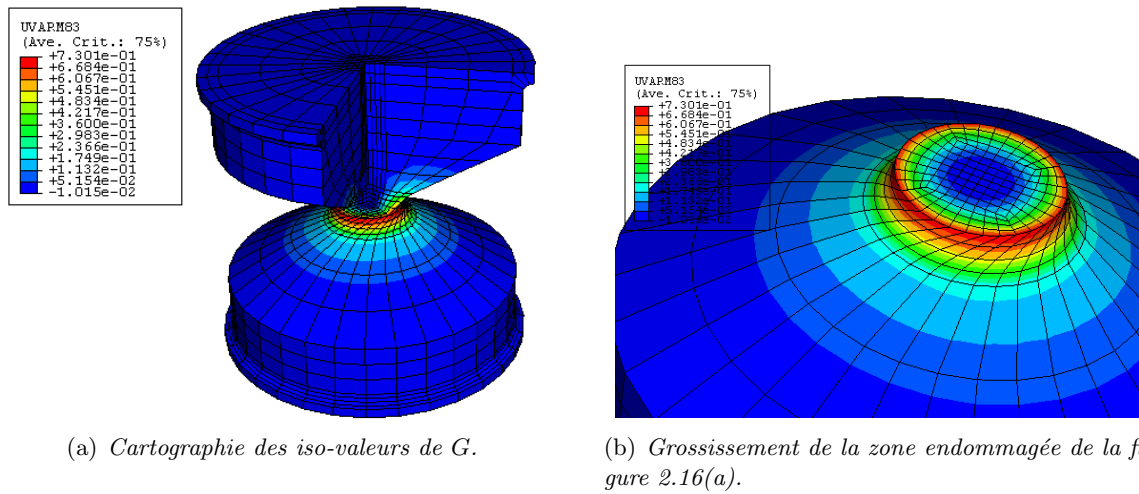


FIG. III -2.16 – Calcul de G pour une éprouvette AE2, l'angle imposé vaut 90° .

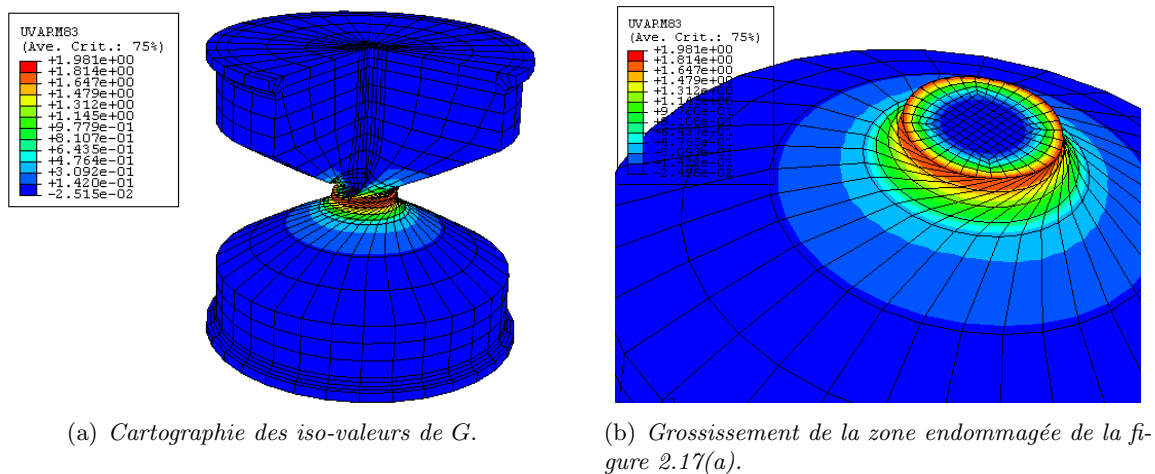


FIG. III -2.17 – Calcul de G pour une éprouvette AE2, l'angle imposé vaut 180° .

Enfin, l'orientation du plan de fissuration donné par le calcul G pour différents angles de torsion imposés à l'éprouvette AE2 est présentée sur la figure III -2.18. Comme indiqué par le schéma, la mesure de l'angle du plan de fissuration se fait relativement au plan de la section de l'éprouvette. Les mesures réalisées pour trois angles imposés à l'éprouvette montre d'une part la forte dispersion des mesures, d'autre part que les angles prédits sont du même ordre de grandeur que ceux mesurés. Il faut noter que la forte dispersion dans la mesure des angles dépend de l'échelle à laquelle est réalisée la mesure. En effet, nous avons montré précédemment (voir partie II, chapitre 3, section 3.2.1, p. 78) que les fissures mesurées à l'échelle macroscopique sont parfois issues de la coalescence de multiples fissures microscopiques. Entre les deux échelles, les angles des fissures peuvent varier de manière non négligeable. Dans notre cas, les angles ont été mesurés au MEB, sur des fissures microscopiques.

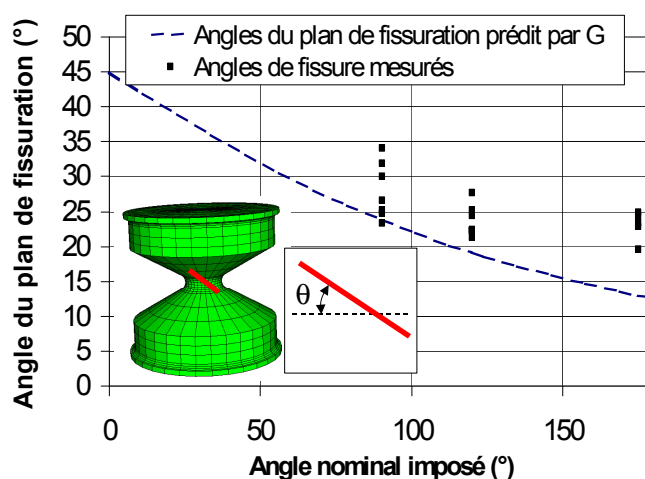


FIG. III - 2.18 – Comparaison des angles prédits par G et de ceux mesurés en fonction de l'angle nominal imposé à l'éprouvette AE2.

2.2.2.4 Prédiction de la durée de vie

La prédiction de la durée de vie se fait au travers de diagrammes de type Wöhler, construits à partir d'essais de fatigue et reliant la durée de vie à une grandeur d'endommagement calculée pour le cas de chargement considéré. En règle générale, la démarche de dimensionnement des pièces en fatigue consiste d'abord à caractériser le matériau en fatigue pour des cas de chargements simples. Ensuite, lors du calcul de structure, la zone la plus endommagée est identifiée par la valeur maximale de la grandeur choisie. Enfin, lorsque cette zone présente un état de chargement non-défini, l'enjeu est de se ramener à un état de chargement pour lequel la durée de vie est connue. Ceci nécessite l'emploi d'une grandeur d'endommagement équivalente qui traduise au mieux le chargement complexe local. L'idéal, comme l'a souligné Mars (2001) dans sa thèse, est de définir une grandeur « intrinsèque » à la fatigue des élastomères : une grandeur indépendante du cas de chargement considéré.

Notre objectif ici est donc de comparer l'évolution des différentes grandeurs en fonction du cas de chargement. Pour ce faire, nous avons associé la valeur des différentes grandeurs calculées numériquement dans la zone endommagée au nombre de cycles à l'amorçage dans le cas de la traction répétée sur éprouvette Diabolo, de la torsion répétée sur éprouvette AE2 et de la traction/compression sur éprouvette Diabolo. Le dernier cas de chargement est utilisé de manière à vérifier que la partie du cycle en compression n'endommage pas l'éprouvette. De plus, la comparaison n'a de sens que si le cas de chargement local est effectivement différent entre la traction nominale répétée (et la traction/compression) sur éprouvette Diabolo et la torsion nominale répétée sur éprouvette AE2. Pour nous en assurer, nous avons utilisé la valeur d'un critère de multiaxialité isotrope dans les zones endommagées. Il existe de nombreux critères de multiaxialité, dont la plupart sont directement issus des métaux. On retiendra entre autres, les critères en contrainte tels que le taux de biaxialité ($\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) dans le plan d'apparition de la fissure, ou le rapport de triaxialité utilisé dans les élastomères par André *et al.* (1999) (pression hydrostatique/contrainte de Von Mises). Ici, nous avons choisi d'utiliser le coefficient de biaxialité B de Mars (2001) établi en élongation. En fait, l'auteur définit le cas de chargement à partir des déformations logarithmiques principales dans le plan tangent à la surface, dans lequel

apparaissent les fissures :

$$B = \frac{\log \lambda_{\min}}{\log \lambda_{\max}}. \quad (\text{III} - 2.40)$$

B vaut $-0,5$ en traction uniaxiale, 0 en cisaillement pur et 1 en traction équibiaxiale. Pour la traction répétée et la torsion répétée, l'évolution de B est calculée aux noeuds situés en surface à mi-hauteur de l'éprouvette. Pour les deux essais, le chargement local n'évolue pas. Il correspond à de la traction simple dans le cas de la traction répétée sur éprouvette Diabolo et à du cisaillement pur dans le cas de la torsion répétée sur éprouvette AE2.

Le problème est que les éprouvettes Diabolo et AE2 ne permettent pas d'atteindre de telles conditions de chargement. De la figure III - 2.19 à la figure III - 2.23 sont présentés les résultats. Chacune de ces figures est un diagramme donnant l'évolution de la grandeur considérée en fonction du nombre de cycles à l'amorçage dans les trois cas de chargement évoqués précédemment. Chaque point représente une durée de vie moyenne calculée généralement sur trois essais de fatigue. Dans tous les cas, au moins deux essais ont été réalisés. Les résultats montrent que pour

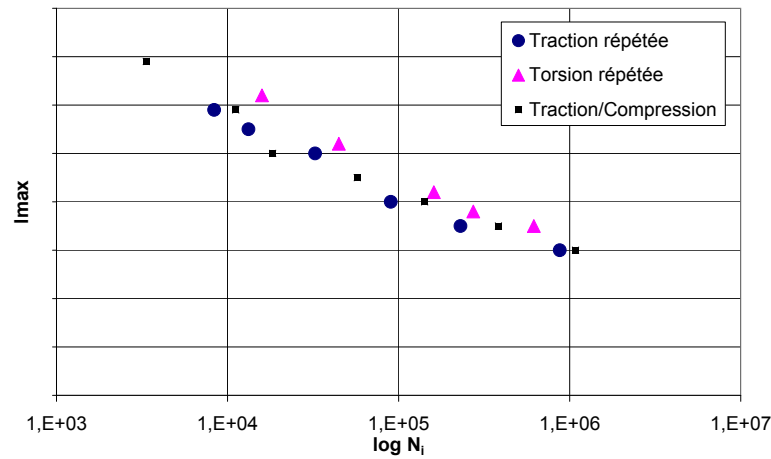


FIG. III - 2.19 – Calcul de $\lambda_{\max}$ en fonction du nombre de cycles l'amorçage macroscopique et du cas de chargement.

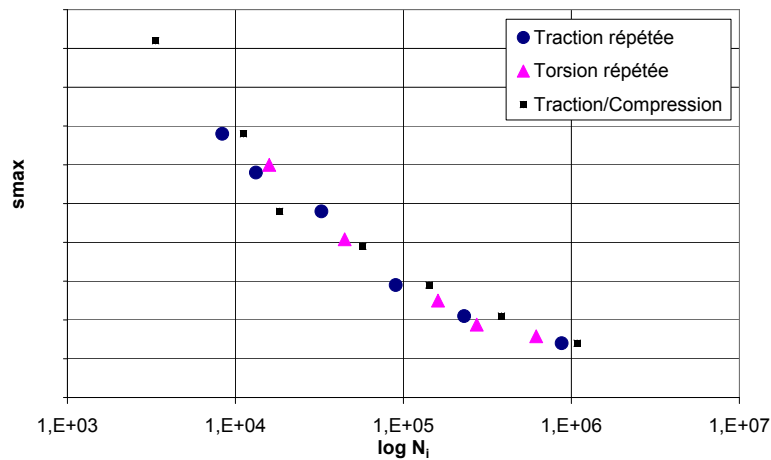


FIG. III - 2.20 – Calcul de $\sigma_{\max}$ en fonction du nombre de cycles l'amorçage macroscopique et du cas de chargement.

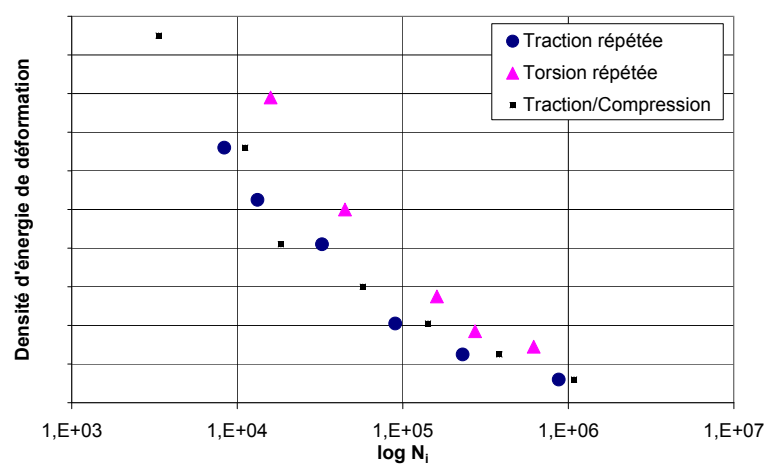


FIG. III - 2.21 – Calcul de W en fonction du nombre de cycles l'amorçage macroscopique et du cas de chargement.

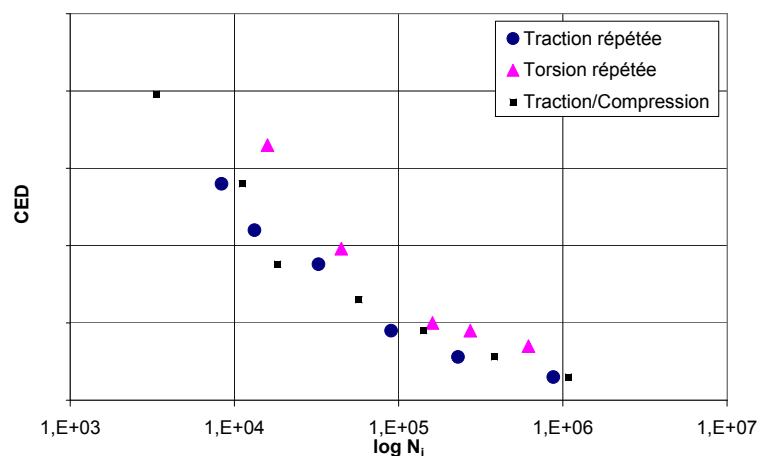


FIG. III - 2.22 – Calcul du CED en fonction du nombre de cycles l'amorçage macroscopique et du cas de chargement.

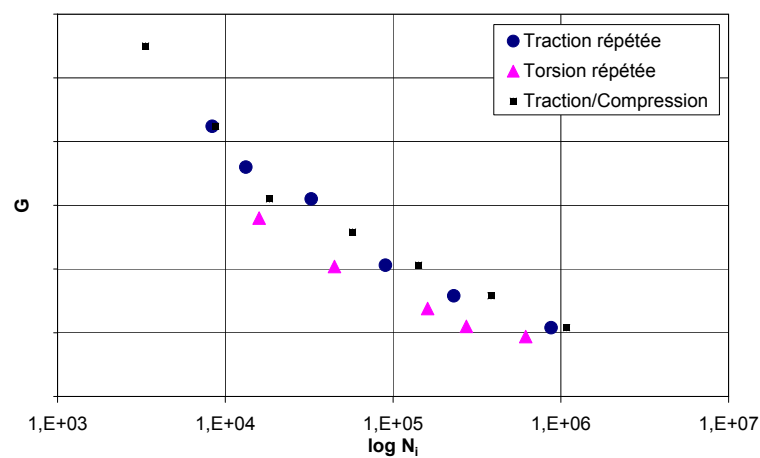


FIG. III - 2.23 – Calcul de G en fonction du nombre de cycles l'amorçage macroscopique et du cas de chargement.

toutes les grandeurs prises en compte jusqu'à présent, une seule courbe maîtresse moyenne suffit à prédire la durée de vie dans les cas de chargements locaux correspondant à la traction répétée, à la traction/compression, ainsi qu'à la torsion répétée. Ce résultat n'est pas suffisant pour généraliser à tous les cas de chargement. En fait, nous avons montré qu'en traction équibiaxiale, le CED et G se différencient des autres grandeurs en minimisant leur valeur (voir section 2.2.1, p. 156 de ce chapitre). Ceci fait de la traction équibiaxiale le cas chargement le plus discriminant. Or, les éprouvettes de la campagne d'essais ne permettent pas d'atteindre un tel niveau de multiaxialité. Certe, l'éprouvette AE2 présente une plus grande triaxialité que l'éprouvette Diabolo (André *et al.*, 1999), mais elle ne permet pas d'obtenir un chargement local équibiaxial dans la zone endommagée.

2.3 Bilan et perspectives

Au cours de ce chapitre, il a été question du choix de la grandeur d'endommagement qui soit la mieux adaptée à la fatigue des élastomères. Notre souci ici est de travailler à partir d'une grandeur qui prennent en compte les mécanismes physiques d'endommagement détaillés dans la seconde partie du mémoire, à savoir la croissance de défauts (fissures) microscopiques au sein du matériau, mais aussi à partir d'une formulation de type mécanique des milieux continus qui ne nécessite pas la prise en compte explicite de ces défauts. Parmi les différentes grandeurs classiquement utilisées, seule celle définie par Mars (2001) permet de prendre en compte la croissance de défaut, mais le formalisme proposé par l'auteur n'est pas clairement établi. Nous avons donc proposé de comparer ces grandeurs avec une grandeur G , développée au sein de l'équipe sur la base des mécanismes identifiés dans la seconde partie du présent mémoire. Cette grandeur découle directement de la mécanique d'Eshelby et permet, comme celle introduite par Mars, de tenir compte de la croissance de défauts au sein du matériau. La comparaison de cette grandeur aux autres, pour les cas de chargement ne dépendant pas de l'histoire de la déformation, montre qu'elle est celle qui prédit le mieux les zones endommagées en fatigue. En ce qui concerne la prévision de la durée de vie, les courbes reliant les valeurs des grandeurs pour la traction/compression, la traction répétée et la torsion répétée aux durées de vie se superposent dans tous les cas. Ce résultat n'est pas discriminant compte tenu du fait que les éprouvettes utilisées ne permettent pas d'induire un chargement équibiaxial dans les zones endommagées, mais une récente étude de Verron (2005) a montré qu'en traction uniaxiale et traction équibiaxiale, les courbes d'évolution du $\lambda_{\max}$ ne se superposent plus, alors qu'elles restent très proche dans le cas de G . Ce résultat, qui reste à confirmer dans le cas de chargements intermédiaires, n'en demeure pas moins prometteur.

Chapitre 3

Exemple industriel

Sommaire

3.1	Description du problème	173
3.2	Conditions du calcul	174
3.3	Résultats	174

Ce chapitre a pour but de calculer les différentes grandeurs d'endommagement dans le cas d'un palier en service. L'objectif est de comparer les zones endommagées prédites par ces grandeurs et de juger de leur aptitude à prédire les zones qui s'endommagent réellement au cours du fonctionnement du palier.

3.1 Description du problème

Comme son nom l'indique, une barre stabilisatrice pour véhicule automobile stabilise le véhicule lorsque celui-ci aborde un virage. Cette barre est fixée au véhicule par l'intermédiaire de paliers vissés sur le châssis. Classiquement, les paliers se composent d'une partie en élastomère, adhésiée sur la barre stabilisatrice et d'un étrier métallique emprisonnant l'élastomère. Le schéma de la figure III - 3.1 résume les conditions de sollicitations de la barre dans un virage. Ici, seules les parties élastomères des paliers sont représentées. Les déplacements ainsi que les angles de rotation calculés au niveau des parties en élastomère vont servir de données d'entrée à la modélisation des paliers en service.



FIG. III - 3.1 – Schéma de la barre stabilisatrice équipée de ses paliers sous chargement.

3.2 Conditions du calcul

Hypothèses de départ. La figure III -3.2 présente les différents éléments maillés du problème. Le chassis du véhicule sur lequel est vissé le palier est modélisé par une surface rigide en contact

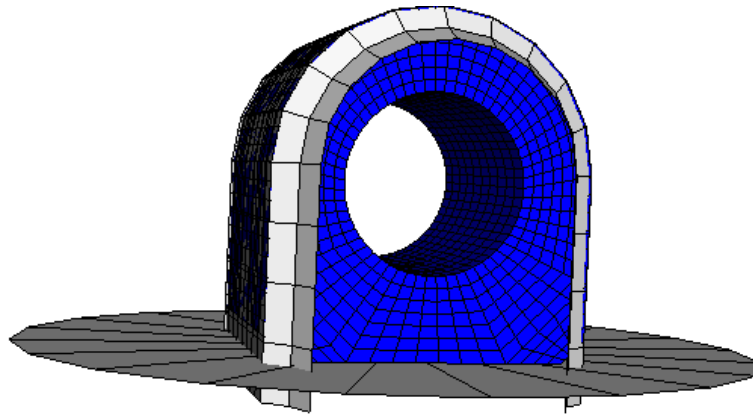


FIG. III -3.2 – *Maillage des différentes pièces.*

direct avec l'élastomère. La partie élastomère est maillée par des éléments volumiques briques mixtes (déplacement, pression) à huit points d'intégration. L'étrier est représenté par une surface rigide. Des conditions de frottement sont appliquées entre cet étrier et la partie élastomère. La barre, qui permet d'imposer le chargement est modélisée par une surface collée à la paroi interne de la partie élastomère. L'élastomère utilisé est un NR et la loi de comportement utilisée est polynomiale. Pour des raisons de confidentialité, les coefficients ne sont pas donnés ici. Nous attirons l'attention du lecteur sur le fait que nous faisons l'hypothèse simplificatrice forte suivante : l'endommagement ne dépend pas de l'histoire de la déformation, ce qui signifie que nous ne faisons pas la différence entre la fermeture de l'étrier puis le chargement en virage et les deux chargements appliqués simultanément.

Étapes du calcul. Avant toute chose, il est important de noter que lors de l'assemblage du palier, l'étrier vient comprimer la partie en élastomère. Ainsi, la première phase du calcul consiste à modéliser le montage de l'étrier. Ensuite, le chargement représentatif de celui généré en virage est appliqué aux paliers. Il consiste en une rotation maximale de 20° autour de $\vec{y}$ et d'un déplacement maximal de 4 mm suivant $\vec{z}$. Ces conditions de chargement sont illustrées sur la figure III -3.3

3.3 Résultats

Les résultats sont présentés de la figure 3.4(a) à la figure 3.4(d) sous la forme d'iso-valeurs des grandeurs d'endommagement calculées. Ici, nous nous intéressons simplement à la localisation de l'endommagement. À part $\lambda_{\max}$, toutes les valeurs des grandeurs indiquées sont normalisées. En fait, toutes les grandeurs calculées prédisent la même zone d'endommagement. Cette dernière est très localisée et se situe à l'interface entre la barre stabilisatrice et le palier, aux extrémités du palier. L'analyse des cas de rupture sur ce type de palier montre que cette zone est effectivement la plus endommagée du palier. Étant donné que les autres calculs réalisés sont confidentiels, nous ne fournirons pas davantage de résultats dans ce chapitre.

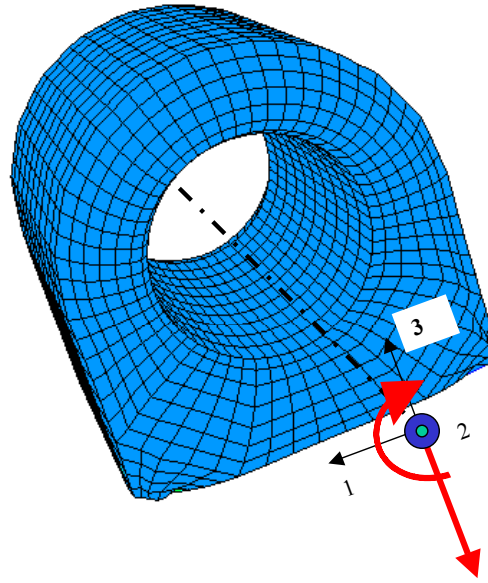


FIG. III -3.3 – Chargement du palier : rotation de 7° suivant l'axe $\vec{2}$, translation de 1 mm selon l'axe $\vec{3}$.

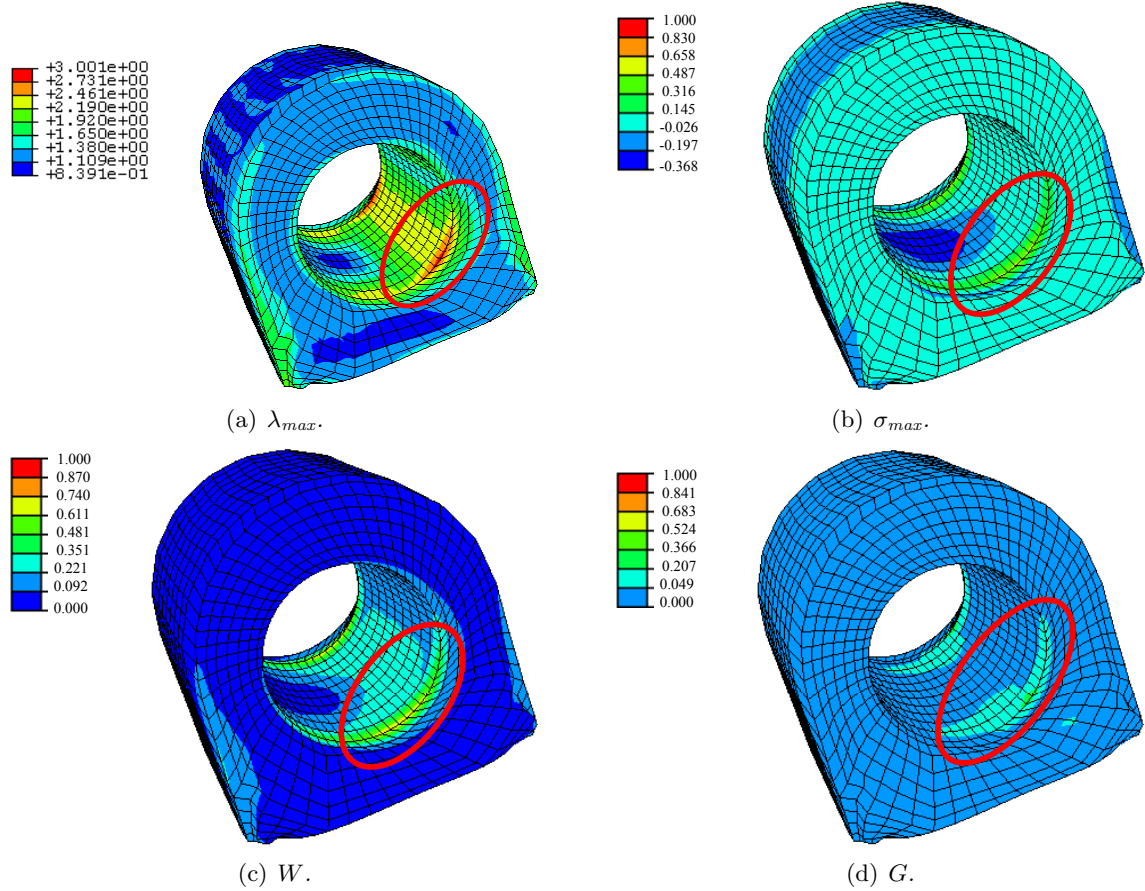


FIG. III -3.4 – Cartographie des iso-valeurs des différentes grandeurs d'endommagement. Localisation des zones endommagées.

Bibliographie

- Abraham, F., Alshuth, T., et Jerrams, S. (2001). The dependance of mean stress and stress amplitude of the fatigue life of elastomers. *Proceeding IRC 2001 (12-14 june), Birmingham, UK*.
- Abraham, F., Alshuth, T., et Jerrams, S. (2005). The effect of minimum stress and stress amplitude on the fatigue life of non-strain crystallising elastomers. *Mat. Design*, **26**, 239–245.
- André, N., Cailletaud, G., et Piques, R. (1999). Haigh diagram for fatigue crack initiation prediction of natural rubber components. *Kautsch. Gummi Kunstst.*, **52**, 120–123.
- Austrell, P.-E. et Kari, L., éditeurs (2005). *European Conference on Constitutive Models for Rubber*, Stockholm, Suède, 27-29 juin.
- Ball, J. M. (1982). Discontinuous equilibrium solutions and cavitation in nonlinear elasticity. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, **A306**, 557–610.
- Bathias, C., Houel, P., N’Faly Berete, Y., et Le Gorju, K. (1998). Damage characterization of elastomeric composites using X-ray attenuation. K. L. Reifsnider, D. A. Dillard, et A. H. Cardon, éditeurs, *Fatigue and fracture*, volume Progress indurability analysis of composite systems: Third International Conference, 1997, 103–110. Balkema.
- Beatty, J. R. (1964). Fatigue of rubber. *Rubber Chem. Technol.*, **37**, 1341–1364.
- Beatty, M. F. (1987). Topics in finite elasticity: hyperelasticity of rubber, elastomers, and biological tissues - with examples. *Appl. Mech. Rev.*, **40**, 1699–1734.
- Bonet, J. et Wood, R. D. (1997). *Nonlinear Continuum Mechanics for Finite Element Analysis*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Cadwell, S. M., Merril, R. A., Sloman, C. M., et Yost, F. L. (1940). Dynamic fatigue life of rubber. *Industrial and Engineering Chemistry (reprinted in Rubber Chem. and Tech. 1940;13:304–315)*, **12**, 19–23.
- Diani, J. (1999). *Contribution à l’étude du comportement élastique et de l’endommagement des matériaux élastomères*. Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- Fielding, J. H. (1943). Flex life and crystallisation of synthetic rubber. *Industrial and Engineering Chemistry*, **35**, 1259–1261.
- Fond, C., Lobbrecht, A., et Schirrer, R. (1996). Polymers toughened with rubber microspheres: an analytical solution for stresses and strains in the rubber particles at equilibrium and rupture. *Int. J. Fracture*, **77**, 141–159.
- Gent, A. N. et Lindley, P. B. (1959). Internal rupture of bonded rubber cylinders in tension. *Proc. R. Soc. London*, **A2**, 195–205.
- Gent, A. N. et Park, B. (1984). Failure processes in elastomers at or near a rigid spherical inclusion. *J. Mater. Sci.*, **19**, 1947–1956.
- Glinka, G., Shen, G., et Plumtree, A. (1995). A multiaxial fatigue strain energy density parameter related to the critical fracture plane. *Fatigue Fract. Eng. M.*, **18**, 37–46.

- Holzapfel, G. A. (2000). *Nonlinear Solid Mechanics. A continuum approach for engineering*. J. Wiley and Sons, Chichester.
- Hou, H. S. et Abeyaratne, R. (1992). Cavitation in elastic and elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **40**, 571–592.
- Legorju-Jago, K. et Bathias, C. (2002). Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers. *Int. J. Fatigue*, **24**, 85–92.
- Lu, C. (1991). *Etude du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement des élastomères en fatigue et en fissuration par fatigue*. Thèse de Doctorat, Conservatoire National des Arts et Métiers.
- Mars, W. V. (2001). *Multiaxial fatigue of rubber*. Thèse de Doctorat, University of Toledo.
- Mooney, M. (1940). A theory of large elastic deformation. *J. Appl. Phys.*, **11**, 582–592.
- Oberth, A. E. et Bruener, R. (1965). Tear phenomena around solid inclusion in castable elastomers. *Trans. Soc. Rheol.*, **9**, 165–185.
- Ogden, R. W. (1984). *Non-Linear Elastic Deformations*. Ellis Horwood, Chichester.
- Raoult, I., Bourgeois, M., et Stolz, C. (2003). Durabilité des élastomères. *Actes du sixième colloque national en calcul des structures, tome I*, 397–403, Giens, France.
- Rivlin, R. S. (1948). Large elastic deformation of isotropic materials - IV. Further developments of the general theory. *Philos. T. Roy. Soc. A*, **241**, 379–397.
- Roberts, B. J. et Benzies, J. B. (1977). The relationship between uniaxial and equibiaxial fatigue in gum and carbon black filled vulcanizates. **2**, 1–13.
- Robisson, A. (2000). *Comportement mécanique d'un élastomère chargé en silice. Etude de l'influence des charges et modélisation par une loi visco-hyperélastique endommageable*. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Saintier, N. (2000). *Prévisions de la durée de vie en fatigue du NR, sous chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Truesdell, C. (1966). *The Elements of Continuum Mechanics*. Springer Verlag, New-York.
- Verron, E. (2003). *Modélisation du comportement des structures et des matériaux élastomères*, volume Mémoire d'habilitation à diriger des recherches. Université de Nantes, École Centrale de Nantes.
- Verron, E. (2005). Prediction of fatigue crack initiation in rubber with the help of configurational mechanics. P.-E. Austrell et L. Kari, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber IV*, 3–8. Balkema.
- Verron, E., Le Cam, J.-B., et Gornet, L. (2005). A multiaxial criterion for crack nucleation in rubber. *Mech. Res. Commun.*, à paraître.
- Xie, J. (1992). *Etude de la fatigue et de la rupture des assemblages collés composite-élastomère*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris.
- Yeoh, O. H. (1990). Characterization of elastic properties of carbon-black-filled rubber vulcanizates. *Rubber. Chem. Technol.*, **63**, 792–805.

Conclusion générale

Le présent travail s'inscrit dans le cadre général de la fatigue des matériaux élastomères. Ce sujet a fait l'objet de nombreuses études ces dernières années, le plus souvent afin de prédire la durée de vie des pièces industrielles, notamment automobiles, soumises à des sollicitations cycliques en service. Cependant, une lecture attentive de la bibliographie conduit à une conclusion assez étonnante : très peu d'auteurs s'intéressent à la description des processus d'endommagement mis en jeu en fatigue dans ces matériaux. C'est pourquoi notre effort s'est particulièrement porté sur l'identification de la nature et de la chronologie des phénomènes physiques responsables de l'endommagement des élastomères sollicités en fatigue.

La première partie de ce mémoire a été consacrée en premier lieu à une présentation générale des matériaux élastomères et notamment de leurs propriétés mécaniques (p. 13), puis à l'état de l'art exhaustif des études expérimentales dédiées à la fatigue des élastomères (p. 27). Celui-ci nous a permis d'affirmer que le choix d'une grandeur macroscopique permettant de mesurer l'endommagement dans le matériau nécessite de connaître et de comprendre les phénomènes physiques d'endommagement mis en jeu en fatigue ; cette constatation a motivé la suite de nos travaux.

La seconde partie représente le cœur de l'étude et s'intéresse donc à la détermination de ces phénomènes physiques. Tout d'abord les deux matériaux avec lesquels nous avons travaillé sont présentés (p. 57) : un caoutchouc naturel (NR) et un copolymère butadiène styrène (SBR) chargés de noirs de carbone en même proportion. La principale différence entre ces deux matériaux est que l'un cristallise sous contrainte (NR), l'autre non (SBR). Ensuite, les différents types de fissuration observés à l'échelle macroscopique (échelle de l'éprouvette) ont été identifiés et classés en fonction du cas de chargement appliqué (p. 71). Diverses méthodes expérimentales d'investigation à l'échelle microscopique ont été ensuite utilisées afin de situer l'amorçage sur l'échelle de temps d'un essai de fatigue et d'identifier la taille critique de défaut conduisant à la fissuration (p. 87). Dans le chapitre suivant, nous nous sommes intéressés au phénomène de propagation (p. 111), une méthode expérimentale originale nous a ainsi permis de déterminer le mécanisme de propagation de fissure de fatigue dans le caoutchouc naturel et d'expliquer la morphologie des faciès de rupture. Cette même méthode a été appliquée au cas du SBR, le mécanisme de propagation a également été déterminé. De plus, la comparaison entre ces deux mécanismes a mis en lumière l'influence de la cristallisation sous contrainte sur la propagation des fissures de fatigue dans les élastomères.

Finalement, la troisième partie du mémoire présente une première application de nos travaux (p. 145). Ainsi, à partir des phénomènes observés, une grandeur d'endommagement originale fondée sur la théorie générale de la mécanique d'Eshelby a été développée au sein de l'Équipe et quelques investigations préliminaires ont été menées au cours de cette thèse : comparaison avec des grandeurs plus classiques au travers de solutions analytiques (p. 156), prédiction de la durée de vie pour les essais considérés dans notre étude (p. 169) et première application sur un

problème industriel (p. 173).

De ces travaux sur la fatigue des élastomères se dégagent plusieurs résultats originaux. A notre avis, deux contributions majeures ont été ici proposées :

- D’une part, les mécanismes de propagation des fissures de fatigue dans un élastomère qui cristallise sous contrainte et dans un qui ne cristallise pas ont été entièrement établis. Les différentes étapes élémentaires constituant le scénario de propagation dans le caoutchouc naturel permettent d’expliquer de manière très précise la morphologie des faciès de rupture et notamment les mécanismes de formation des arrachements et des stries de fatigue. La comparaison avec le SBR a mis en lumière l’influence de la cristallisation sous contrainte sur la résistance à la propagation des élastomères. De plus, il a été aussi établi que pour les chargements considérés dans cette étude, l’amorçage de fissure à l’échelle microscopique peut avoir lieu dès les tous premiers cycles de l’essai de fatigue et que la phase de propagation proprement dite débute pour un nombre de cycles représentant moins d’un quart du nombre de cycles à fin vie (amorçage macroscopique). Ainsi, nous avons montré que l’amorçage de fissures de fatigue à l’échelle macroscopique traduit en fait un phénomène de propagation de fissure à l’échelle microscopique. Ce résultat avait été pressenti par certains auteurs, mais jamais démontré.
- D’autre part, l’étude détaillée des résultats expérimentaux de fatigue à l’échelle macroscopique et notamment l’observation des éprouvettes rompues a permis de déterminer les cinq types de fissuration élémentaires rencontrés dans les éprouvettes massives. Suivant les cas de chargement, un de ces types de fissuration est mis en jeu ou plusieurs types sont mis en compétition. Ces résultats ont été résumés de manière synthétique dans un diagramme de Haigh (p. 84).

De plus, trois résultats mineurs peuvent être aussi mentionnés :

- L’état de l’art concernant les essais de fatigue est exhaustif. Il mentionne notamment un certain nombre de résultats méconnus et met en lumière les carences des études menées depuis les années 40 ;
- La méthode expérimentale de micro-découpe qui a été développée permet de visualiser à l’aide d’un MEB l’endommagement de l’élastomère derrière le front d’une fissure de fatigue. Cette méthode est fondée sur un apport extérieur d’énergie (étirement de l’éprouvette et concentration du faisceau d’électrons) permettant de faire se propager artificiellement la fissure et de découvrir ainsi l’endommagement induit par la fatigue derrière le front. Son utilisation pour deux matériaux différents tend à prouver son efficacité et à envisager son utilisation pour d’autres polymères ;
- Finalement, les premiers résultats de simulation obtenus à l’aide d’une nouvelle grandeur d’endommagement (la contrainte configurationnelle principale minimale) dont le développement a été justifié par les résultats de notre étude sont très prometteurs et motivent la poursuite des travaux de l’équipe dans cette voie.

Les travaux menés lors de ces trois années soulèvent évidemment un certain nombre de questions sur chacun des aspects précédents. Ici, nous ne retiendrons que les deux perspectives qui nous paraissent les plus intéressantes. A court terme, la transition entre les phases d’amorçage et de propagation à l’échelle microscopique devra être étudiée. En effet, il a été montré que l’amorçage a lieu dès les premiers cycles et que la phase de propagation débute avant le premier quart de vie des éprouvettes. Il serait donc nécessaire de poursuivre les analyses par microtomographie à rayons X afin de déterminer les phénomènes mis en jeu entre ces deux étapes

et notamment d'établir si la propagation succède immédiatement à l'amorçage, c'est-à-dire si l'endommagement en fatigue peut-être vu comme un phénomène continu dans le temps.

A plus long terme, tout comme nos observations à l'échelle microscopique ont motivé le choix d'une grandeur (au sens de la mécanique des milieux continus) d'endommagement originale, une étude approfondie concernant la variation de volume lors des cycles de fatigue devra être menée à bien. En effet, les analyses pratiquées par micro-découpe et micro-tomographie ont mis en évidence de nombreux cas de décohésion entre la matrice élastomère et des oxydes de zinc. Il est tout à fait plausible que ce phénomène de décohésion ait lieu pour la très grande majorité des oxydes uniformément répartis dans la matrice et donc que ceci induise des variations locales de volume suffisamment importantes pour remettre en cause l'hypothèse d'incompressibilité classiquement adoptée à l'échelle macroscopique. Dans cette optique, des mesures de variation de volume lors des essais de fatigue sont envisagées.

Annexe A

Récapitulatif des différents essais de fatigue réalisés

Sommaire

A.1	Fatigue uniaxiale	184
A.1.1	Essai de compression répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	184
A.1.2	Essai de traction/compression à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	184
A.1.3	Essai de traction répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	185
A.1.4	Essai de traction répétée à effort imposé sur éprouvette Diabolo	185
A.1.5	Essais interrompus et jusqu'à rupture à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo en SBR	186
A.1.6	Essai de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	186
A.1.7	Essais de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo (élongation minimale fixée à 1,33)	188
A.1.8	Essais de traction/traction à effort imposé sur éprouvettes Diabolo	188
A.1.9	Essai interrompu à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo	189
A.2	Fatigue multiaxiale	190
A.2.1	Essais de torsion répétée à angle imposé sur éprouvettes AE2	190
A.2.2	Essais de torsion alternée à angle imposé sur éprouvettes AE2	191
A.2.3	Essais de traction/torsion répétées à déplacement et en angle imposé sur éprouvettes AE2 et déphasé de 180°	192

Cette annexe regroupe toutes les données sur les essais réalisés. Pour chaque essai sont indiqués le chargement appliqué, la fréquence du signal sinusoïdal.

A.1 Fatigue uniaxiale

A.1.1 Essai de compression répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo

TAB. III - A.1 – *Essais de compression répétée à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
CC-03-a	-10	0	2
CC-04-a	-10	0	2
CC-04-b	-10	0	2

A.1.2 Essai de traction/compression à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo

TAB. III - A.2 – *Essais de traction/compression à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TC-01-a	-10	50	0,5
TC-01-b	-10	50	0,5
TC-02-a	-10	15	2
TC-02-b	-10	15	2
TC-02-c	-10	15	2
TC-03-a	-10	30	1,5
TC-03-b	-10	30	1,5
TC-03-c	-10	30	1,5
TC-04-a	-10	20	2
TC-04-b	-10	20	2
TC-04-c	-10	20	2
TC-05-a	-10	10	3
TC-05-b	-10	10	3
TC-06-a	-10	25	1,5
TC-06-b	-10	25	1,5
TC-06-c	-10	25	1,5
TC-07-a	-10	40	1
TC-07-b	-10	40	1
TC-07-c	-10	40	1

A.1.3 Essai de traction répétée à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo

TAB. III - A.3 – *Essais de traction répétée à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TRD-01-b	0	20	2
TRD-02-b	0	15	2
TRD-02-c	0	15	2
TRD-03-b	0	30	2
TRD-03-c	0	30	2
TRD-04-a	0	35	2
TRD-04-c	0	35	1
TRD-05-a	0	40	1
TRD-05-b	0	40	1
TRD-06-a	0	10	5
TRD-06-c	0	10	5
TRD-07-a	0	60	0,5
TRD-07-b	0	60	0,5

A.1.4 Essai de traction répétée à effort imposé sur éprouvette Diabolo

TAB. III - A.4 – *Essais de traction répétée à effort imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TRF-01-a	0	300	5
TRF-01-b	0	300	5
TRF-01-c	0	300	5
TRF-02-a	0	500	2
TRF-02-b	0	500	2
TRF-02-c	0	500	2
TRF-03-a	0	750	1
TRF-03-b	0	750	1
TRF-03-c	0	750	1
TRF-03-cbis	0	750	1
TRF-03-e	0	750	1
TRF-04-a	0	600	2
TRF-04-b	0	600	2
TRF-04-c	0	600	2

A.1.5 Essais interrompus et jusqu'à rupture à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo en SBR

TAB. III - A.5 – *Essais interrompus et jusqu'à rupture à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo en SBR*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TRDINTSBR-06-a	0	25	0,5
TRDINTSBR-06-b	0	25	0,5
TRDINTSBR-06-c	0	25	0,5
TRDINTSBR-06-d	0	25	0,5
TRDINTSBR-06-e	0	25	0,5
TRDINTSBR-07-a	0	20	0,5
TRDINTSBR-07-b	0	20	0,5
TRDINTSBR-07-c	0	20	0,5
TRDINTSBR-07-d	0	20	0,5
TRDINTSBR-07-e	0	20	0,5
TRDINTSBR-08-a	0	17,5	1
TRDINTSBR-08-b	0	17,5	1
TRDINTSBR-08-c	0	17,5	1
TRDINTSBR-08-d	0	17,5	1
TRDINTSBR-08-e	0	17,5	1
TRDINTSBR-09-a	0	15	1,25
TRDINTSBR-09-b	0	15	1,25
TRDINTSBR-09-c	0	15	1,25
TRDINTSBR-09-d	0	15	1,25
TRDINTSBR-09-e	0	15	1,25
TRDINTSBR-10-a	0	13	1,5
TRDINTSBR-10-b	0	13	1,5
TRDINTSBR-10-c	0	13	1,5

A.1.6 Essai de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvette Diabolo

TAB. III - A.6 – *Essais de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo (élongation minimale fixée à 1,67)*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TTD10-01-a	10	70	0,5
TTD10-01-b	10	70	0,5
TTD10-01-c	10	70	0,5
TTD10-01-d	10	70	0,5
TTD10-02-a	10	60	1
TTD10-02-b	10	60	1
TTD10-02-c	10	60	1
TTD10-02-d	10	60	1
TTD10-03-a	10	50	1,5
TTD10-03-b	10	50	1,5
TTD10-03-c	10	50	1,5
TTD10-03-d	10	50	1,5
TTD10-04-a	10	40	2
TTD10-04-b	10	40	2
TTD10-04-c	10	40	2
TTD10-05-a	10	30	2
TTD10-05-b	10	30	2
TTD10-06-a	10	45	1,5
TTD10-06-b	10	45	1,5
TTD10-06-c	10	45	1,5
TTD10-06-d	10	45	1,5
TTD10-06-e	10	45	1,5

A.1.7 Essais de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo (élongation minimale fixée à 1,33)

TAB. III - A.7 – *Essais de traction/traction à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo (élongation minimale fixée à 1,33)*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	Fréquence Hz
TTD20-03-a	20	55	1,5
TTD20-04-b	20	60	1,5
TTD20-04-a	20	60	1,5
TTD20-05-b	20	70	1
TTD20-05-c	20	70	1
TTD20-05-a	20	70	1
TTD20-06-b	20	80	1,5
TTD20-06-c	20	80	1,5
TTD20-06-a	20	80	1,5

A.1.8 Essais de traction/traction à effort imposé sur éprouvettes Diabolo

TAB. III - A.8 – *Essais de traction/traction à effort imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	F _{min} N	F _{max} N	Fréquence Hz
TTF200-03-a	200	825	2
TTF200-03-b	200	825	2
TTF200-03-c	200	825	2
TTF200-01-a	200	900	2
TTF200-01-b	200	900	1,5
TTF200-01-c	200	900	1,5
TTF200-01-d	200	900	1,5
TTF200-02-a	200	1050	2,5
TTF200-02-b	200	1050	2,5
TTF200-02-c	200	1050	2,5

A.1.9 Essai interrompu à déplacement imposé sur éprouvette DiaboloTAB. III - A.9 – *Essais interrompus avant N_i à déplacement imposé sur éprouvettes Diabolo*

Référence	$L_{\min}$ mm	$L_{\max}$ mm	Fréquence Hz	Nombre de cycles	$\%N_i$ %
TRDINT-01-stat.	0	30	2	1	
TRDINT-01-stab.	0	30	2	5	
TRDINT-01-a	0	30	2		0,17
TRDINT-01-b	0	30	2		0,17
TRDINT-01-c	0	30	2		1,67
TRDINT-01-d	0	30	2		1,67
TRDINT-01-e	0	30	2		5
TRDINT-01-f	0	30	2		5
TRDINT-01-g	0	30	2		25
TRDINT-01-h	0	30	2		25
TRDINT-01-i	0	30	2		50
TRDINT-01-j	0	30	2		50
TRDINT-01-k	0	30	2		75
TRDINT-01-l	0	30	2		75

A.2 Fatigue multiaxiale

A.2.1 Essais de torsion répétée à angle imposé sur éprouvettes AE2

TAB. III - A.10 – *Essais de torsion répétée à angle imposé sur éprouvettes AE2*

Référence	$\theta_{\min}$ Deg.	$\theta_{\max}$ Deg.	Fréquence Hz
TOR-01-a	0	175	0,5
TOR-01-b	0	175	0,5
TOR-01-c	0	175	0,5
TOR-01-d	0	175	0,5
TOR-02-a	0	150	2
TOR-02-b	0	150	2
TOR-02-c	0	120	2
TOR-03-a	0	120	3
TOR-03-b	0	120	3
TOR-03-c	0	120	3
TOR-04-a	0	90	2
TOR-04-b	0	90	3
TOR-04-c	0	90	3
TOR-05-a	0	75	4
TOR-05-b	0	75	4
TOR-05-c	0	75	4
TOR-06-a	0	40	4
TOR-06-b	0	65	5
TOR-06-c	0	65	5

A.2.2 Essais de torsion alternée à angle imposé sur éprouvettes AE2

TAB. III - A.11 – *Essais de torsion alternée à angle imposé sur éprouvettes AE2*

Référence	$\theta_{\min}$ Deg.	$\theta_{\max}$ Deg.	Fréquence Hz
TOA-01-a	-120	120	0,5
TOA-01-b	-120	120	0,5
TOA-01-c	-120	120	0,5
TOA-02-a	-150	150	1,5
TOA-02-b	-150	150	0,5
TOA-02-c	-150	150	0,5
TOA-02-d	-150	150	0,5
TOA-03-a	-90	90	3
TOA-03-b	-90	90	3
TOA-03-c	-90	90	3
TOA-04-b	-60	60	3
TOA-04-c	-60	60	3
TOA-04-d	-60	60	3
TOA-04-e	-60	60	3
TOA-05-a	-75	75	3
TOA-05-b	-75	75	3
TOA-05-c	-75	75	3
TOA-06-a	-175	175	0,25
TOA-06-b	-175	175	0,25
TOA-06-c	-175	175	0,25

A.2.3 Essais de traction/torsion répétées à déplacement et en angle imposé sur éprouvettes AE2 et déphasé de 180°

TAB. III - A.12 – *Essais de traction/torsion répétées à déplacement et en angle imposé sur éprouvettes AE2 et déphasé de 180°*

Référence	L _{min} mm	L _{max} mm	$\theta_{\min}$ Deg.	$\theta_{\max}$ Deg.	Fréquence Hz
TORTRHP-01-a	0	7	0	105	2
TORTRHP-01-b	0	7	0	105	3
TORTRHP-02-a	0	20	0	100	2
TORTRHP-03-a	0	15	0	100	2
TORTRHP-03-b	0	15	0	100	3
TORTRHP-03-c	0	15	0	100	3
TORTRHP-03-d	0	15	0	100	3
TORTRHP-03-e	0	15	0	100	3
TORTRHP-03-f	0	15	0	100	3
TORTRHP-04-a	0	12,5	0	85	5
TORTRHP-04-b	0	12,5	0	85	4
TORTRHP-04-c	0	12,5	0	85	4
TORTRHP-04-d	0	12,5	0	85	4
TORTRHP-04-e	0	12,5	0	85	4
TORTRHP-04-f	0	12,5	0	85	4
TORTRHP-05-a	0	17,5	0	115	3
TORTRHP-05-b	0	17,5	0	115	2
TORTRHP-05-c	0	17,5	0	115	2
TORTRHP-05-d	0	17,5	0	115	2
TORTRHP-05-e	0	17,5	0	115	2
TORTRHP-05-f	0	17,5	0	115	2

Annexe B

Une autre mesure de l'endommagement

Sommaire

B.1 État de l'art sur la mécanique d'Eshelby	193
B.2 Formulation de la grandeur d'endommagement en fatigue	194

Cette annexe a pour objectif de présenter une grandeur multiaxiale d'endommagement des élastomères en fatigue développée au cours d'une étude de l'« équipe Élastomères » du Laboratoire. Cette étude est issue du constat que les grandeurs couramment utilisées en fatigue (élongation principale maximale, densité d'énergie de déformation) ne sont pas efficaces pour traiter des problèmes multiaxiaux (Mars et Fatemi, 2002). Récemment, Mars a proposé une approche qui tend à considérer l'élastomère peuplés de défauts, pouvant être vus comme autant de micro-fissures qui croissent sous chargement. Sur cette base, l'auteur a développé un nouveau critère qu'il nomme CED (Crack Energy Density) (Mars, 2001) et qui correspond à la part de l'énergie totale qui contribue à la croissance des micro-fissures. A notre avis, l'idée de Mars est prometteuse, mais la formulation de sa grandeur reste quant à elle discutable. L'approche que nous présentons ici a pour but de rationaliser le travail de Mars en utilisant la mécanique d'Eshelby. Cet annexe a été rédigée à partir des publications de Verron *et al.* (2005) et Verron (2005). Dans un premier temps, nous dressons un bref état de l'art sur la mécanique d'Eshelby, puis nous présentons la formulation de la nouvelle grandeur multiaxiale permettant de mesurer l'endommagement.

B.1 État de l'art sur la mécanique d'Eshelby

Comme nous l'avons mentionnée dans la seconde partie du mémoire, la fin de vie de la pièce élastomère est définie par l'apparition d'une fissure macroscopique en surface de l'éprouvette, ce qui correspond, à l'échelle microscopique, à la propagation de fissures. Ainsi, l'endommagement en fatigue est issu de la croissance de défauts sous chargement mécanique. Ces défauts peuvent être initialement présents au sein du matériau, ou apparaître du fait du chargement appliqué. De ce fait, le premier enjeu dans l'élaboration d'une grandeur d'endommagement est la prise en compte de ce phénomène. Le second enjeu est conditionné par l'exploitation industrielle de cette grandeur (son utilisation dans un code éléments finis), ce qui restreint sa formulation à une

quantité de la mécanique des milieux continus plutôt qu'à une grandeur issue de la mécanique de la rupture.

Étant donné que la distribution des défauts est aléatoire, il n'est pas possible (et c'est préférable) de les mailler. Il faut donc considérer un modèle homogène et la mécanique d'Eshelby (ou mécanique dans l'espace matériel) semble tout à fait appropriée à ce type d'analyse. Cette théorie, issue des travaux d'Eshelby (1951), introduit le tenseur moment d'énergie ou tenseur d'Eshelby afin d'étudier les forces s'exerçant sur des singularités ou des défauts. Le tenseur moment d'énergie fut étendu aux grandes déformations par Eshelby (1975) et Chadwick (1975). Plus récemment, la théorie générale de la mécanique dans l'espace matériel a été établie par Maugin (1993), Kienzler et Herrmann (2000) et Gurtin (2000).

Dans la plupart des études réalisées, le tenseur d'Eshelby est utilisé sous la forme d'une intégrale de contour, indépendante du chemin d'intégration (après contraction avec la normale à ce contour) qui permet de déterminer les forces configurationnelles (ou forces matérielles) qui s'exercent sur des singularités aussi diverses qu'un front de fissures, des inclusions ou des interfaces (Steinmann, 2000; Steinmann *et al.*, 2001; Gross *et al.*, 2003). De la même manière, il est possible d'améliorer les maillages lors d'analyses par éléments finis (Mueller et Maugin, 2002). En fait, les forces configurationnelles généralisent le concept du taux de restitution d'énergie de la mécanique de la rupture défini notamment par l'intégrale J (Rice, 1968). Le tenseur d'Eshelby est donc le plus souvent employé sous sa forme intégrée et rares sont les travaux qui s'intéressent à ses propriétés locales. En fait, la signification physique de ses composantes n'est discutée que depuis l'étude de Kienzler et Herrmann (1997). Par la suite, les invariants du tenseur d'Eshelby seront utilisés pour prédire la longueur et la direction de fissuration (Atkinson et Aparicio, 1999) et ses composantes serviront à l'élaboration d'un critère local de rupture (Kienzler et Herrmann, 2002).

B.2 Formulation de la grandeur d'endommagement en fatigue

Dans l'espace matériel, un élastomère peut être considéré comme un matériau dont les défauts sont uniformément répartis. Dans notre cas, nous dirons plutôt que la probabilité qu'un défaut soit présent est la même en tout point du matériau au repos. Nos observations ont montré que ces défauts étaient de nature diverse : agglomérat de noirs de carbone, inclusion minérale, vulcanisat surréticulé (essentiellement dans le SBR) et forte densité de cavités. Dans tous les cas, nous avons remarqué que la taille de ces défauts n'excédaient pas la taille critique de $400\ \mu\text{m}$ et qu'ils donnaient naissance à une fissure qui se propage jusqu'à la fin de vie de la pièce (apparition de la fissure en surface ou chute significative de la raideur). En fonction de la géométrie et des conditions de chargement du problème, toute l'énergie élastique emmagasinée n'est pas disponible pour faire croître les fissures. De ce fait, le taux de restitution d'énergie de chaque fissure microscopique doit être calculé en tout point afin d'identifier les zones propices à la propagation de ces fissures microscopiques.

Intéressons nous à présent à un corps dont le matériau est homogène, isotrope et incompressible, et de comportement hyperélastique dans la configuration de référence. Considérons ensuite le point matériel M tel que le montre la figure III - B.1(a). Dans l'espace matériel, tout point de ce corps a la même probabilité de présenter un défaut. Ainsi, la figure III - B.1(b) représente le voisinage de M et le défaut associé (le cercle gris). En M , le tenseur d'Eshelby s'écrit :

$$\Sigma = W\mathbf{I} - \mathbf{F}^T\Pi \quad (\text{III - B.1})$$

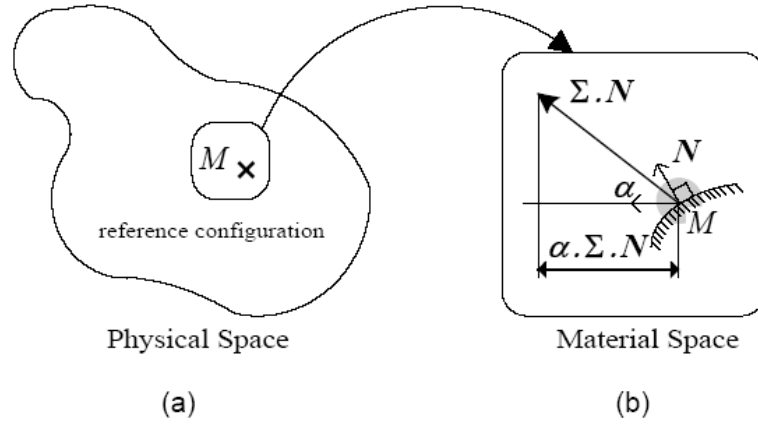


FIG. III - B.1 – Description du problème (a) dans l'espace physique où s'applique la mécanique de Newton, (b) dans l'espace matériel où s'applique la mécanique d'Eshelby.

ou encore en remplaçant $\mathbf{\Pi}$ par $J\mathbf{\Sigma}\mathbf{F}^{-T}$:

$$\mathbf{\Sigma} = W\mathbf{I} - \mathbf{S}\mathbf{C} \quad (\text{III - B.2})$$

où W est la densité d'énergie de déformation par unité de volume de la configuration de référence, $\mathbf{I}$ est le tenseur identité, $\mathbf{C}$ est le tenseur des dilatations de Cauchy-Green droit et $\mathbf{S}$ est le second tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff. Dans le cas général, W est une fonction à la fois du gradient de la transformation $\mathbf{F}$ et de la position de référence $\vec{X}$;

$$W = W(\mathbf{F}, \vec{X}) \quad (\text{III - B.3})$$

et $\mathbf{\Sigma}$ est symétrique relativement à $\mathbf{C}$:

$$\mathbf{\Sigma}\mathbf{C} = \mathbf{C}\mathbf{\Sigma}^T \quad (\text{III - B.4})$$

En considérant que le matériau est macroscopiquement homogène, la dépendance de la densité d'énergie de déformation W à la position de référence peut être omise dans l'équation (III - B.3). De plus, dans le cas d'un matériau élastique et isotrope, les tenseurs $\mathbf{C}$ et $\mathbf{S}$ sont coaxiaux et commutent, donc $\mathbf{\Sigma}$ est symétrique et l'équation (III - B.4) se réduit à :

$$\mathbf{\Sigma} = \mathbf{\Sigma}^T \quad (\text{III - B.5})$$

Dans le cas de matériaux supposés incompressibles et de comportement hyperélastique, la relation contrainte-déformation s'écrit, dans un formalisme lagrangien :

$$\mathbf{S} = -p\mathbf{C}^{-1} + 2\frac{\partial W}{\partial \mathbf{C}} \quad (\text{III - B.6})$$

où p est la pression hydrostatique. Dans le cas isotrope, la densité d'énergie de déformation ne dépend que des deux premiers invariants de $\mathbf{C}$:

$$I_1 = \text{tr}\mathbf{C} \quad \text{et} \quad I_2 = \frac{1}{2}[(\text{tr}\mathbf{C})^2 - \text{tr}(\mathbf{C}^2)] \quad (\text{III - B.7})$$

ainsi, l'équation (III - B.6) devient :

$$\mathbf{S} = -p\mathbf{C}^{-1} + 2\left(\frac{\partial W}{\partial I_1} + I_1\frac{\partial W}{\partial I_2}\right)\mathbf{I} - 2\frac{\partial W}{\partial I_2}\mathbf{C} \quad (\text{III - B.8})$$

dans laquelle $\partial W/\partial I_1$ et $\partial W/\partial I_2$ sont les fonctions matérielles. Finalement, le tenseur d'Eshelby, pour un matériau homogène, isotrope, incompressible et hyperélastique est donné par :

$$\Sigma = (W + p)\mathbf{I} - 2 \left(\frac{\partial W}{\partial I_1} + I_1 \frac{\partial W}{\partial I_2} \right) \mathbf{C} + 2 \frac{\partial W}{\partial I_2} \mathbf{C}^2 \quad (\text{III - B.9})$$

Une fois défini le tenseur d'Eshelby au point M , nous allons nous intéresser à ses propriétés locales. Considérons une surface unitaire passant par M de vecteur normal sortant $\vec{N}$ ainsi qu'un vecteur quelconque sortant $\vec{\alpha}$ (voir figure III - B.1(b)). D'après Kienzler et Herrmann (1997), la quantité scalaire $\vec{\alpha} \cdot \Sigma \cdot \vec{N}$ est la variation de la densité d'énergie totale au point M , due à la translation matérielle unitaire dans la direction $\vec{\alpha}$ de la surface unitaire de vecteur normal sortant $\vec{N}$. Notons que la définition de la variation de la densité d'énergie totale, fondée sur la mécanique des forces configurationnelles, est proche de la définition de la densité d'énergie de fissuration proposée par Mars (2001). La surface unitaire pour laquelle le maximum d'énergie est restituée est définie par son vecteur normal $\vec{N}$ comme :

$$\|\Sigma \cdot \vec{N}\| \quad \text{est maximum pour } \vec{N} = \vec{N} \quad (\text{III - B.10})$$

En d'autres termes, la norme du vecteur de traction matérielle est maximale pour la surface de vecteur normal $\vec{N}$. L'équation (III - B.10) peut s'écrire :

$$\|\Sigma \cdot \vec{N}\| = \sqrt{\vec{N} \cdot \Sigma^T \Sigma \cdot \vec{N}} \quad (\text{III - B.11})$$

Étant donné que Σ est symétrique, $\Sigma^T \Sigma$ est égal à Σ^2 et est un tenseur semi-défini positif. Ainsi, ses valeurs propres sont réelles, positives ou nulles, et ses trois vecteurs propres associés sont perpendiculaires entre eux. Par la suite, les valeurs propres de Σ^2 seront notées $(\Sigma_i^2)_{i=1,3}$. En fait, $(\Sigma_i)_{i=1,3}$ sont les valeurs propres réelles de Σ et le vecteur normal sortant $\vec{N}$ de l'équation (III - B.10) est l'un des vecteurs propres associés de Σ , identiques à ceux de Σ^2 . De plus, comme le corps tend à minimiser son énergie potentielle dans la croissance du défaut et que les forces matérielles traduisent par définition l'augmentation d'énergie, la traction matérielle doit être de sens opposé au vecteur normal $\vec{N}$. Ceci se traduit par l'expression :

$$\vec{N} \cdot \Sigma \cdot \vec{N} \leq 0 \quad (\text{III - B.12})$$

De ce fait, $\vec{N}$ est le vecteur propre qui correspond à la plus petite valeur propre de Σ . Si les trois valeurs propres sont positives, aucun vecteur $\vec{N}$ n'est défini, ceci s'apparente au cas où la fissure est fermée et aucune énergie n'est dissipée dans la croissance de ce défaut. En résumé, cette grandeur d'endommagement qui traduit la croissance de fissure dans les élastomères et que nous noterons G par la suite peut s'écrire :

$$G = |\min[(\Sigma_i)_{i=1,3}, 0]|, \quad (\text{III - B.13})$$

où $(\Sigma_i)_{i=1,3}$ sont les valeurs propres du tenseur d'Eshelby et $\Sigma = W\mathbf{I} - \mathbf{S}\mathbf{C}$. Si $G \neq 0$, le vecteur propre associé à la plus petite valeur propre négative de Σ est normal au plan de fissuration potentielle. Notons également que le repère principal dans lequel est exprimé ces valeurs propres est commun à Σ , $\mathbf{C}$ et $\mathbf{S}$. De ce fait, le vecteur propre associé aux valeurs propres maximales de $\mathbf{C}$, $\mathbf{S}$ et donc Σ est celui associé à la plus petite valeur propre de Σ . Ainsi, l'orientation du plan de fissuration peut tout aussi bien être définie en élasticité, sous chargement proportionnel et sans cumul sur le cycle, à partir de grandeurs telles que $\lambda_{\max}$ ou $\sigma_{\max}$. De ce fait, la prévision de l'orientation du plan de fissuration est donc une condition nécessaire mais non-suffisante pour valider la pertinence d'une grandeur d'endommagement.

Bibliographie

- Atkinson, C. et Aparicio, N. D. (1999). Fracture detection problems: applications and limitations of the energy momentum tensor and related invariants. *Int. J. Solids Struct.*, **36**, 4889–4899.
- Chadwick, P. (1975). Applications of an energy-momentum tensor in non-linear elastostatics. *J. Elast.*, **5**, 249–258.
- Eshelby, J. D. (1951). The force on an elastic singularity. *Phil. Trans. R. Soc. Lond.*, **A. 244**, 87–112.
- Eshelby, J. D. (1975). The elastic energy-momentum tensor. *J. Elast.*, **5**, 321–335.
- Gross, D., Kolling, S., Mueller, R., et Schmidt, I. (2003). Configurational forces and their application in solid mechanics. *Eur. J. Mech. Solids A/Solids*, **22**, 669–692.
- Gurtin, M. E. (2000). *Configurational Forces as Basic Concept of Continuum Physics*. Springer, Berlin.
- Kienzler, R. et Herrmann, G. (1997). On the properties of the Eshelby tensor. *Acta Mech.*, **125**, 73–91.
- Kienzler, R. et Herrmann, G. (2000). *Mechanics in Material Space*. Springer, Berlin.
- Kienzler, R. et Herrmann, G. (2002). Fracture criteria based on local properties of the Eshelby tensor. *Mech. Res. Commun.*, **29**, 521–527.
- Mars, W. V. (2001). *Multiaxial fatigue of rubber*. Thèse de Doctorat, University of Toledo.
- Mars, W. V. et Fatemi, A. (2002). A literature survey on fatigue analysis approaches for rubber. *Int. J. Fatigue*, **24**, 949–961.
- Maugin, G. A. (1993). *Material Inhomogeneities in Elasticity*. Chapman and Hall, London.
- Mueller, R. et Maugin, G. A. (2002). On material forces and finite element discretizations. *Comput. Mech.*, **29**, 52–60.
- Rice, J. R. (1968). A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *J. Appl. Mech.*, **35**, 379–386.
- Steinmann, P. (2000). Application of material forces to hyperelastostatic fracture mechanics. I. Continuum mechanical setting. *Int. J. Solids Struct.*, **37**, 7371–7391.
- Steinmann, P., Ackermann, D., et Barth, F. J. (2001). Application of material forces to hyperelastostatic fracture mechanics. II. Computational setting. *Int. J. Solids Struct.*, **38**, 5509–5526.
- Verron, E. (2005). Prediction of fatigue crack initiation in rubber with the help of configurational mechanics. P.-E. Austrell et L. Kari, éditeurs, *Constitutive Models for Rubber IV*, 3–8. Balkema.
- Verron, E., Le Cam, J.-B., et Gornet, L. (2005). A multiaxial criterion for crack nucleation in rubber. *Mech. Res. Commun.*, à paraître.