
Essais sur éprouvettes entaillées

Les essais sur éprouvettes lisses ont permis de mettre en évidence l'influence de la température et de la vitesse sur le comportement du PVDF étudié. En introduction du mémoire, l'importance de la géométrie sur les possibilités de rupture de la gaine flexible a été montrée. Suivant la sévérité du défaut dans la structure, un endommagement puis une fissure peuvent se créer, impliquant un risque de rupture. Il est alors nécessaire de faire des essais sur des géométries plus sévères. Dans cette partie, les essais réalisés sur éprouvettes axisymétriques entaillées (AE) pour trois rayons de courbure sont présentés. Les essais seront effectués à deux décades de vitesses et à 20°C, -10°C et -50°C.

C.I Conditions expérimentales

C.I.1 Mécanique des éprouvettes entaillées [François et al, 1993]

En travaillant sur des éprouvettes axisymétriques entaillées (AE), il est possible d'étudier des sollicitations multiaxiales, uniquement en utilisant une machine de traction. Ces éprouvettes permettent de s'affranchir des conditions de contraintes planes/déformations planes.

Pour une éprouvette entaillée, tant que la limite d'élasticité n'est pas dépassée la contrainte est maximale en fond d'entaille par phénomène de concentration des contraintes. La limite d'élasticité est donc atteinte en premier à cet endroit. Si l'éprouvette continue à être déformée, la zone déformée plastiquement s'étend et finit par envahir toute la section entaillée. La charge atteint alors la charge limite de l'éprouvette, elle est très supérieure à ce qu'elle serait sans entaille. Considérons pour cela tout d'abord un cylindre de matière dans la partie entaillée de l'éprouvette : s'il était isolé, il s'allongerait selon son axe et se contracterait selon son diamètre de façon à conserver un volume constant. Inclus dans l'entaille, entre les deux parties non entaillées qui restent élastiques et se déforment peu, il ne peut que se contracter de la même façon et il apparaît donc des contraintes radiales de tension. Pour satisfaire le critère de plasticité (von Mises ou Tresca), il est nécessaire d'augmenter d'autant la contrainte axiale. Ainsi, la déformation plastique confinée élève le niveau

général des contraintes et le taux de triaxialité des contraintes t . Celui-ci est défini tel que $t = \frac{\mathbf{s}_m}{\mathbf{s}_{eq}}$.

\mathbf{s}_m est la contrainte moyenne définie telle que $\mathbf{s}_m = \left(\frac{1}{3} (\mathbf{s}_{11} + \mathbf{s}_{22} + \mathbf{s}_{33}) \right)$ et \mathbf{s}_{eq} est la contrainte équivalente de von Mises.

Pour une éprouvette cylindrique comportant une gorge de rayon à fond d'entaille R laissant subsister un col de rayon a dans la section minimale (cf. Figure II.22a), le calcul des répartitions de contraintes et des déformations est compliqué et non complètement résolu analytiquement. Des hypothèses simplificatrices sont nécessaires comme celle de l'égalité entre les déformations radiales et tangentielles dans la section minimale où $z = 0$. Il en résulte que les contraintes radiales et tangentielles sont égales et que le déviateur est indépendant de la coordonnée radiale r dans cette section. Avec ces hypothèses, les équations de l'équilibre et le critère de plasticité, il est démontré que

$$(11) : \quad \frac{d\mathbf{s}_{rr}}{dr} = -\frac{\mathbf{s}_{eq}}{r} \quad (11)$$

avec r le rayon de courbure des lignes isostatiques, là où elles interceptent le plan $z = 0$. Bridgman a supposé que les lignes isostatiques peuvent être assimilées à des cercles qui coupent à angle droit la surface de l'entaille qui est torique [Bridgman, 1944]. Le rayon de courbure r est donné par (12) :

$$\mathbf{r} = \frac{a^2 + 2aR - r^2}{2r} \quad (12)$$

L'intégration de l'équation différentielle (11) conduit à (13) :

$$s_{rr} = s_{\theta\theta} = s_{eq} \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \text{ et } s_{zz} = s_{eq} \left[1 + \ln \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR} \right) \right] \quad (13)$$

La contrainte axiale moyenne \bar{s}_{zz} c'est à dire la charge appliquée à l'éprouvette est donnée par l'expression suivante (14) :

$$\bar{s}_{zz} = s_{eq} \left(1 + \frac{2R}{a} \right) \ln \left(1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (14)$$

Le taux de triaxialité des contraintes est maximal sur l'axe de l'éprouvette tel que (15) :

$$\frac{s_m}{s_{eq}} = \frac{1}{3} + \ln \left(1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (15)$$

Le profil des contraintes (13) calculé par Bridgman est proche d'une parabole, représenté sur la figure II.22b.

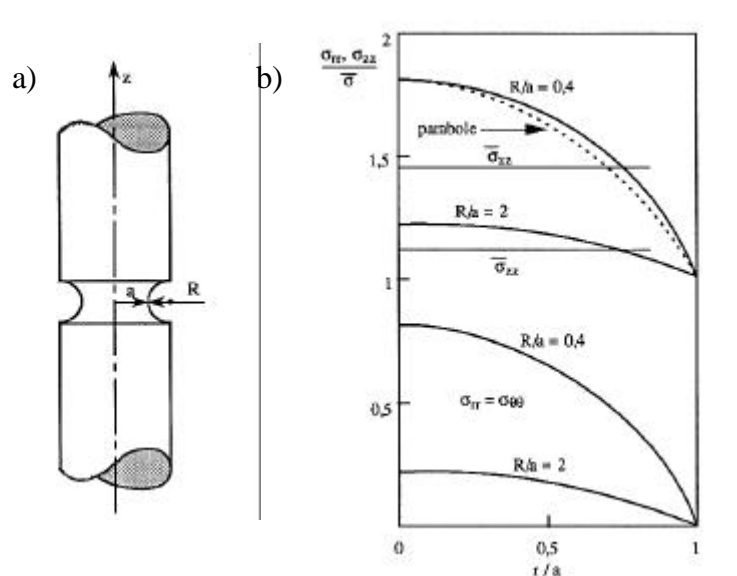


Figure II.22 (a) Schéma d'une éprouvette axisymétrique entaillée, (b) Répartition des contraintes axiales, radiales et tangentielles dans une éprouvette entaillée selon le calcul de Bridgman (trait plein) et de Davidenkov et Spiridononva en pointillé pour deux valeurs de R/a

Ainsi comme indiqué sur la figure II.22b, le profil de contraintes est une parabole, avec un maximum au centre de l'éprouvette. La contrainte axiale sera d'autant plus élevée que le rayon de courbure R sera faible.

C.I.2 Choix des géométries

A partir de ces rappels, on choisit de travailler avec des AE de trois rayons de courbures différents afin d'étudier l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur le comportement et sur l'endommagement du matériau. Les trois rayons de courbures étudiés sont : R = 4 mm (AE4), 1.6 mm (AE1.6) et 0.8 mm (AE0.8). On a déjà évoqué dans le paragraphe A.II les précautions prises pour s'affranchir des effets cœur-peau des tubes dans lesquels sont prélevées les éprouvettes. La géométrie

des éprouvettes est telle que la longueur totale est de 65 mm, le diamètre du fût est de 7.2 mm, le diamètre en fond d'entaille est de 4 mm.

La longueur de l'éprouvette est proportionnellement élevée par rapport aux autres dimensions de l'éprouvette. Ce choix s'explique par l'encombrement de l'extensomètre et par le système de mors choisis (cf. *Annexe II.2c*).

Concernant l'extensomètre, il est utilisé pour mesurer la réduction diamétrale de l'entaille. Contrairement aux métaux où un système de couteaux est utilisé, l'extensomètre ici se compose de deux tiges en aluminium de diamètre 0.2 mm positionnées dans le fond de l'entaille. La raideur de l'extensomètre est suffisante pour maintenir les deux tiges en contact avec le fond de l'entaille durant tout l'essai. La forme cylindrique des tiges (cf. *Figure II.23*) permet d'éviter tout ré-entaillage de l'éprouvette. L'extensomètre a une hauteur d'environ 20 mm.

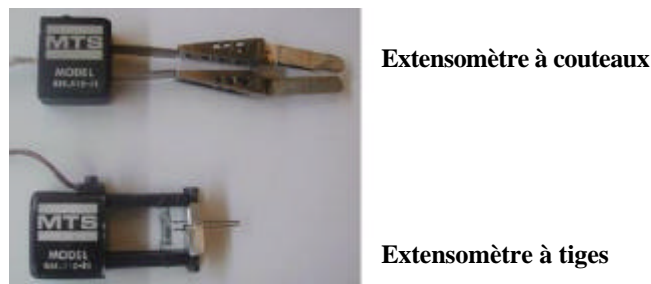


Figure II.23 Schéma d'un extensomètre à couteaux pour éprouvettes AE métalliques et d'un extensomètre à tiges pour éprouvettes AE polymères

C.I.3 Choix des conditions d'essais

Les trois rayons de courbure choisis vont permettre de montrer l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur les résultats de comportement et d'endommagement. Dans un premier temps, les essais ont été réalisés à 20°C, et ensuite pour compléter les résultats de traction sur éprouvettes lisses, deux températures plus basses -10°C et -50°C ont été ajoutées.

Pour ce type d'éprouvettes, deux modes de pilotage sont possibles : soit un pilotage de déplacement global de l'éprouvette, c'est à dire le même type de pilotage que sur les éprouvettes lisses, soit un pilotage en vitesse de réduction diamétrale. Le premier mode de pilotage est très simple à mettre en place, il ne nécessite aucune modification par rapport aux essais précédents et il n'est pas limité en terme de vitesse.

Le second mode de pilotage est plus compliqué à réaliser. Il a cependant un intérêt particulier dans ce type d'éprouvette, surtout dans le cas où le matériau s'endommage par cavitation. Il a été montré, notamment dans la thèse de B. Tanguy [Tanguy, 2001], que ce mode de pilotage permettait d'accéder à une information supplémentaire par rapport au pilotage en déplacement global. En fin d'essais, quand le matériau a beaucoup cavité, il est possible de suivre la coalescence des cavités. Le pilotage par réduction diamétrale est moins brutal, il permet d'enregistrer la chute de charge liée à la coalescence des cavités, donc à la perte de surface portante. Le changement de pente en fin d'essai permet de quantifier la vitesse de coalescence, paramètre important quand on utilise le modèle GTN (Gurson-Tvergaard-Needleman, [Tvergaard, 1987]) pour tenir compte de l'endommagement par cavitation d'un matériau (cf. *Annexe II.3a*).

La difficulté de ce mode de pilotage réside dans le choix de la bonne vitesse de réduction diamétrale, et ensuite de garantir le positionnement de l'extensomètre en fond d'entaille durant tout l'essai.

On a choisi de travailler avec les deux modes de pilotage, c'est à dire un pilotage en déplacement de l'éprouvette (pilotage LVDT) et un pilotage en vitesse de réduction diamétrale. Ce dernier mode de pilotage a néanmoins été préféré au premier pour les basses températures. Les vitesses alors choisies

sont de $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s et $2.5 \cdot 10^{-2}$ mm/s. Pour le pilotage en déplacement LVDT, on a choisi une vitesse de 0.15 mm/s.

C.II Résultats des essais de traction sur éprouvettes AE à 20°C

C.II.1 Résultats pour le pilotage en vitesse de réduction diamétrale

La figure II.24 présente les courbes force-réduction diamétrale obtenues pour les essais de traction sur les trois rayons de courbure à 20°C et à $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s. Le calcul du taux de triaxialité des contraintes τ initial, réalisé par éléments finis et pris au centre de l'éprouvette pour les trois rayons de courbures, indique une évolution croissante de sa valeur avec la diminution du rayon de courbure ($\tau = 0.5$ pour AE4, $\tau = 0.8$ pour AE1.6, $\tau = 1.1$ pour AE0.8). Le calcul par éléments finis est basé sur la loi de comportement qui sera explicitée aux chapitres IV et V. Ainsi, pour un même déplacement, la contrainte dans l'éprouvette sera plus élevée pour un rayon de courbure plus faible. Entre l'éprouvette AE4 et l'éprouvette AE1.6, on observe une augmentation de la force maximale, ainsi qu'une diminution de la réduction diamétrale à rupture. En revanche, entre l'AE0.8 et l'AE1.6, aucune différence sur la force maximale n'est observée, alors qu'une diminution de la réduction diamétrale à rupture est obtenue. Ainsi il semble qu'en deçà d'une valeur de rayon limite, la force maximale « sature ». Seuls les essais réalisés pour la plus faible vitesse sont présentés, en sachant que les mêmes conclusions peuvent être faites pour la vitesse plus élevée.

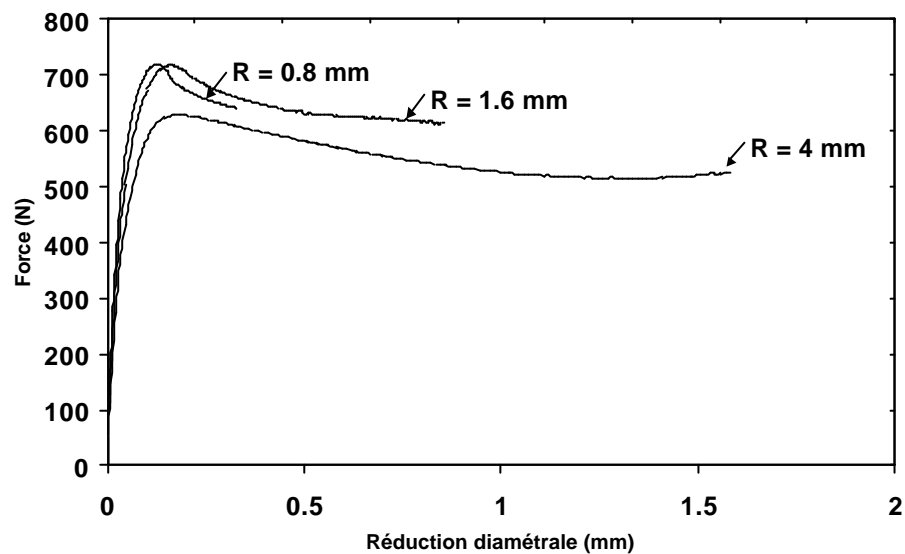


Figure II.24 Courbes force-réduction diamétrale à 20°C en pilotage de réduction diamétrale ($2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s) pour AE4, AE1.6 et AE0.8

Ces résultats ont été confrontés à des essais sur deux autres rayons de courbure, 3 mm (AE3) et 0.15 mm (AE0.15). Concernant le premier (AE3), les essais sont réalisés avec le même extensomètre que précédemment. Par contre, pour le rayon de 0.15 mm, la zone entaillée ressemble plus à une fissure qu'à une entaille. Les tiges de 0.2 mm de diamètre de l'extensomètre ne peuvent plus être utilisées pour la mesure de réduction diamétrale. On utilise alors à la place des plaques de clinquant dont le schéma est présenté sur la figure II.25. Ces plaques sont suffisamment fines pour s'insérer dans l'entaille. De plus, une encoche de 2 mm de profondeur et de 4 mm de diamètre est réalisée sur chaque plaque pour s'adapter parfaitement au fond de l'entaille. Le seul point délicat est un possible réentaillage de l'éprouvette en cours d'essai vue la finesse des plaques de clinquant.

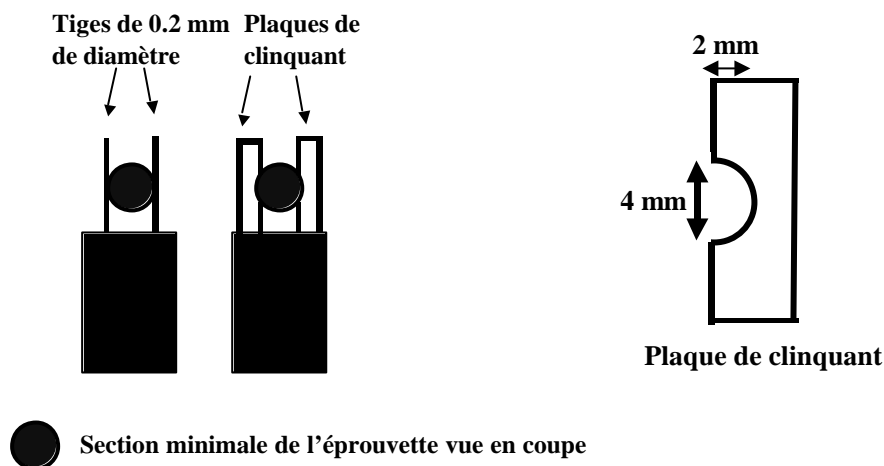


Figure II.25 Schéma des deux extensomètres utilisés pour la mesure de réduction diamétrale

La figure II.26 présente les résultats pour les deux nouveaux rayons de courbure, en plus des rayons 0.8 mm et 4 mm. Les résultats pour l'AE3 se situent assez logiquement entre AE4 et AE0.8. La force maximale de l'AE0.15 est la même que l'AE0.8. L'effet de saturation de la force maximale est ainsi confirmé. Aucune chute de charge n'est observée pour l'éprouvette AE0.15. Ce résultat s'explique par un fort entaillage de l'éprouvette par les plaques de clinquant. Ce résultat n'est pas considéré comme un résultat matériau. Dans le paragraphe suivant, des résultats similaires indiquant le même effet de force maximale saturante lors du pilotage par LVDT sont montrés, où cette fois-ci l'extensomètre est placé de part et d'autre de l'entaille afin de mesurer son ouverture.

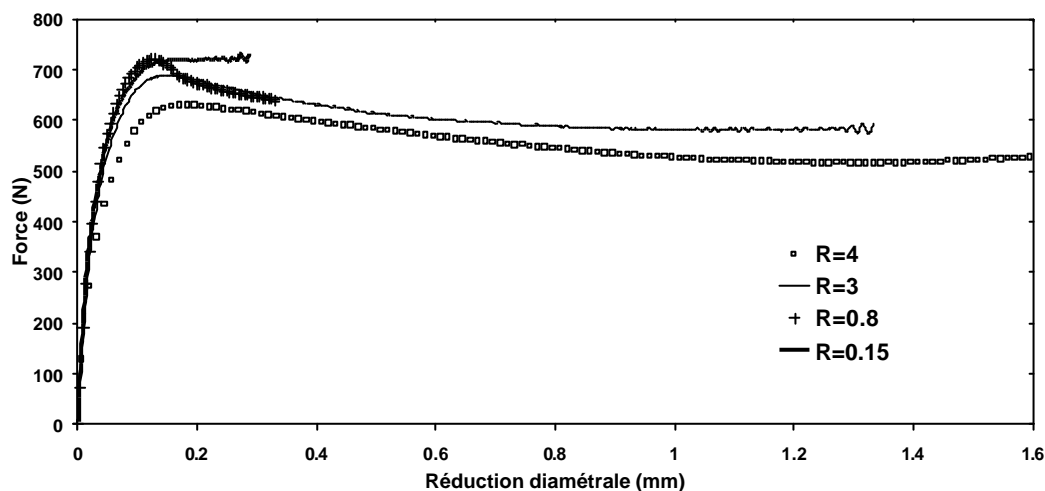


Figure II.26 Courbes force-réduction diamétrale à 20°C en pilotage de réduction diamétrale ($2.5.10^{-3}$ mm/s) pour AE4, AE3, AE0.8 et AE0.15

Concernant l'aspect général des courbes (cf. Figure II.24), deux résultats intéressants sont à mentionner. Le premier concerne la présence d'un crochet de traction au niveau de la charge maximale. Ce crochet peut indiquer soit un effet de structure, soit un adoucissement du matériau. Dans le cas d'un effet de structure, le crochet de traction indique la formation rapide de la striction qui supporte la majorité de l'élongation et de l'effort. L'effet de structure peut être différencié de l'effet d'adoucissement en traçant les contraintes nettes à la place des contraintes nominales. A titre d'exemple, des travaux sur du polyéthylène sollicité en traction indiquent que les courbes contraintes-déformations nominales montrent un crochet de traction, qui n'est plus visible avec les courbes contraintes-déformations nettes (la contrainte nette est calculée comme étant le produit de la contrainte

de Kirchoff multipliée par un facteur de triaxialité F_T dépendant de la variation des dimensions de l'entaille en cours d'essai) [G'Sell et al, 1992]. Dans le cas du polyéthylène, il semble donc que ce soit l'effet structure qui prédomine.

En revanche, dans le cas du PVDF, même en passant en contrainte nette, le crochet de traction est toujours présent. Il s'explique alors par l'adoucissement attribué à la formation et à la croissance de cavités formées au moment de la localisation de la déformation dans la zone entaillée.

Le second point intéressant concerne le long plateau de déformation plastique obtenu après le crochet de traction. La charge reste à peu près constante au fur et à mesure de la réduction diamétrale et la fin de l'essai pour les AE4 se caractérise par un rhéodurcissement. Ce résultat indique un fort écoulement plastique associé à une orientation et un glissement des chaînes [G'Sell et al, 1992]. En fin d'essai, les fibrilles sont fortement étirées, elles créent alors une résistance supplémentaire.

C.II.2 Résultats pour le pilotage en déplacement LVDT

Pour compléter ces résultats, des essais sur les mêmes éprouvettes sont réalisés en pilotant cette fois-ci l'essai en vitesse de déplacement de l'éprouvette. On travaille à 0.05 mm/s. Les mêmes conclusions sont obtenues quant à l'évolution du comportement en fonction de τ , c'est à dire une augmentation de la force maximale avec l'augmentation de τ (cf. Figure II.27).

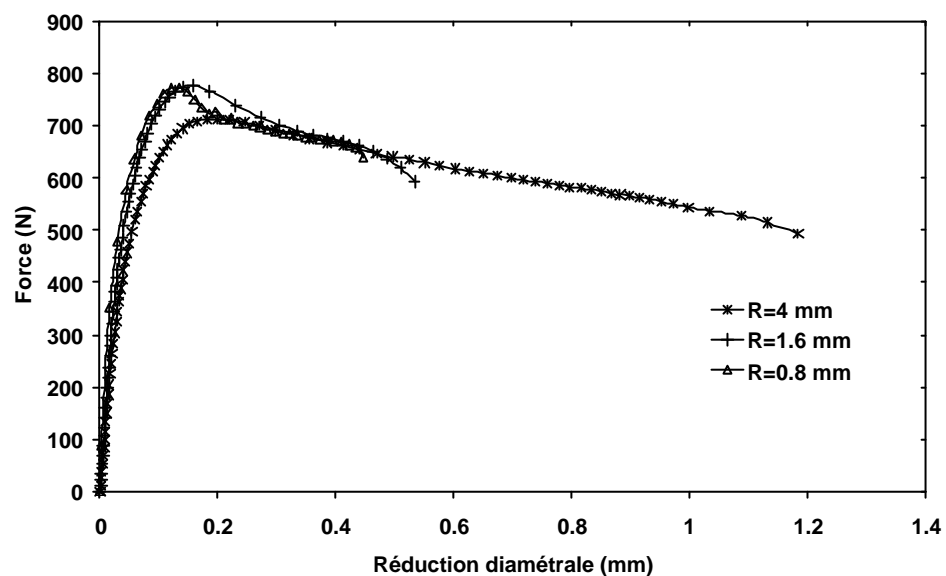


Figure II.27 Courbes force-réduction diamétrale en pilotage LVDT (0.05 mm/s) à 20°C pour différents rayons de courbure AE4, AE1.6 et AE0.8

Des résultats comparables entre AE1.6 et AE0.8 sont observés. En annexe II.3b sont présentés les résultats avec l'éprouvette AE0.15, où la saturation est confirmée. Ces essais permettent de travailler à une vitesse plus élevée, ce qui n'est pas réalisable en vitesse de réduction diamétrale pour des raisons de suivi d'asservissement de la machine Instron. L'influence de la vitesse sur la réduction diamétrale et sur la force enregistrée est ainsi démontrée (diminution de réduction diamétrale à rupture et augmentation de la force maximale avec l'augmentation de vitesse de sollicitation de l'éprouvette). Signalons aussi que la vitesse étant plus élevée pour ce type de pilotage, aucun rhéodurcissement final n'est observé, sans doute parce les chaînes et les fibrilles n'ont pas le temps de glisser les unes par rapport aux autres et se réorienter suffisamment.

La localisation de la déformation dans l'entaille provoque une forte contrainte triaxiale. La déformation peut soit se stabiliser signifiant que le chargement se transmet facilement au reste de l'éprouvette (ce serait le cas à 80°C par exemple, cf. [Castagnet, 1998]), soit provoquer une dilatation

importante dans la zone entaillée conduisant à la formation de cavités [Kramer, 1983]. Pour le PVDF non plastifié, à 20°C il semble qu'on se situe plutôt dans la seconde situation. Cette hypothèse sera confirmée par des mesures de déformation volumique dans ce chapitre au paragraphe C.IV.2.

En complément sont données en annexe II.3c deux courbes représentant les déplacements LVDT et extensométrique (réduction diamétrale) pour deux essais réalisés l'un en pilotage LVDT et le second en pilotage extensométrique. Dans les deux cas, une fois la localisation de la déformation faite dans l'entaille, les vitesses des deux capteurs sont identiques pour les deux modes de pilotage. Ainsi, il semble que la déformation longitudinale soit égale à la déformation radiale après localisation dans l'entaille.

C.II.3 Dispersion des résultats

Les résultats qui ont été présentés ci-dessus sont à chaque fois des moyennes d'au moins trois essais réalisés dans les mêmes conditions. Au niveau des dimensions des éprouvettes, la seule dimension pouvant être la moins reproductible est le diamètre en fond d'entaille. Des variations de +/- 0.4 mm ont été notées pour un diamètre moyen de 4 mm. Ces faibles variations peuvent néanmoins entraîner des variations sur la valeur de force maximale.

Toutefois la dispersion expérimentale la plus importante porte sur la réduction diamétrale à rupture. Contrairement aux éprouvettes lisses, les défauts de surface n'engendrent pas des ruptures plus rapides. En effet, l'amorçage de la rupture se fait au centre de l'éprouvette. En revanche, des défauts en cœur d'éprouvette apparaissent comme pouvant amorcer des ruptures plus rapides. Dans la matière de nombreuses porosités sont présentes, ainsi que des particules d'impuretés. Elles sont souvent à l'origine de l'amorçage de la rupture.

Les figures II.28a et II.29 présentent différents essais de traction réalisés pour une même température (20°C), une même vitesse ($2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s), et en pilotage de réduction diamétrale, pour deux rayons de courbure, AE4 (cf. Figure II.28a), et AE1.6 (cf. Figure II.29). Pour les deux rayons de courbure, la rupture se fait en moyenne pour une réduction diamétrale à plus ou moins 15%. Dans la plupart des cas, la rupture est brutale, c'est à dire que pour un déplacement donné, l'éprouvette casse immédiatement. On a également observé (cf. Figure II.28a) que l'éprouvette pouvait continuer de se déformer sans qu'une rupture nette ne soit observée. Une analyse plus précise de l'éprouvette a indiqué que celle-ci était complètement rompue en son cœur, mais que le ligament extérieur n'était pas cassé (cf. Figure II.28b). Cette observation est une preuve macroscopique que l'amorçage de la rupture de ce type d'éprouvette se fait à cœur.

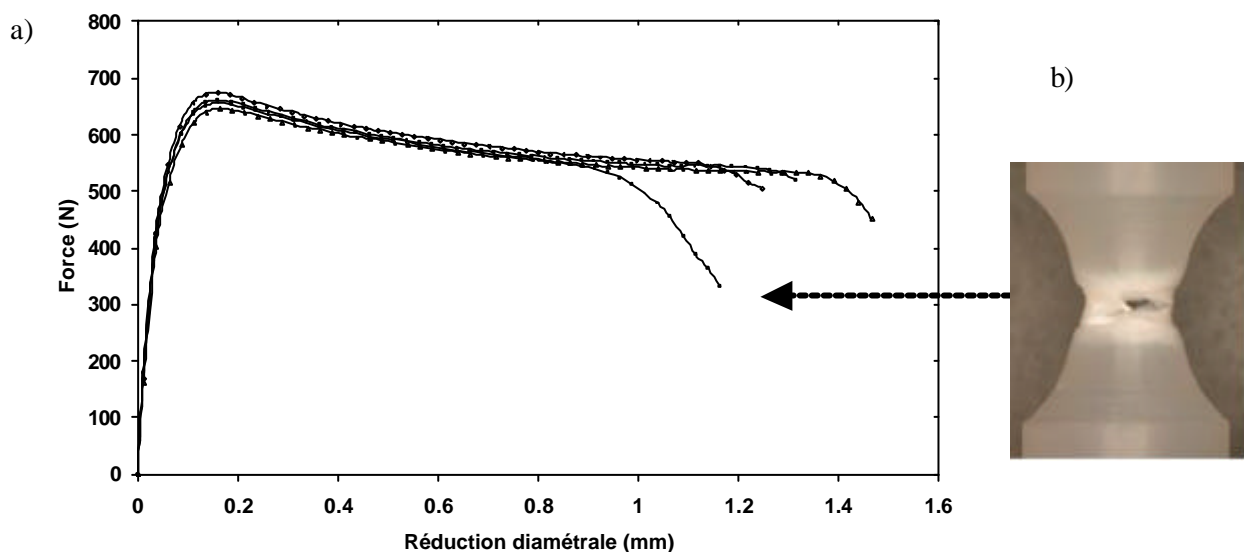


Figure II.28 a. Dispersion des courbes force-réduction diamétrale pour AE4 à 20°C et $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s, b. Eprouvette AE4 avec rupture au centre

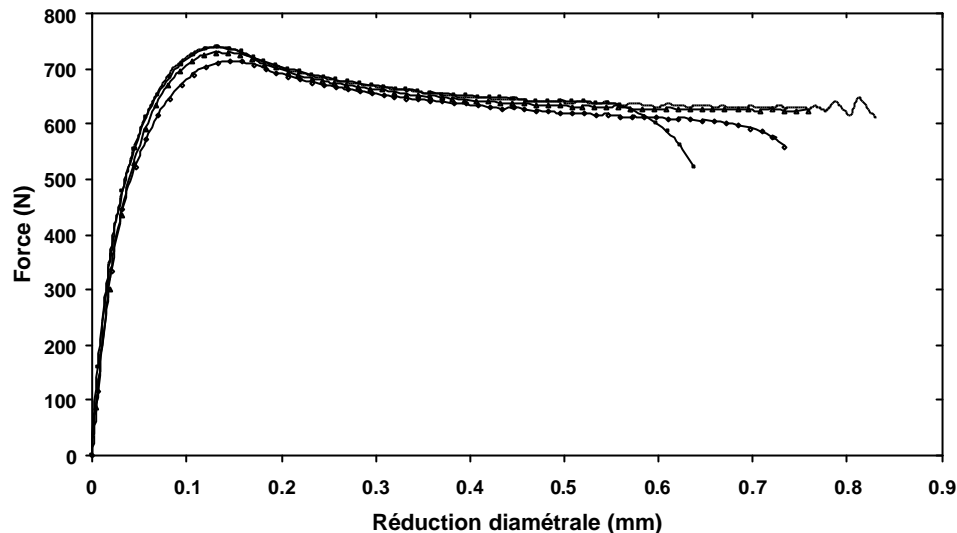


Figure II.29 Dispersion des courbes force-réduction diamétrale AE1.6 à 20°C et $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s

Les résultats qui seront présentés dans la suite du travail, comme notamment pour la modélisation, seront des moyennes des différents essais réalisés. Pour les AE4, la réduction diamétrale est d'environ 30% et 17% pour les AE1.6.

C.II.4 Effet de la longueur de l'éprouvette

Afin de vérifier que la longueur de fût n'a pas une importance sur les résultats, des essais complémentaires aux précédents sont réalisés en travaillant sur des éprouvettes de deux autres longueurs. Les précédents essais ont été réalisés avec une longueur de fût de 65 mm, les deux longueurs choisies ici sont 100 mm et 45 mm. Notons que l'éprouvette de grande longueur a été difficile à usiner à cause des risques accrus de flambement de l'éprouvette. Pour les essais de traction, l'éprouvette de plus petites dimensions a été plus difficile à placer dans les mors dû au manque de place déjà évoqué précédemment. Mis à part ces problèmes expérimentaux, les résultats de traction force-réduction diamétrale sont identiques (cf. *Annexe II.3d*). Une différence éventuelle pourrait se voir sur les faciès de rupture en terme de rapport de zone de propagation stable/instable, mais pas suffisamment d'essais ont été réalisés pour en faire un résultat statistique fiable.

On retiendra de ces essais que dans le domaine de géométrie explorée, il n'y a pas de différences entre les trois longueurs. Ainsi le choix de départ qui permet un usinage facilité et une bonne mise en place de l'éprouvette avant essai était judicieux.

C.III Résultats des essais de traction sur AE à -10°C et -50°C

Afin de compléter les essais de traction sur éprouvettes lisses réalisés aux basses températures, des essais de traction sur les éprouvettes axisymétriques entaillées sont réalisés à -10°C et -50°C. La difficulté expérimentale dans ce cas est double. La première concerne la mise en place de l'éprouvette dans une enceinte refroidie où peu de place est disponible. Une fois cette difficulté contournée, il s'agit de garantir que l'extensomètre ne reste pas collé en fond d'entaille au début de l'essai. De part la présence de givre, les tiges d'aluminium de l'extensomètre peuvent rester figées et ne pas suivre la réduction diamétrale de l'éprouvette.

Malgré ces conditions quelquefois délicates, des essais ont été effectués à deux vitesses pour les deux températures, pour les AE4, AE1.6 et AE0.8. Sur la figure II.30 sont indiqués des résultats comparatifs

entre 20°C et -10°C pour $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s, pour les trois rayons de courbure. Sur la figure II.31, les résultats pour le rayon 1.6 mm sont donnés pour les différentes températures et les deux vitesses afin de montrer l'évolution de la force et de la réduction diamétrale avec la température. Les résultats pour les AE4 et AE0.8 sont donnés en annexe II.3e. Sur les courbes relatives aux AE4, un essai à -80°C a été réalisé.

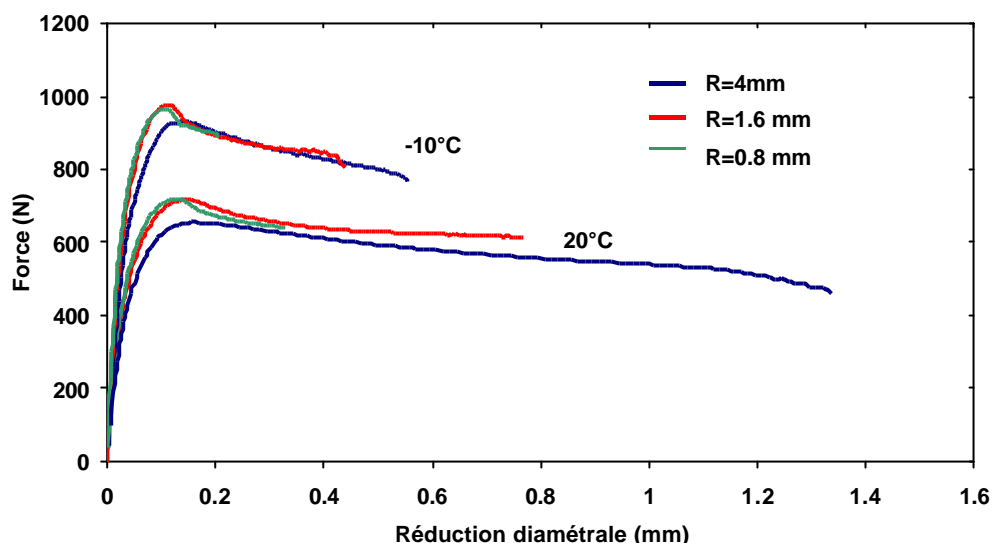
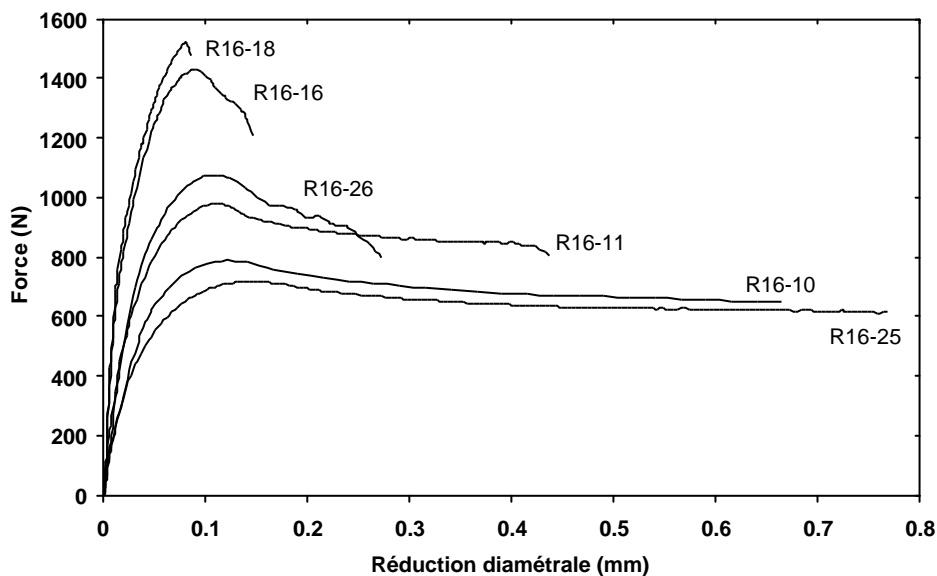


Figure II.30 Courbes de force-réduction diamétrale à 20°C et -10°C pour trois rayons de courbure AE4, AE1.6 et AE0.8, en vitesse de réduction diamétrale $2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s



T=20°C	vitesse (mm/s)	T=-10°C	vitesse (mm/s)	T=-50°C	vitesse (mm/s)
	$2.5 \cdot 10^{-3}$		$2.5 \cdot 10^{-3}$		$1 \cdot 10^{-3}$
	$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$		$2.5 \cdot 10^{-2}$

Figure II.31 Courbes force-réduction diamétrale pour une éprouvette AE1.6 à 20°C, -10°C et -50°C et deux vitesses de réduction diamétrale ($2.5 \cdot 10^{-3}$ mm/s et $2.5 \cdot 10^{-2}$ mm/s)

Une augmentation de la force maximale avec la diminution de température est constatée. Pour les trois rayons de courbure, pour une même vitesse de réduction diamétrale, la force maximale augmente d'environ 37% entre 20°C et -10°C et de 55% entre -10°C et -50°C. Le changement le plus important avec la température concerne la déformation plastique après le crochet de traction. En effet, à 20°C, un

plateau de déformation est obtenu après la force maximale, qui se caractérise par une charge qui reste à peu près constante pendant la réduction de diamètre. A -10°C , même si la longueur du plateau de déformation plastique a déjà beaucoup diminué, une certaine ductilité reste présente. En revanche, à -50°C , une chute rapide de la force est observée dès que la charge maximale est atteinte. Ce changement de comportement indique très nettement le passage d'un processus de rupture ductile à fragile. L'essai mené à -80°C pour une AE4 indique une rupture complètement fragile puisque l'éprouvette se casse dès la charge maximale atteinte (*cf. Annexe II.3e*).

Afin de compléter les résultats de dispersion obtenus à 20°C et présentés sur les figures II.28a et II.29, la figure II.32 présente la dispersion des réductions diamétrales à rupture pour les trois températures et les trois rayons de courbure.

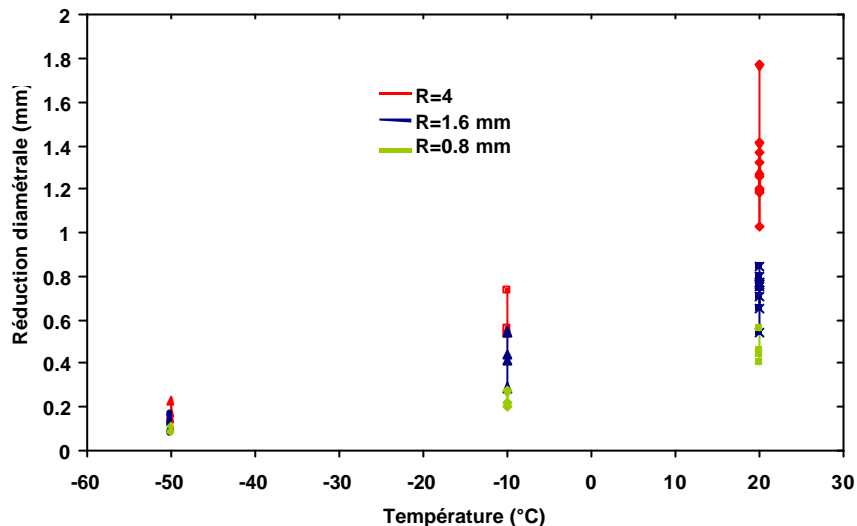


Figure II.32 Dispersion des réductions diamétrales à rupture pour AE4, AE1.6 et AE0.8 à 20°C , -10°C et -50°C , pour une vitesse de réduction diamétrale $2.5 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$

Ce graphique permet de rappeler qu'à 20°C , la dispersion sur la réduction diamétrale à rupture n'est pas réglable, et en diminuant la température, la déformation plastique étant réduite, la dispersion l'est également. Si on souhaitait réaliser des essais à plus basses températures, il faudrait certainement accroître la précision extensométrique vu la faible valeur des déplacements mesurés.

C.IV Observation macroscopique de l'endommagement lors des essais de traction sur AE

C.IV.1 Analyse qualitative de l'apparition et de l'évolution de l'endommagement

Le PVDF, plastifié ou non, possède une particularité intéressante pour l'expérimentateur lors de sa déformation au cours d'un essai de traction : il blanchit dans la zone qui s'endommage, c'est à dire dans la zone où se forment les cavités. Ainsi, la zone où la rupture va se produire peut être facilement localisée dans une éprouvette lisse. Dans le cas d'une éprouvette entaillée, la zone est prédéfinie par la géométrie et il est possible de déterminer à quel moment précis cet endommagement débute.

Les éprouvettes AE0.8 ont été particulièrement intéressantes, pour expliquer la « saturation » de charge maximale. Pour observer l'apparition du blanchiment dans la zone entaillée, l'essai est piloté en déplacement (l'extensomètre n'est pas utilisé car il empêcherait toute observation). Un premier essai sur une AE0.8 à 20°C et 0.15 mm/s est présenté sur la figure II.33, ainsi que les photos prises pendant la déformation. Différentes photos significatives de l'évolution sont données sur la figure II.33. Précisons que pour mieux mettre en évidence le blanchiment, l'éprouvette est éclairée de derrière. Ainsi, au début de l'essai (*cf. Image 1*), on observe l'éclairage dans la zone entaillée, grâce à

la diffusion partielle de la lumière à travers l'éprouvette. Dès l'image 3, la lumière n'est plus transmise, au contraire une opacité apparaît sur l'image, qui correspond à l'apparition du blanchiment. L'endommagement se produit ainsi avant d'atteindre la force maximale. Il se développe considérablement (cf. Image 4 et 5) pour concerner à la fin de l'essai toute la zone de plus petit diamètre.

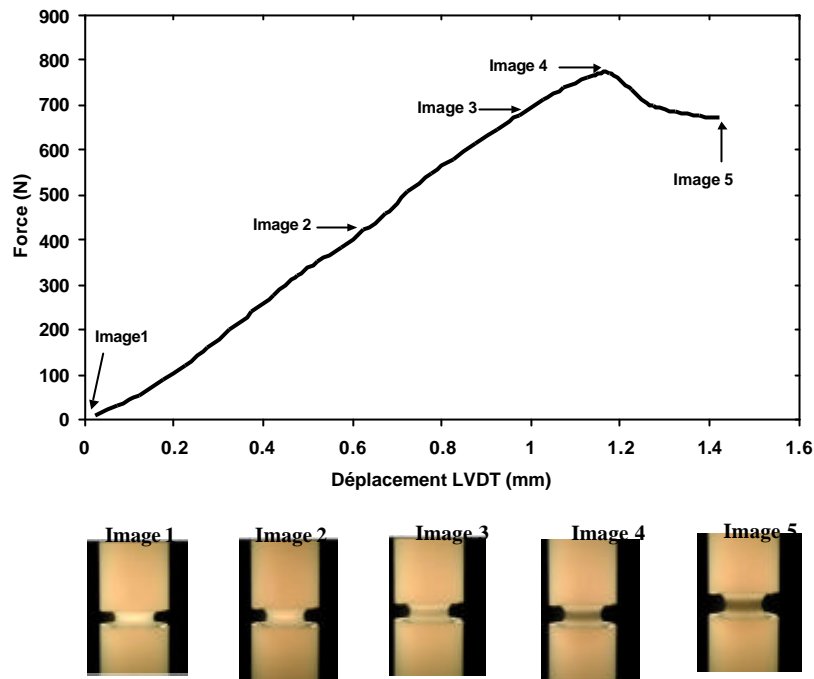


Figure II.33 Observation de l'apparition de l'endommagement dans l'entaille d'une AE0.8 au cours d'un essai de traction à 20°C, et 0.15 mm/s.

Aucune différence entre le cœur et les bords de l'éprouvette ne peut être décelée. La même analyse qualitative a été réalisée sur une éprouvette AE1.6 et AE4, elle révèle le même processus de blanchiment. Cependant dans le cas de AE4, l'endommagement se localise sur une zone entaillée plus large, il apparaît alors moins prononcé que dans le cas de l'AE0.8. Pour les trois rayons de courbure, il apparaît avant la force maximale sans pour autant que l'on puisse identifier précisément l'amorçage. Sa relative importance dans le cas des AE0.8 explique sans doute en grande partie l'effet saturant de la charge. En effet, bien que la triaxialité des AE0.8 soit plus grande que celle des AE1.6, l'endommagement des AE0.8 est tel qu'il limite la surface portante, limitant l'augmentation locale de contrainte. Ces observations mettent en évidence l'existence d'une compétition entre l'augmentation de contrainte ultime liée à l'augmentation de τ et l'augmentation de la pression hydrostatique qui crée plus d'endommagement.

C.IV.2 Quantification de l'endommagement

Il a été montré pour les éprouvettes lisses une augmentation de volume d'environ 4% au cours d'un essai de traction réalisé à faible vitesse et à 20°C. Cette augmentation de volume était liée à la formation et à la croissance de cavités. La cavitation est un processus d'endommagement (en faisant l'hypothèse que la réversibilité est assez faible) qui sera d'autant plus important que la contrainte hydrostatique sera importante. Ceci a été montré par exemple dans les travaux de Ishikawa et al [Ishikawa et al, 1977] où la contrainte hydrostatique semble être le critère favorable à la germination de cavités.

Pour des éprouvettes entaillées, la déformation plastique est confinée ce qui élève le niveau général des contraintes et le taux de triaxialité peut atteindre des valeurs élevées ($\tau = 1.1$ pour AE0.8 au cœur

de l'éprouvette avant essai). De ce fait, la contrainte hydrostatique est plus élevée que pour des éprouvettes lisses ($\tau = 0.33$). La cavitation pourrait donc d'autant mieux se développer dans l'entaille, et ainsi la déformation volumique serait plus importante que dans le cas d'une éprouvette lisse.

La détermination de la déformation volumique sur éprouvettes entaillées peut se faire également à l'Ecole des Mines de Nancy sous la direction de C.G'Sell et de J.M. Hiver. Leur méthode appelée vidéo-traction a déjà démontré sur de nombreux polymères sa fiabilité et son exactitude sur les mesures de déformations vraies et de contraintes vraies permettant de calculer les variations de volume. La méthode se base sur sept tâches réparties horizontalement et verticalement dans la zone entaillée. A partir de l'évolution de position de ces tâches en cours d'essais, ils mesurent précisément les variations de volume [G'Sell et al, 2002], en supposant l'isotropie transverse.

Dans le cas de notre étude, les rayons étudiés sont trop faibles pour pouvoir utiliser cette méthode. Une méthode d'analyse d'images assez simple a alors été utilisée. On réalise dans un premier temps l'essai précédent c'est à dire un essai de traction sur AE4 et AE0.8. Les essais sont filmés afin de définir la zone dans l'entaille réellement concernée par l'endommagement, c'est à dire par le blanchiment. Cette méthode ne tient donc compte que de l'endommagement visible à l'œil de l'expérimentateur. Pour l'AE4, la hauteur dans l'entaille concernée par l'endommagement est estimée à 2 mm et à 0.9 mm pour l'AE0.8 (cf. Figure II.34).

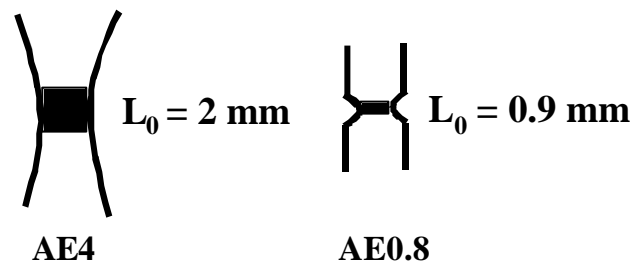


Figure II.34 Schéma des deux zones colorées en noir et représentant la hauteur dans l'entaille concernée par l'endommagement visible, AE4 et AE0.8

Afin de mettre en évidence l'évolution du profil (surface projetée) de cette zone, elle est peinte en noir sur la hauteur prédéfinie ci-dessus. Les mêmes essais de traction sont réalisés et filmés. En faisant l'hypothèse que la déformation surfacique est égale à la déformation volumique ($\mathbf{e}_v = \mathbf{e}_{zz} + \mathbf{e}_{rr} + \mathbf{e}_{qq} = \mathbf{e}_{zz} + \mathbf{e}_{rr}$ avec $\mathbf{e}_{qq} = 0$), l'évolution du volume des zones noircies est déterminée par analyse d'images.

La figure II.35 présente les résultats obtenus pour l'AE4. Six photos sont prises comme exemple de l'évolution de la zone noircie, la première photo correspondant à l'éprouvette avant essai et la dernière photo correspondant à l'instant de la rupture. La figure II.35 présente l'évolution de la force en fonction du temps, ainsi que l'évolution de la déformation volumique (considérée égale à la déformation surfacique) en fonction du temps.

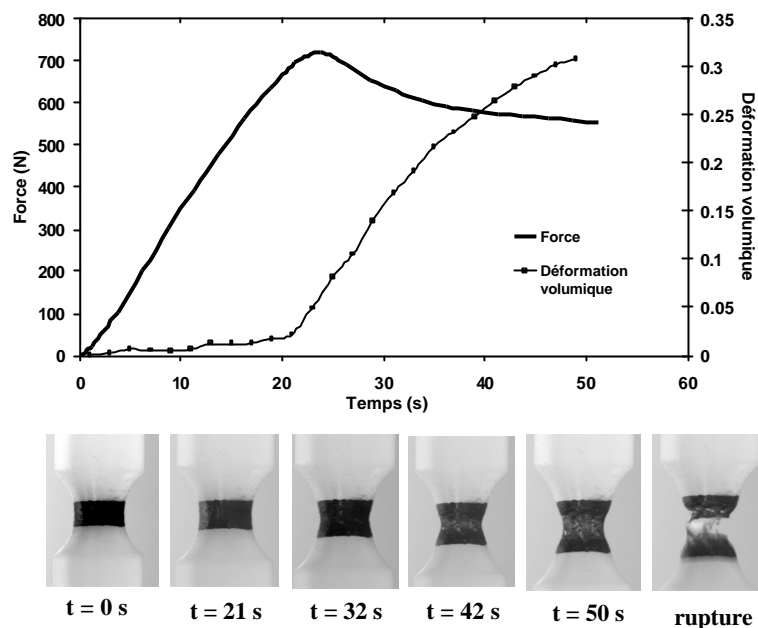


Figure II.35 Observation et mesure de la déformation volumique pour une AE4 à 20° et 0.15 mm/s

Les résultats indiquent que l'augmentation volumique est négligeable les vingt premières secondes de l'essai, c'est à dire le temps nécessaire pour atteindre de la charge maximale. L'augmentation de volume débute juste avant le crochet de traction, de façon très rapide puisqu'elle passe d'environ 2% à 30% à l'instant de la rupture. L'augmentation de volume a tendance à ralentir en fin d'essai (cf. diminution de la pente de la courbe déformation volumique en fonction du temps).

Le même essai sur une éprouvette AE0.8 est réalisé et les résultats sont donnés sur la figure II.36. On rappelle que la hauteur concernée par l'endommagement a été estimée à 0.9 mm.

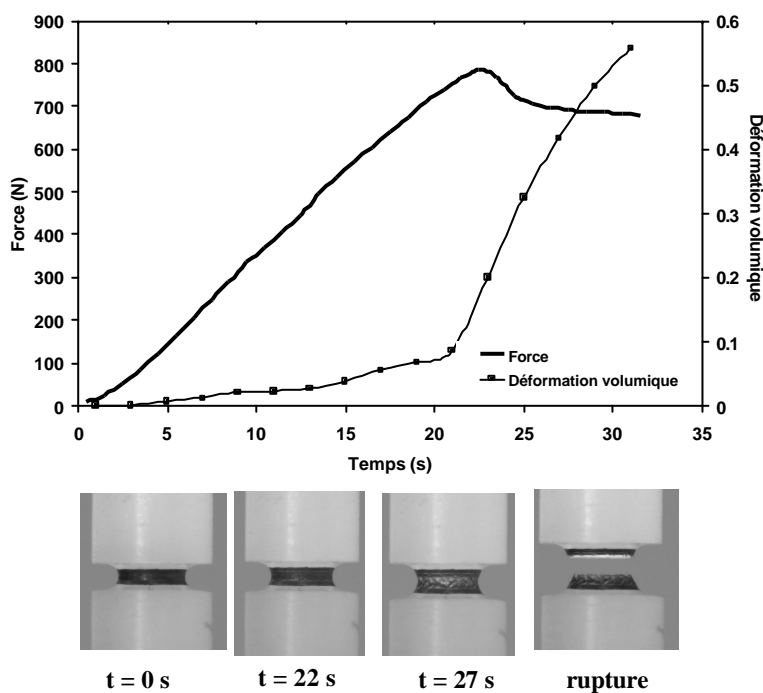


Figure II.36 Observation et mesure de la déformation volumique pour une AE0.8 à 20°C et 0.15 mm/s

Pour une même vitesse de sollicitation et une même température, la déformation volumique d'une AE0.8 juste avant la rupture atteint 55%, alors qu'elle n'est que de 30% pour une AE4 et de 3% pour une éprouvette lisse. Par ces résultats, l'importance du taux de triaxialité des contraintes τ sur l'endommagement du matériau est démontrée.

Signalons que certaines hypothèses ont été faites dans ces mesures. Tout d'abord, comme on l'a mentionné, une équivalence entre la déformation surfacique et la déformation volumique est considérée. Or la triaxialité n'est pas équivalente suivant la section de l'éprouvette. La triaxialité sera plus importante en cœur d'éprouvette qu'en peau d'éprouvette c'est à dire en surface. On peut alors supposer que les déformations longitudinales mesurées en surface sur les éprouvettes sont plus importantes que les mêmes déformations à cœur. L'endommagement sera maximal au centre de l'éprouvette, à l'endroit du maximum de triaxialité. Les hypothèses seront infirmées ou confirmées par les simulations numériques dans le chapitre IV. La seconde hypothèse concerne la zone utilisée pour faire la mesure de déformation volumique. En effet, il est probable qu'en prenant une hauteur plus faible, la déformation volumique serait plus élevée. Simplement, lors de la modélisation, on fera les calculs de déformations volumiques sur les mêmes zones qu'expérimentalement. Ces mesures ne sont pas des mesures quantitatives précises de la déformation volumique, mais indiquent simplement l'importance de l'endommagement dans le PVDF suivant la géométrie utilisée.

C.V Conclusion des essais de traction sur éprouvettes lisses et entaillées

Les analyses physico-chimiques ont indiqué que le matériau était cristallisé à environ 45% et que sa température de transition vitreuse se situait vers -42°C . L'analyse de l'évolution du module d'Young apparent a confirmé la nette rigidification au passage de cette transition.

Les essais de traction sur éprouvettes lisses et éprouvettes entaillées permettent de mettre en évidence plusieurs points importants concernant le comportement et l'endommagement du PVDF.

Tout d'abord, les essais réalisés à 20°C et à -10°C indiquent que le matériau a un comportement ductile pour ces deux températures. Les essais aux différentes vitesses de déformation indiquent que l'effet de la vitesse est moindre par rapport à l'effet de la température. Pour $T = -50^{\circ}\text{C}$ et en dessous le matériau est fragile, et les observations microscopiques présentées dans le Chapitre III permettront d'apporter des compléments aux résultats des essais mécaniques. Ainsi, une nette rigidification du matériau est constatée avec la diminution de température, symbolisée par l'augmentation du module d'Young, et par l'augmentation de la contrainte maximale. Cette rigidification entraîne également une forte diminution de la déformation à rupture, qui à -100°C par exemple sur éprouvettes lisses se réduit à 2 ou 3%.

Ensuite, le PVDF se caractérise par un blanchiment dans la zone qui s'endommage. Ce blanchiment témoigne de la présence de cavités, ainsi que de la matière fortement étirée. Ces cavités sont soit initialement existantes, soit formées en cours d'essai. Nous ferons la distinction entre la germination et la croissance dans le chapitre microscopie et modélisation. Cette particularité a permis de quantifier l'augmentation de volume liée à la cavitation et permet ainsi d'expliquer certains comportements comme l'égalité de charge maximale entre deux éprouvettes axisymétriques de taux de triaxialité pourtant différents.

Enfin, l'étude de ces deux types de géométries a montré qu'il est nécessaire d'étudier des géométries uniaxiales et multiaxiales. Les géométries lisses permettent une identification simple et précise du comportement jusqu'à un certain niveau de chargement et les géométries entaillées ont permis d'étendre les résultats à des chargements de niveaux plus élevés mais aussi dans un état triaxial.