

Essais mécaniques sur éprouvettes fissurées

Introduction

Les précédents résultats de comportement et d'endommagement vont être complétés par une étude de la propagation des fissures dans le PVDF non plastifié. Dans ce but, des éprouvettes DENT (Double Edge Notched in Tension) et des éprouvettes SENB (Single Edge Notched in Bending) vont être employées. Dans un premier paragraphe, nous allons expliciter le choix de travailler en traction sur des éprouvettes doublement entaillées et non simplement entaillées. Ensuite, les résultats de traction sur les DENT seront présentés, puis les résultats de flexion sur SENB.

D.I Choix de la géométrie d'éprouvettes fissurées en traction

Dans la littérature, les éprouvettes SENT, c'est à dire simplement fissurées, semblent être plus utilisées par les expérimentateurs que les éprouvettes DENT (cf. Figure II.37). Elles ont en effet un avantage pour l'usinage qui est celui de n'avoir à réaliser qu'une seule fissure et de s'affranchir ainsi du risque que les deux fissures ne soient pas parfaitement alignées. Cet avantage expérimental mis à part, elle possède un problème majeur qui est de ne pas garantir un état de contrainte de traction pure dans tout le ligament non fissuré durant tout l'essai [Mai et Powell, 1991]. Il est possible en effet suivant la longueur de la fissure et les dimensions de l'éprouvette d'observer une rotation des deux moitiés de l'éprouvette.

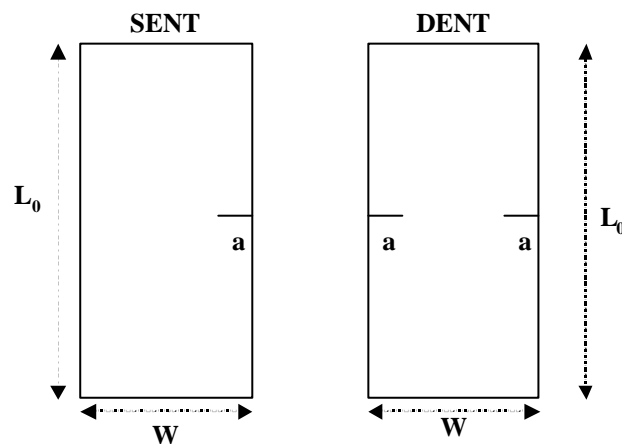


Figure II.37 Eprouvettes SENT et DENT

Afin de vérifier cette constatation expérimentale, on utilise le calcul par éléments finis pour montrer qu'une éprouvette SENT peut subir de la flexion en plus de la traction imposée. Par un calcul simple de type élastique, la réponse obtenue pour les deux types d'éprouvettes est comparée. Les conditions de chargement permettent d'imposer une vitesse de 10^{-3} s^{-1} . L'influence de la taille de l'éprouvette (plus précisément la longueur utile L_0), ainsi que l'influence de la longueur de la fissure sont également étudiées.

Les calculs sont réalisés jusqu'à 8% de déformation globale ($\Delta L / L_0$). Les seules données matériau sont le module d'Young $E = 1800 \text{ MPa}$ et le coefficient de Poisson $\nu = 0.38$. Les calculs utilisent la méthode numérique de Parks qui consiste à calculer le taux de libération d'énergie engendré pour une avancée infinitésimale de fissure [Parks, 1974]. Concernant le maillage des éprouvettes, il est nécessaire de signaler que seul un quart de l'éprouvette DENT est maillé du fait de la symétrie, alors que la moitié de l'éprouvette SENT est maillée. Cette distinction liée à la géométrie a une

conséquence non négligeable. En effet, sur la zone maillée de l'éprouvette DENT (cf. Figure II.38, et annexe II.4), on constate que par symétrie, un déplacement nul suivant U_1 est imposé pour l'axe de gauche. Par contre, pour l'éprouvette SENT, étant donné que l'éprouvette est maillée sur toute sa largeur, les deux axes sont libres de mouvement suivant cette même direction U_1 .

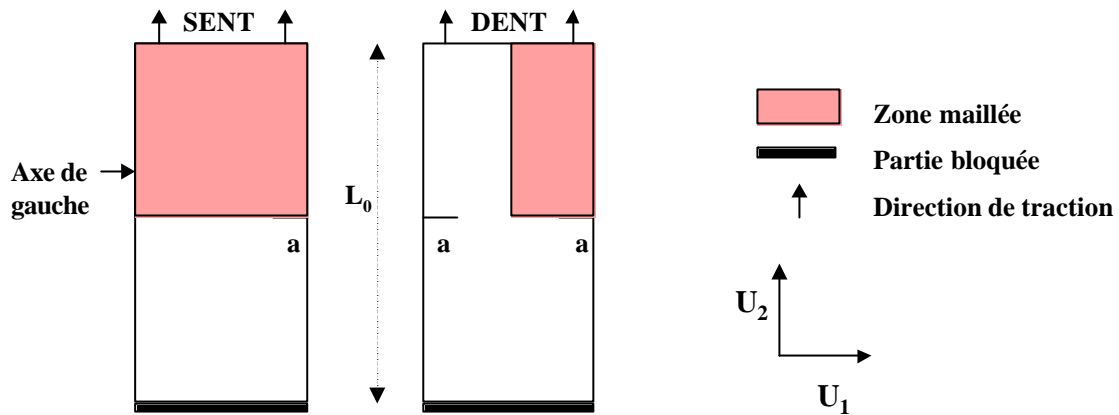


Figure II.38 Maillage des éprouvettes SENT et DENT

La conséquence de ce choix est présentée sur la figure II.39. Les deux maillages représentent une éprouvette SENT et DENT après 8% de déformation élastique. L'éprouvette SENT ne subit pas qu'un effort de traction (uniquement ouverture de l'entaille) mais également un effort de flexion.

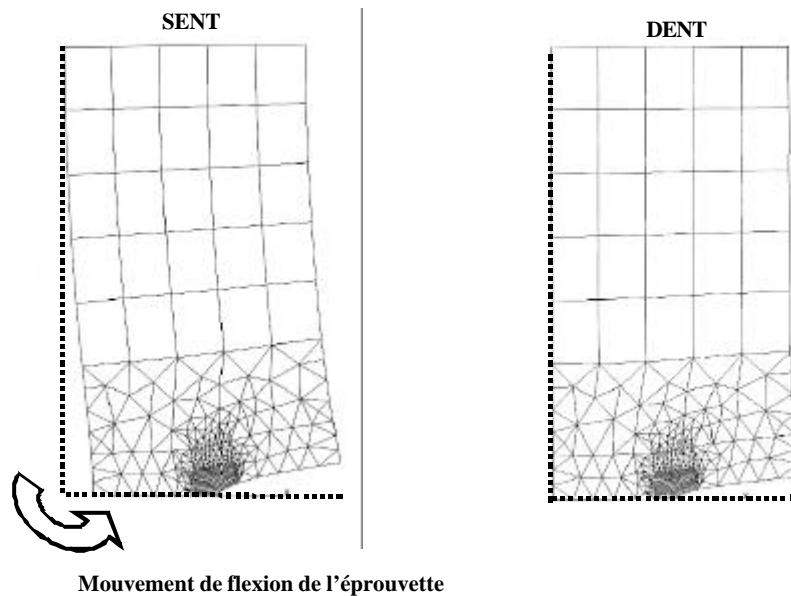


Figure II.39 Observation de la déformation de SENT et DENT soumises à un effort de traction

Pour le démontrer, il est possible de recalculer les facteurs géométriques établis par Tada et Paris (cf. Annexe I.2) pour des essais sur DENT et sur SENT en traction pure. La méthode numérique de Parks [Parks, 1974] permet le calcul de G , le taux de libération d'énergie, défini au chapitre I. Les valeurs sont données par unité d'épaisseur, puisque le calcul est réalisé en deux dimensions. On peut accéder aux valeurs de K , facteur d'intensité des contraintes, appelé ici K_{Parks} , calculé en conditions de déformations planes (16) :

$$K_{Parks} = \sqrt{\frac{2GE}{(1-\nu^2)}} \quad (16)$$

Signalons que le facteur 2 rajouté dans la formule (16) n'est valable ici que parce que le calcul de G numérique se fait sur une demi-structure.

Puis le facteur géométrique f_g peut être déterminé tel que définit par Tada et Paris [Tada et Paris,

$$1973] (17) : \quad K_{Tada} = \frac{P}{Wb} \sqrt{pa} f_g \quad (17)$$

avec P la charge, W la largeur, b l'épaisseur prise ici égale à 1, et a la longueur de la fissure.

L'étude a été menée pour différentes longueurs de fissure, mais il n'est présenté ici à titre d'exemple que les résultats pour $a/W = 0.5$ pour les deux types d'éprouvettes, pour différentes longueurs utiles (cf. *Tableau II.4*). K_{Parks} est déterminé par le calcul par EF, K_{Tada} est calculé avec la formule (17) en prenant $f_g = 1$. En égalisant K_{Parks} et K_{Tada} , on obtient f_g , qu'il est possible de comparer par rapport à celui des tables de Tada et Paris. En annexe II.4 sont donnés tous les résultats de tous les calculs.

	SENT				DENT			
$L_0/2$	G (MPa.mm)	K_{Tada} (MPa.mm ^{-1/2})	K_{Parks} (MPa.mm ^{-1/2})	f_g	G (MPa.mm)	K_{Tada} (MPa.mm ^{-1/2})	K_{Parks} (MPa.mm ^{-1/2})	f_g
10	76	11.5	18.0	1.55	54	13.4	15.0	1.12
15	114	12.2	22.0	1.79	62	14.1	16.1	1.14
20	147	12.7	24.8	1.95	67	14.6	16.8	1.15
30	199	13.5	29.0	2.15	72	15.2	17.4	1.14
40	240	14.0	31.7	2.27	74	15.4	17.7	1.14
50	270	14.3	33.7	2.34	76	15.6	17.9	1.14

Tableau II.4 Valeurs de G, K_{Parks} , K_{Tada} , et de f_g obtenues par calculs éléments finis pour $a/W = 0.5$ et différentes longueurs utiles

D'après les normes de Tada et al, $f_g = 1.18$ pour une éprouvette DENT avec $a/W = 0.5$. Les valeurs K_{Parks} comparées aux valeurs de K_{Tada} , pour un même rapport $a/W = 0.5$, donnent une valeur de f_g proche, entre 1.12 et 1.15. Ainsi, les calculs élastiques effectués ici donnent la même valeur que les tables généralement utilisées. Bien qu'en général les valeurs données dans les tables soient établies pour une longueur utile, ici la variation de L_0 ne semble pas avoir de grande influence.

En revanche, pour les éprouvettes SENT, f_g varie beaucoup suivant la longueur utile : il est compris entre 1.55 et 2.34, pour les deux longueurs utiles extrêmes. Cette première remarque indique déjà une première limitation de la validité de ce type d'éprouvette. De plus, d'après les tables de Tada, f_g pour les éprouvettes SENT est normalement de 3.05. Cette valeur est très supérieure à celles obtenues, quelle que soit la longueur utile. Or, la valeur de f_g pour ce type d'éprouvette en flexion pure est de 1.49 pour $a/W = 0.5$. Ainsi, la comparaison des valeurs des calculs et des valeurs théoriques indique qu'une éprouvette SENT subira simultanément des efforts de traction et des efforts de flexion. Découpler les deux états de contraintes est illusoire dans la mesure où ils dépendent de la longueur utile, comme on l'a vu. De même qu'il paraît difficile ensuite d'élaborer des théories de propagation. Ainsi, on choisira de ne travailler que sur des éprouvettes DENT, pour garantir le chargement de traction pure.

D.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées

D.II.1 Présentation des conditions expérimentales

Dans le paragraphe matériau de ce chapitre, on a déjà évoqué que les éprouvettes de traction doublement fissurées ont été prélevées dans l'épaisseur des tubes. Ainsi, les dimensions des éprouvettes sont en mm de 165x12x6, en sachant que la zone entre congés fait 110 mm. Pour mesurer le déplacement global des éprouvettes DENT, on dispose d'un LVDT. En complément, un capteur extensométrique type MTS est utilisé de part et d'autre de l'entaille, afin d'avoir une mesure plus précise du déplacement, c'est à dire de l'ouverture de l'entaille. La base de mesure du capteur extensométrique est de 6.2 mm (cf. Figure II.40). Le capteur est maintenu sur l'éprouvette à l'aide de deux ressorts ou de deux caoutchoucs. L'extensomètre sera également utilisé pour réaliser des essais en pilotage de vitesse d'ouverture. On pourra asservir la ligne du montage à une vitesse constante d'ouverture de fissure. En annexe II.2d sont données les conditions de fissuration.

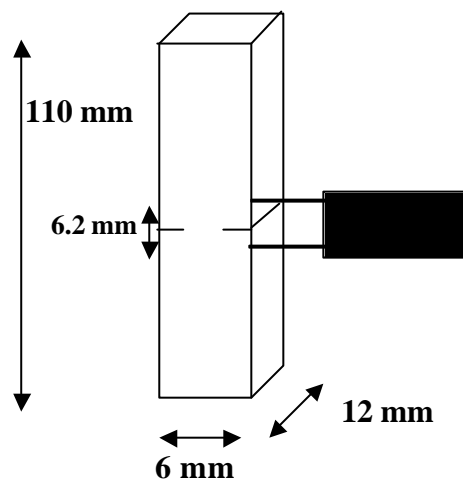


Figure II.40 Schéma d'une éprouvette DENT avec l'extensomètre de base de mesure 6.2 mm

Les essais de traction sur éprouvettes doublement fissurées ont été réalisés à trois températures, 20°C, 0°C et -20°C. Des essais en complément ont été réalisés à 35°C afin d'étudier plus en détails l'influence de la température sur le type de propagation obtenue. Nous reviendrons dans le chapitre microscopie sur les différents types de faciès en fonction de la température.

La vitesse de déplacement traverse choisie est de 0.15 mm/s. D'autres essais seront également réalisés en imposant la vitesse d'ouverture d'entaille à 0.01 mm/s. Cette vitesse correspond à la vitesse d'ouverture moyenne enregistrée par l'extensomètre avant la propagation au cours d'un essai réalisé à la vitesse LVDT de 0.15 mm/s (les courbes déplacement en fonction du temps pour le LVDT et l'extensomètre sont données en annexe II.5).

Les essais sont réalisés pour différentes profondeurs d'entaille a . Ainsi, les rapports a/B (c'est à dire profondeur de fissure sur épaisseur) seront en général entre 0.1 et 0.5. Le tableau II.5 suivant donne les différents essais réalisés avec les températures, les longueurs de fissure et les rapport a/B .

Essais	Température	2*a (mm)	B-a (mm)	a/B
AG28	35°C	2*0.5	4.84	0.17
AG29	35°C	2*0.82	4.3	0.28
AG31	35°C	2*1.3	3.15	0.45
AG4	20°C	2*0.2	5.6	0.07
AG5	20°C	2*0.75	4.5	0.25
AG6	20°C	2*1.125	3.75	0.38
AG12	20°C	2*1.375	3.25	0.46
AG20	20°C	2*0.3	5.4	0.07
AG30	20°C	2*0.7	4.55	0.25
AG32	20°C	2*1.3	3.17	0.455
AG 35	20°C	2*1.3	2.97	0.49
AG 36	20°C	2*0.55	4.53	0.19
AG 37	20°C	2*0.7	4.3	0.25
AG7	0°C	2*0.2	5.6	0.07
AG8	0°C	2*0.85	4.3	0.27
AG9	0°C	2*1.38	3.16	0.47
AG10	0°C	2*0.2	5.6	0.07
AG26	0°C	2*1.5	3	0.5
AG21	-20°C	2*1.2	3.35	0.41
AG22	-20°C	2*0.4	5.11	0.135
AG23	-20°C	2*0.8	4.31	0.27
AG24	-20°C	2*1.1	3.55	0.38
AG25	-20°C	2*1.38	3.20	0.46

Tableau II.5 Récapitulatif des essais sur DENT, les cellules grisées indiquent les essais réalisés en pilotage de déplacement de l'extensomètre

D.II.2 Résultats des essais de traction sur DENT

D.II.2.a Essais en pilotage de déplacement LVDT

Les résultats sur les différents graphiques vont être exprimés en terme de contrainte nette en fonction de la déformation nominale issue de la mesure de déplacement de l'extensomètre ($\Delta L / L_0$ avec ΔL l'ouverture et $L_0 = 6.2$ mm). La contrainte nette est définie comme (18) :

$$s_{\text{nette}} = \frac{\text{Force}}{W.(B - a)} \quad (18)$$

Dans un but de simplification, l'expression «ouverture de fissure» sera employée pour parler de déplacement extensométrique, même si l'expression peut paraître abusive. Le déplacement mesuré par l'extensomètre donne néanmoins une bonne approximation de l'ouverture de l'entaille en cours d'essai.

La figure II.41 présente les résultats des essais effectués à 20°C. Aux essais sur DENT est ajouté un essai sur éprouvette lisse afin de mieux voir l'évolution de la contrainte nette (égale à la contrainte nominale puisque $a = 0$) avec la profondeur d'une fissure. Pour un rapport a/B supérieur à 0.25, la contrainte nette maximale augmente peu.

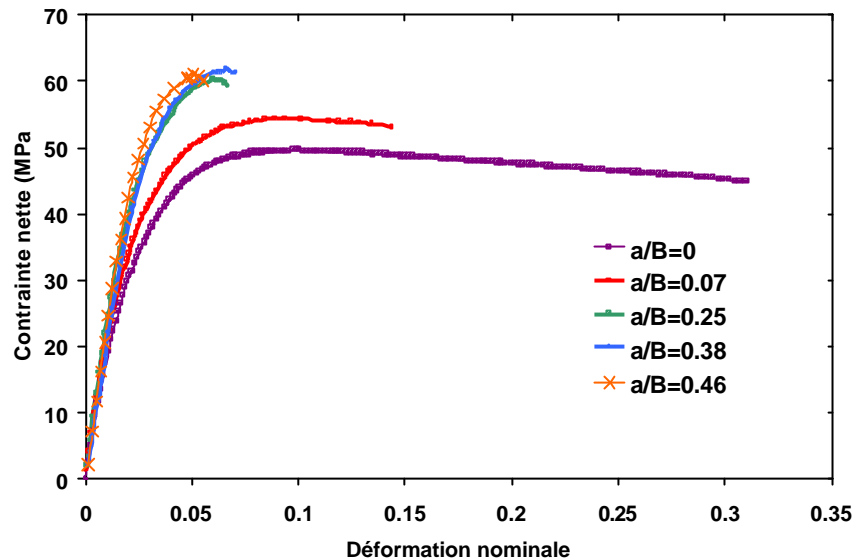


Figure II.41 Résultats des essais sur DENT à 20°C pour différents a/B , à 0.15 mm/s.

Les résultats à 35°C, 0°C et -20°C sont présentés en annexe II.5b. Dans certains cas, comme par exemple à -20°C pour l'essai noté AG22, l'extensomètre est resté collé sur l'éprouvette à cause du givre. Cet essai ne peut donc pas figurer sur les courbes puisque la déformation nominale présentée sur les graphiques est issue des mesures du capteur extensométrique. Dans ce cas pour la modélisation, seul le déplacement LVDT sera utilisé.

Les résultats suivants représentent pour une même longueur de fissure l'effet de la température (cf. Figure II.42). Comme précédemment l'influence de la température sur la rigidité du matériau est constatée. Sur cette même courbe, les résultats obtenus à 35°C ne sont pas présentés car aucun essai n'a été réalisé pour un rapport $a/B = 0.5$. À -20°C, la pente de la courbe est quasi linéaire ce qui témoigne de très peu de ductilité. Rappelons alors que dans le cas des éprouvettes lisses, cette perte de ductilité intervenait plutôt vers -50°C. L'influence de la présence d'une fissure sur le comportement du matériau est donc mise en évidence.

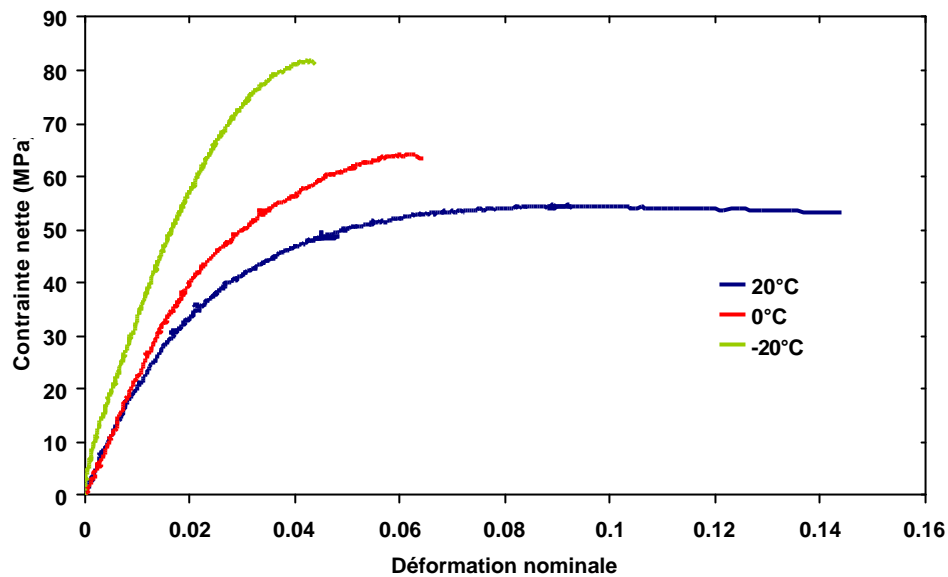


Figure II.42 Influence de la température (entre -20°C et 20°C) sur les résultats d'essais de traction sur éprouvettes DENT, $a/B = 0.5$, à 0.15 mm/s

Afin de mieux voir l'influence de la longueur de fissure, la figure II.43 présente une carte de triaxialité pour trois DENT ayant trois longueurs de fissure différentes. Ces cartes représentent une vue en coupe de l'éprouvette sur une demi-épaisseur et une demi-largeur, l'éprouvette étant symétrique suivant ces deux directions. Plus la longueur de fissure est importante, c'est à dire plus le rapport a/B est élevé, et plus le taux de triaxialité des contraintes en avant du front de fissure est grand. Pour $a/B = 0.1$, sur une grande partie du ligament non fissuré, $\tau = 0.33$, c'est à dire la valeur de τ pour une éprouvette lisse. Ainsi, pour ce type d'éprouvette, le ligament non fissuré se rapproche des conditions de contraintes planes, alors que pour des valeurs de $a/B > 0.3$, en avant de la fissure notamment dans l'épaisseur, l'éprouvette est en conditions de déformations planes. Il est évident que cette différence explique que la contrainte nette principale soit plus élevée pour les éprouvettes plus profondément fissurées. Pourtant sur la figure II.41, la contrainte nette sature pour des triaxialités croissantes. Ce résultat confirme les saturations observées sur les éprouvettes axisymétriques entaillées, dues à l'endommagement.

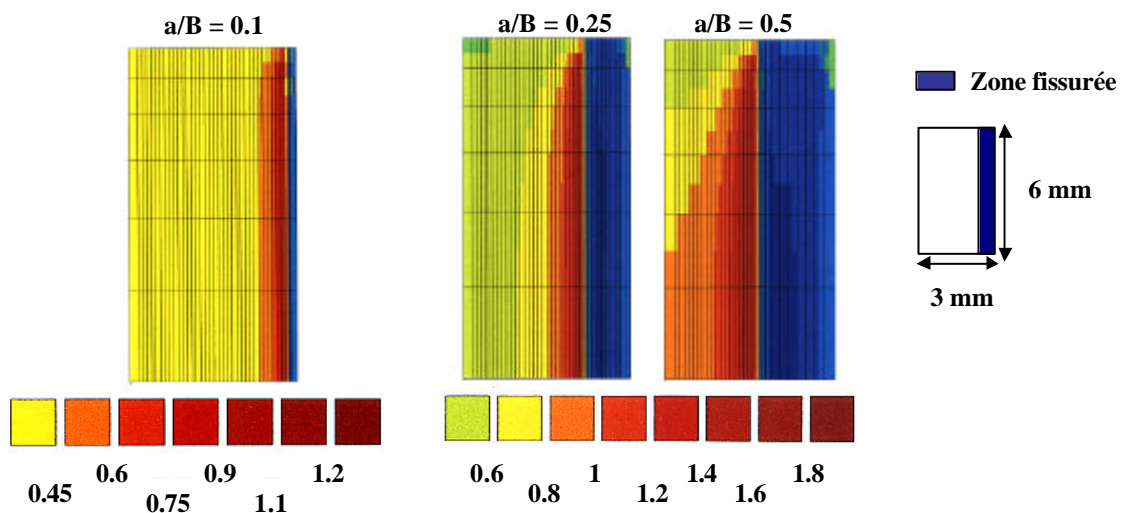


Figure II.43 Carte d'un essai de traction sur DENT indiquant la répartition des iso-valeurs de triaxialité avant sollicitation

D.II.2.b Essais en pilotage d'ouverture

Des essais réalisés en vitesse d'ouverture de fissure sont présentés sur la figure II.44. Ces essais ont été réalisés afin de voir l'influence de la vitesse d'ouverture sur les résultats de propagation des fissures. En effet, la comparaison des vitesses d'ouverture par rapport aux vitesses de déplacement de l'éprouvette indique que suivant la longueur de la fissure, ces deux vitesses peuvent être proportionnelles (cf. *Annexe II.5a*). Les résultats des essais de traction indiquent que la propagation peut être stable, comme pour les essais AG32, AG35 et AG36. Pour AG32 et AG36, il est possible d'obtenir une rupture complètement ductile de l'éprouvette fissurée.

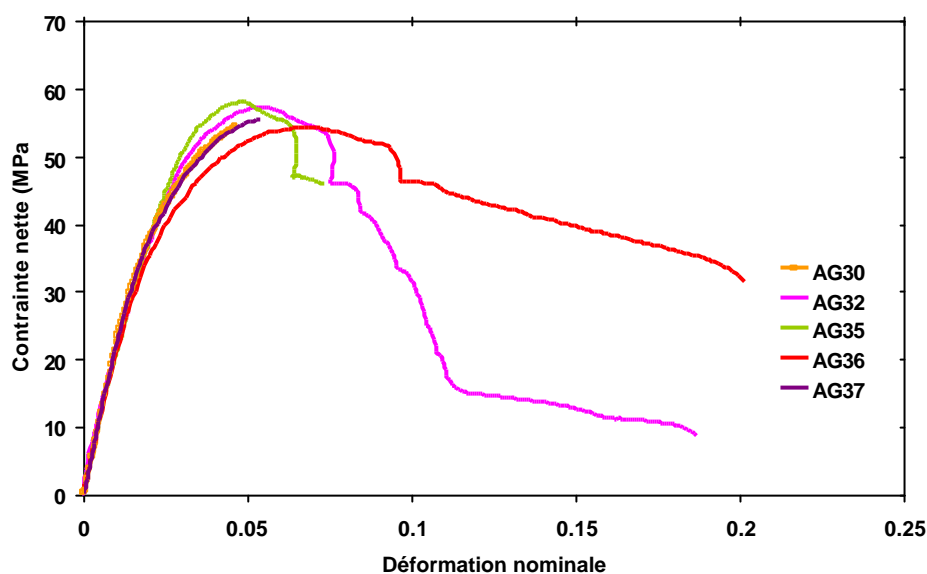


Figure II.44 Essais de traction sur DENT à 20°C en vitesse d'ouverture de fissure, 0,01 mm/s

La figure II.45 présente les déplacements LVDT et extensométrique (c'est à dire d'ouverture) pour un essai réalisé en pilotage LVDT (trait gras) et pour un essai réalisé en pilotage d'ouverture (trait fin). Si les vitesses entre les deux types de pilotage sont comparées en fin d'essai en pilotage LVDT, au moment où la propagation commence, on observe une nette accélération de l'ouverture. Cette accélération peut être contrôlée en pilotant l'ouverture à une vitesse fixe, comme réalisée sur la figure II.44.

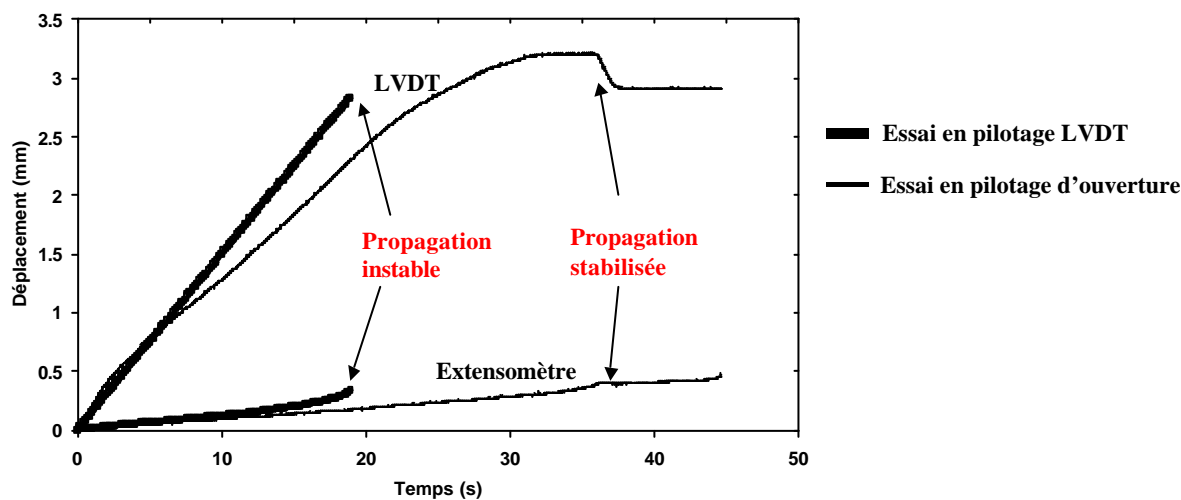


Figure II.45 Comparaison de déplacements LVDT et extensométrique pour deux essais à 20°C pilotés en vitesse de déplacement global 0,15 mm/s (trait épais) et en vitesse d'ouverture 0,01 mm/s (trait fin), $a/B = 0,5$

Avant la propagation, les vitesses entre les deux essais sont équivalentes. Ensuite, en pilotage LVDT, la vitesse d'ouverture augmente témoignant d'une propagation proche. En pilotage d'ouverture en revanche, cette augmentation de vitesse est empêchée, à tel point que l'asservissement indique même un retour du LVDT. La principale conséquence est que la rupture rapide et instable qui était obtenue en pilotage LVDT peut parfois être évitée en pilotage d'ouverture (courbe AG32 et AG36). Ainsi, comme il sera discuté plus abondamment dans le chapitre III, à 20°C on se situe dans un domaine de transition entre la propagation de fissure stable et la propagation instable. Le contrôle de la vitesse d'ouverture peut induire un changement de mode de rupture.

D.II.2.c Observation macroscopique d'un essai de traction sur DENT

Afin de pouvoir identifier à quel moment précis débute la propagation, chaque essai est filmé. La fissure n'étant quasiment pas visible à l'œil nu, il est assez difficile de la voir se propager. Sur les photos présentées ci-dessous est visible l'extensomètre dont les couteaux sont situés de part et d'autre des entailles. Deux caoutchoucs sont utilisés pour maintenir l'extensomètre sur l'éprouvette (cf. Figure II.46).

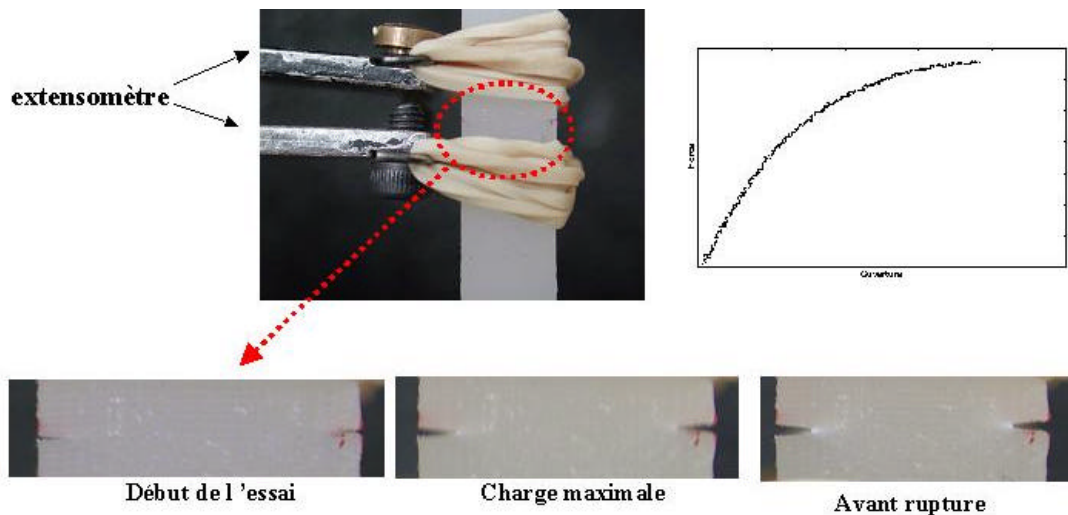


Figure II.46 Observations macroscopiques d'un essai sur DENT à 20°C

Trois photos sont présentées à trois moments importants de l'essai AG5, c'est à dire réalisé en pilotage LVDT à 20°C pour une taille de fissure de 0.75 mm de chaque côté. Tout d'abord, au début de l'essai, même en agrandissant la photo, il est assez difficile de discerner la fissure, et il est impossible de mesurer précisément par ce moyen sa longueur initiale. La seconde photo est prise juste avant d'atteindre la force maximale : l'endommagement apparaît en fond de fissure. La dernière photo est prise juste avant rupture et indique la présence de deux lobes blancs en pointe de fissure. Ces deux lobes témoignent de la présence de cavités et de fibrilles étirées. La forme de ces lobes fait penser intuitivement au schéma d'un craze présenté au Chapitre I (cf. Figure I.14) [Kausch, 1976].

En effet, Kausch a mentionné qu'une rupture macroscopiquement fragile était précédée dans les polymères semi-cristallins par la formation et/ou la croissance d'une zone de défauts stable, comme un craze. Ainsi par identification avec le schéma présenté au chapitre 1, la zone blanche notée C est identifiée comme étant une zone de croissance du craze par extension des fibrilles et des cavités. La zone B en avant de la zone C est une zone de germination de cavités et de fibrilles. Enfin la zone A plus en avant est une zone déformée élastiquement. La zone D est la fissure initiale. A cette occasion, un fort émoussement en pointe de fissure est constaté.

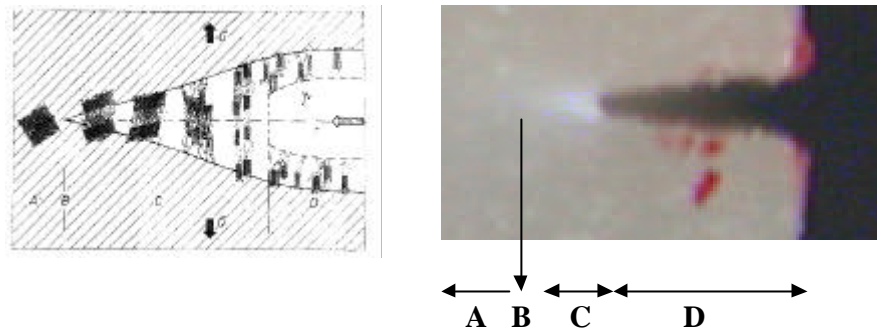


Figure II.47 Identification des différentes zones formant un craze : A : Zone déformée élastiquement, B : Zone de germination de cavités et de fibrilles, C : Croissance de craze par extension de fibrilles, D : Transformation du craze en fissure, ici fissure initiale, [Kausch, 1976]

De manière générale, les entailles ou fissures sont plus défavorables aux polymères ductiles comme le PVDF à 20°C qu'aux polymères fragiles comme les polymères vitreux. Les résultats de Takano et Nielsen qui indiquent que les polymères semi-cristallins ductiles peuvent avoir un comportement macroscopique fragile en présence d'une fissure sont ainsi confirmés [Takano et Nielsen, 1976].

D.II.3 Effets de la longueur de l'éprouvette sur le type de rupture

Tout comme les éprouvettes axisymétriques entaillées, la longueur de fût des éprouvettes DENT est relativement élevée par rapport aux autres dimensions de l'éprouvette. Pour rappel, la longueur de fût est de 110 mm, la largeur 12 mm et l'épaisseur 6 mm.

Des essais menés en parallèle chez Arkéma sur un autre grade de PVDF, plastifié cette fois-ci, ont indiqué que pour une longueur de 110 mm, la rupture était instable, c'est à dire que le début de propagation de la fissure provoquait la rupture immédiate de l'éprouvette. Cette rupture sera qualifiée ici de fragile. Les éprouvettes de plus petites longueurs utiles, c'est à dire inférieure à 40 mm ont un comportement plus ductile et une propagation stable de la fissure est obtenue (on a également observé ce phénomène avec un pilotage en ouverture, essais AG32 et AG36).

Ici, quatre longueurs de fissure ont été étudiées : 110 mm noté L4 (des essais complémentaires à ceux du tableau II.5 ont été réalisés pour respecter les mêmes conditions expérimentales), 90 mm noté L3, 70 mm noté L2 et 50 mm noté L1. En deçà de cette valeur limite, il n'est plus possible de positionner un extensomètre de mesure d'ouverture. Nous rappelons que ces valeurs sont les longueurs prises entre les mors de serrage. Les essais sont pilotés en déplacement LVDT à 0.05 mm/s. Ainsi, les vitesses de déformation nominale seront d'autant plus élevées que l'éprouvette sera courte (entre $4.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à $9 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Cependant dans le cas des éprouvettes lisses, il a déjà été observé que multiplier la vitesse de déformation par un facteur deux ne modifiait que de façon négligeable les résultats.

Les résultats sont présentés cette fois-ci en force en fonction de l'ouverture, puisque les éprouvettes qui vont être présentées ont à peu près la même surface portante. Ainsi, sur la figure II.48 sont présentés les résultats pour trois longueurs différentes (L4 = 110 mm, L3 = 90 mm, L2 = 70 mm) pour un rapport a/B de 0.5.

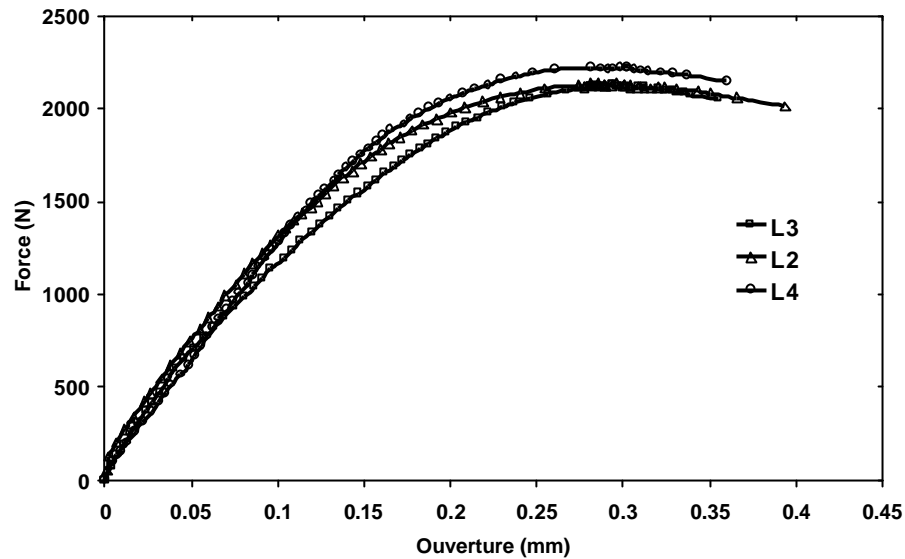


Figure II.48 Résultats de traction pour DENT de trois longueurs utiles différentes à 20°C et 0.05 mm/s

A la dispersion expérimentale près, aucune différence entre les trois longueurs d'éprouvettes n'est observée. Pour un même rapport $a/B = 0.44$, l'éprouvette de plus petite longueur L1 semble avoir un comportement plus ductile (cf. Figure II.49) (charge maximale moins grande et ouverture plus marquée témoignant d'une propagation plus stable), mais en aucun cas l'éprouvette de petite taille indique une propagation stable durant tout l'essai. Sans doute faudrait-il encore diminuer la longueur de l'éprouvette pour noter plus de différences.

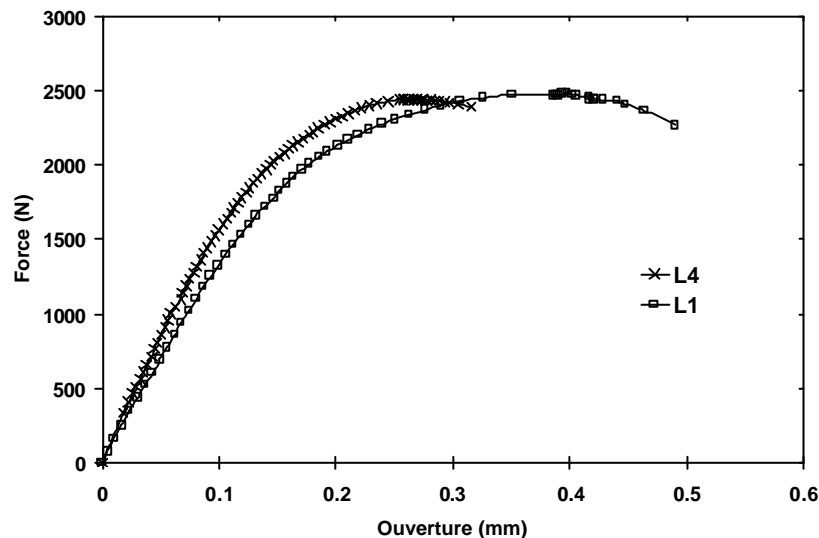


Figure II.49 Comparaison de résultats de traction pour deux éprouvettes L4 et L1 à 20°C et 0.05 mm/s

L'effet de la longueur d'éprouvette sur le type de propagation a été étudié par Paris et al [Paris et al, 1979], [Paris et Hutchinson, 1979], et mérite d'être exposé car il servira plus tard à justifier des différences de propagation de fissure suivant le type de géométrie.

Paris et al formulent une approche sur la stabilité de la propagation de fissure, en se basant sur le concept de l'intégrale J. Un matériau aura un déchirement ductile stable si la pente de la courbe $J = f(\Delta a)$ est constante. Afin d'avoir une équation valable pour toutes les températures, il est écrit

que la propagation sera stable pour $\frac{dJ}{da} * \frac{1}{\mathbf{s}_0} = \text{constante}$, \mathbf{s}_0 étant la contrainte d'écoulement. Il propose le paramètre T comme étant le module de déchirement du matériau et dont l'expression est (19) :

$$T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{\mathbf{s}_0^2} \quad (19)$$

pour une éprouvette DENT telle que représentée sur la figure II.50, le chargement limite s'exprime de la façon suivante (20) :

$$P_L = \mathbf{s}_f (W - 2a)B \quad (20)$$

où \mathbf{s}_f la contrainte de référence d'une éprouvette DENT est égale à trois fois la contrainte de chargement limite d'une éprouvette lisse [Ritchie et al, 1973], c'est à dire ici $\mathbf{s}_f = 3\mathbf{s}_0$.

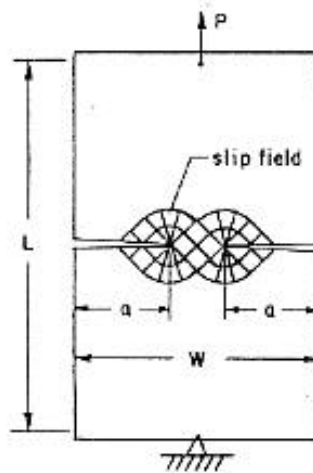


Figure II.50 Eprouvette DENT [Paris et al, 1979]

Le CTOD (Crack Tip Opening Displacement) noté ici δ est proportionnel à l'allongement plastique tel que $d\delta = 2d(\Delta L_p)$, ce qui correspond à une augmentation de J telle que : $\delta = \frac{J}{\mathbf{s}_0}$ et $d\delta = \frac{dJ}{\mathbf{s}_0}$.

Ainsi l'allongement plastique de l'éprouvette est tel que (21) :

$$d(\Delta L_p) = \frac{d(J)}{2\mathbf{s}_0} \quad (21)$$

L'incrément de $d(J)$ induit un incrément de da , donc le chargement limite sera réduit de : $dP_L = -2\mathbf{s}_f daB$. Cela implique une réduction de la longueur élastique telle que (22) :

$$d(\Delta L_e) = \frac{dP_L L}{BWE} = -\frac{2\mathbf{s}_f daL}{WE} \quad (22)$$

Dans le cas d'une machine rigide, l'instabilité aura lieu dès que la valeur de diminution de longueur élastique excèdera la valeur de longueur plastique nécessaire à la propagation. Ainsi :

$$\text{Si } \frac{6s_0 daL}{WE} - \frac{dJ}{2s_0} \geq 0, \quad \text{alors} \quad T = \frac{dJ}{da} \cdot \frac{E}{s_0^2} \leq \frac{12L}{W} \quad (23)$$

Pour que la propagation soit stable, il faut que le module de déchirement intrinsèque au matériau soit toujours supérieur à la partie droite de l'équation (23). Ainsi, plus la longueur de l'éprouvette sera élevée, plus il y aura un risque que T soit inférieur à ce critère. Une longueur plus importante d'éprouvette tend à favoriser l'instabilité de propagation, de la même manière que l'utilisation d'une machine souple. Ainsi, il semble raisonnable de penser qu'une très petite longueur d'éprouvette permettra de limiter les risques d'instabilité et donc de favoriser la ductilité des matériaux.

D.III Essais de flexion sur éprouvettes simplement fissurées

D.III.1 Normes et conditions expérimentales

Les essais de flexion sur éprouvettes fissurées nécessitent le respect de normes précises pour ensuite réaliser des calculs de J . Afin de pouvoir éventuellement faire ces calculs, les normes l'ASTM E813-89 [ASTM, 1989] relatives aux essais de flexion trois points et au calcul de J_{Ic} sont choisies. La longueur des éprouvettes est de 76 mm (c'est à dire $4 \cdot W + 20$ mm), la largeur W est 14 mm et l'épaisseur B est de 7 mm. L'extensomètre utilisé est suffisamment mou pour ne pas induire une ouverture de la fissure avant essai, mais suffisamment rigide pour suivre correctement l'ouverture tout au long de l'essai (cf. Figure II.51).

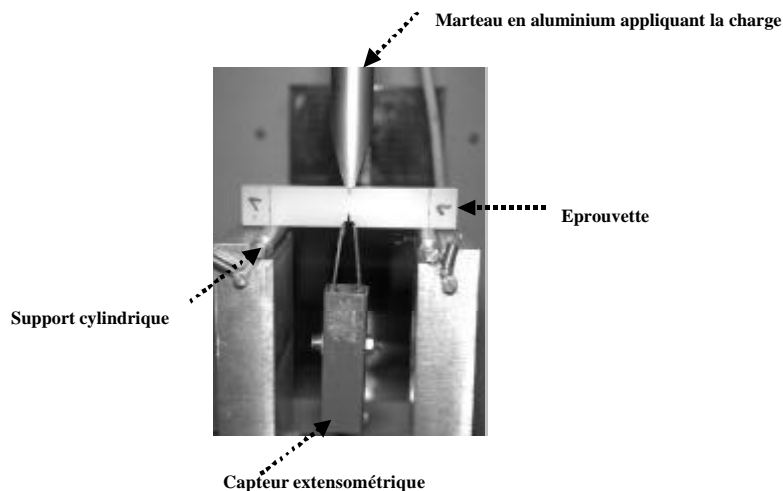


Figure II.51 Montage de flexion trois points avant essai

Les essais sont réalisés en vitesse de déplacement du marteau à 0.15 mm/s, à trois températures 20°C, -10°C et -30°C. Cette limite en température est fixée par la limite d'utilisation de l'extensomètre. Le tableau II.6 résume les essais réalisés pour des rapports a/W se rapprochant au maximum de 0.5.

Essai	Température	Longueur de pré-fissure (mm)	a/W	W-a (mm)
F11	20°C	1.56	0.46	7.54
F12	20°C	2.07	0.497	7.03
F13	20°C	2.05	0.496	7.05
F15	20°C	1.7	0.471	7.4
F16	-10°C	1.07	0.419	8.03
F17	-10°C	1.1	0.428	8
F18	-10°C	1.75	0.475	7.35
F19	-10°C	1.9	0.485	7.2
F110	-30°C	2	0.492	7.1
F111	-30°C	1.94	0.488	7.16

Tableau II.6 Récapitulatif des essais de flexion pour différentes températures (-30°C, -10°C, 20°C) et différentes longueurs de pré-fissure

La pré-fissure fait en général 7 mm : 5 mm sont réalisés par usinage, afin de permettre notamment la création des deux encoches nécessaires pour placer l'extensomètre. Les deux millimètres restants sont faits à la lame de microtome sur le même montage de fissuration que celui présenté pour les éprouvettes DENT (cf. Annexe II.2d).

En plus de la mesure d'ouverture, on dispose comme précédemment du déplacement du marteau enregistré par le LVDT.

D.III.2 Résultats des essais de flexion

Des photos ont été prises en cours d'essai afin de relier le début de la propagation macroscopique avec les courbes force-ouverture. A titre d'exemple, l'essai noté FL5 est présenté sur la figure II.52. Le trait bleu sur les éprouvettes est un trait de crayon utilisé au moment du montage pour s'assurer que la pointe de la fissure est correctement alignée avec le marteau (cf. Figure II.53). Le moment où les photos sont prises est indiqué sur la courbe.

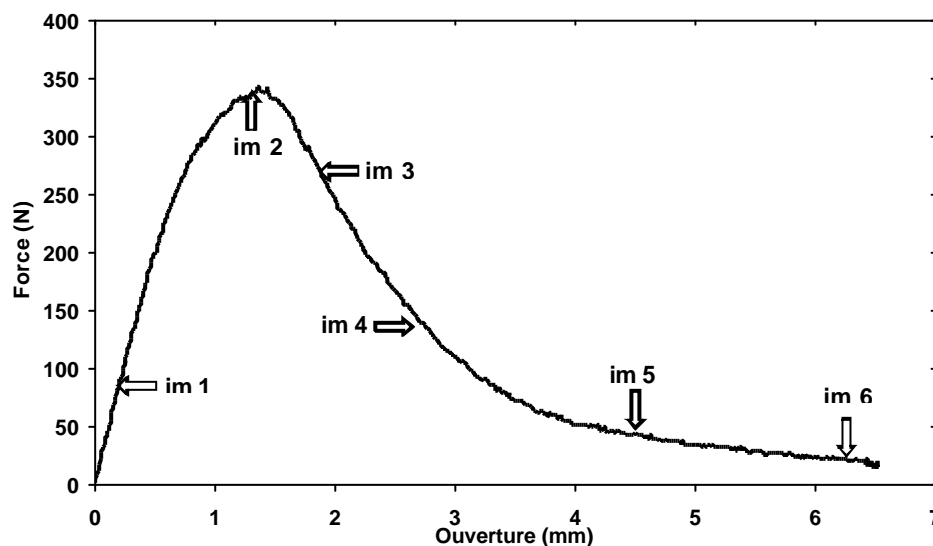


Figure II.52 Force-ouverture pour un essai de flexion trois points, à 20°C et 0.15 mm/s

L'apparition du blanchiment est visible sur la photo Im2 prise au moment de la force maximale. La propagation de la fissure commence à ce moment et durant toute la fissuration, la pointe de la fissure est concernée par un endommagement important. De même, de part et d'autre du ligament fissuré, le

matériau reste blanc, indiquant que l'endommagement n'est pas optiquement réversible. Les fibrilles étirées ainsi que les cavités formées restent donc présentes en surface et pourront être observées au microscope électronique à balayage dans le chapitre III. Un émoussement important est également visible en pointe de fissure avant le début de propagation.

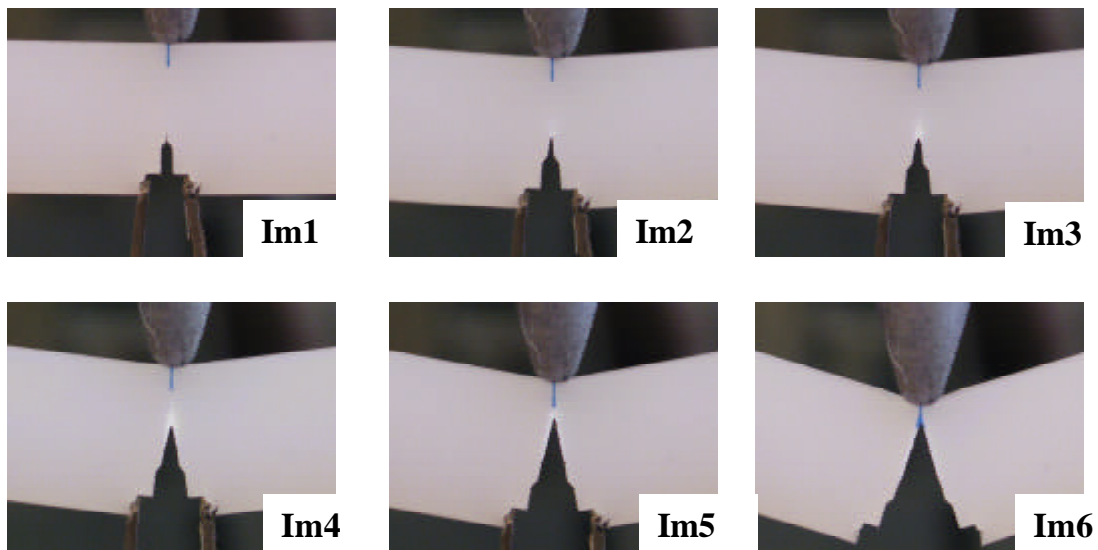


Figure II.53 Observations d'une éprouvette de flexion à 20°C et 0.15 mm/s

L'évolution de la courbe force-ouverture est présentée en fonction de la température en comparant les résultats obtenus à 20°C et à -30°C (cf. Figure II.54). Bien que les longueurs de fissure ne soient pas exactement identiques, la diminution de température a augmenté la force maximale du matériau. Néanmoins, même à -30°C, la propagation reste stable.

Une différence fondamentale est alors observée avec les essais de traction sur DENT. En effet, alors que pour ces dernières mêmes à 20°C, la propagation était rapidement instable, en flexion même à -30°C, il y a suffisamment de ductilité pour permettre à la fissure de propager de manière stable. Si on regarde plus attentivement les photos prises en cours de propagation, des différences existent néanmoins entre un essai réalisé à 20°C et un essai réalisé à -30°C (cf. Figure II.55). La couleur plus sombre de la photo pour l'essai à -30°C est due à la présence de la vitre de l'enceinte climatique entre l'appareil photo et l'éprouvette.

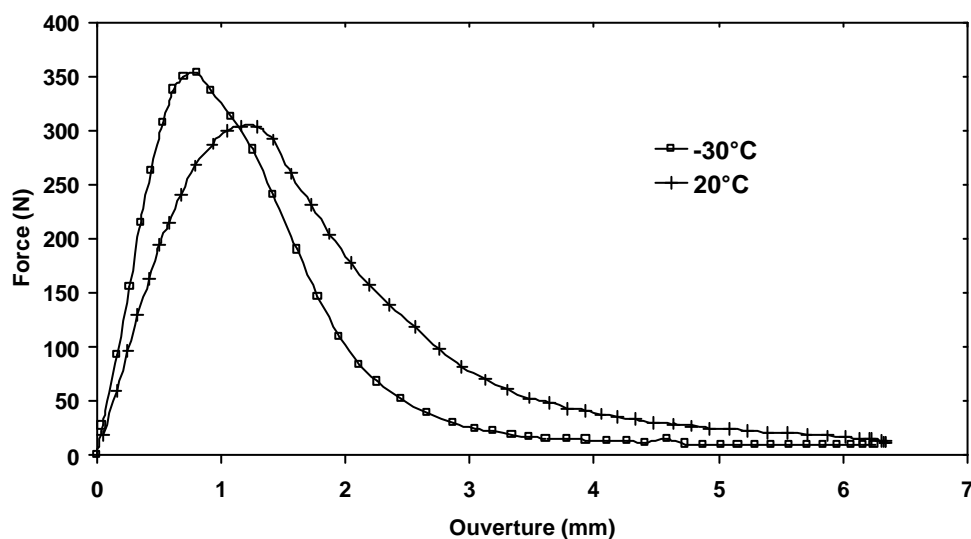


Figure II.54 Courbes force-ouverture à 20°C et -30°C, éprouvettes SENB, vitesse de déflexion 0.15 mm/s

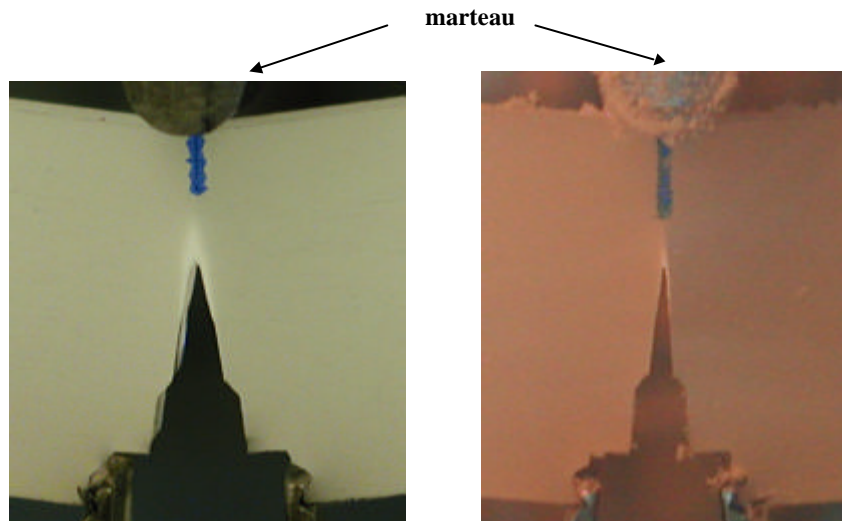


Figure II.55 Comparaison de l'importance de la zone endommagée à 20°C à gauche et à -30°C à droite

Comme indiquée sur les courbes, l'ouverture à -30°C est plus faible pour une même distance de propagation par rapport au même essai réalisé à 20°C. La zone endommagée en pointe de fissure est plus restreinte à -30°C. On confirme ainsi le lien direct entre la formation d'un endommagement par cavitation et la ductilité du matériau.

Conclusion

Le comportement et l'endommagement du PVDF ont été étudiés sur quatre géométries différentes. Les essais de traction sur éprouvettes lisses ont permis de révéler qu'entre -10°C et 20°C le matériau était ductile. A partir de -50°C et en dessous, la rupture peut être qualifiée de fragile. Cette limite en température a également été déterminée en DSC et par l'étude de l'évolution du module E. Elle indique le passage de la phase amorphe libre de son état caoutchoutique à son état vitreux. L'étude de l'effet de la vitesse a également été réalisée et indique une augmentation de la rigidité du matériau avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Des mesures de variation volumique sur éprouvettes lisses ont indiqué qu'avant striction (c'est à dire avant 20% de déformation axiale), l'augmentation de volume était d'environ 4%. Elle est liée à de la cavitation qui apparaît optiquement par le blanchiment des éprouvettes. Les essais comparatifs entre 20°C et -10°C ont révélé un endommagement qui démarre pour une déformation axiale plus faible à basse température.

Les essais sur éprouvettes entaillées ont permis de s'intéresser aux résultats pour des sollicitations multiaxiales. La diminution du rayon de courbure R induit une augmentation de la triaxialité dans l'éprouvette, une diminution du cisaillement, une diminution de la déformation inélastique, d'où une augmentation de la rigidité. Ainsi, une diminution de R induit une augmentation de la force maximale. Pourtant, les essais menés sur le PVDF montrent qu'à partir du rayon $R = 1.6 \text{ mm}$ et en dessous, la force maximale n'augmente plus : elle sature. Il existe alors une compétition entre l'augmentation de rigidité liée aux dimensions de l'entaille et l'endommagement. Ce dernier conduit à une forte cavitation qui limite la surface portante dans la section minimale, d'où une diminution de la charge maximale nécessaire. La prise en compte de l'endommagement pour modéliser le comportement du PVDF est donc essentielle. Des mesures de déformations volumiques sur ce type d'éprouvettes ont confirmé les hypothèses avec une augmentation de volume de 30% pour les AE4 et 55% pour les AE0.8. L'endommagement est donc une fonction croissante de la triaxialité. Les essais mécaniques ont également révélé un rhéodurcissement de la matière en fin d'essai, indiquant une orientation certaine des chaînes amorphes et des groupements cristallins.

Enfin des essais sur éprouvettes fissurées ont été réalisés en sachant que les polymères sont sensibles à l'introduction de ce type de défaut qui confère au matériau un caractère fragilisant. En traction d'abord, sur éprouvettes doublement entaillées, on a montré que la propagation était instable et que même à 20°C la rupture pouvait être qualifiée de fragile. Les essais réalisés suivant différents modes de pilotage ont également révélé que le contrôle de la vitesse d'ouverture de l'entaille permettait de limiter l'instabilité de la fissure. En flexion, en revanche entre -30°C et 20°C , la déchirure est complètement ductile et aucune instabilité de propagation n'est observée. Dans les deux cas, le blanchiment apparaît intensément en pointe de fissure et suivant les conditions de chargement (traction ou flexion), la fissure reste stable ou non. L'influence de la géométrie sera décrite au chapitre V pour expliquer les différences de résultats, à partir d'abord d'un raisonnement en approche globale et ensuite en utilisant la loi GTN modifiée pour le PVDF.

Tous ces essais et résultats vont être maintenant corrélés aux observations microscopiques afin de montrer les différences de mécanismes observés sur les faciès. L'étude micromécanique sera utilisée pour expliquer les mécanismes d'endommagement, les différences de propagation et les différents types de rupture.

